

Universidad Nacional de Rosario
Facultad de Ciencias Exactas, Ingeniería y Agrimensura



Tesis Doctoral

**Estudio experimental y modelado
micromecánico de la deformación plástica
de zinc laminado: efecto de la textura y la
microestructura**

Martín E. Leonard

Director: Dr. Javier W. Signorelli
Co-Directora: Dra. Analía Roatta

Miembros del Jurado: Dra. Elena Brandalezze
Dra. Patricia Bozzano
Dr. Miguel A. Vicente

*Tesis presentada en la Facultad de Ciencias Exactas, Ingeniería y Agrimensura,
en cumplimiento parcial de los requisitos para optar al título de*

Doctor en Ingeniería

Marzo de 2022

Certifico que el trabajo incluido en esta tesis es el resultado de tareas de investigación originales y que no ha sido presentado para optar a un título de postgrado en ninguna otra Universidad o Institución.



Martín E. Leonard
DNI 32.345.171

Agradecimientos

Por medio de estas breves líneas deseo expresar mi gratitud y afecto a todas aquellas personas que, de alguna u otra manera, colaboraron en la concreción de este trabajo de tesis.

Por empezar, agradezco a mis directores, Javier Signorelli y Analía Roatta, por su permanente orientación y motivación para llevar adelante el trabajo cotidiano, y por su siempre generosa transmisión de conocimientos y disposición al intercambio de ideas. A Javier en particular, además, por haber recibido mi inquietud y apoyado mi postulación a la beca doctoral de CONICET, allá por mayo de 2015; y por la confianza en los proyectos futuros.

Al resto de nuestro grupo, por todo el trabajo compartido: Emanuel Nicoletti, Mike Stout, Mageli Bertinetti y Fabricio Aguzzi. A Raúl Bolmaro, Martina Ávalos, César Sobrero, Vanina Tartalini y Pablo Risso, por su invaluable ayuda en todo lo referido a texturas y EBSD. También colaboraron en estos temas Emanuel Benatti y Natalia De Vincentis. A Fernando Ugo, Fede Mateo, Daniel y Jere Castellani, fundamentales en el desarrollo de los ensayos mecánicos y la preparación de probetas y equipos.

A mis compañeras de cátedra de Ciencia de los Materiales (y también del IFIR): Ana Velia y Silvina. Particularmente a Ana por la ya bastante larga historia compartida, y por haber disparado la chispa de curiosidad por la metalurgia. A mis compañerxs del IFIR, especialmente a la banda inicial de "la 120" que en el comienzo fue un sostén afectivo fundamental: Isidro, JuanMa y Marcio. También a Lara, Ema y Nati, por las charlas en la oficina. A lxs cumpas más recientes y anteriores: Belén, Flor S., Bruno, Tecla, Jose, Dirri, Tano, Roy, Colo, Tane, Flor G., Lucio... Todxs ellxs y el resto del personal del IFIR hacen del Instituto un excelente lugar de trabajo.

Un reconocimiento especial a Fernando Schlosser y Claudio Schwindt, de Bahía Blanca, y con ellos al resto del Departamento de Metalurgia de la UNS. A la gente del CEMEF, por la gran colaboración en el desarrollo del trabajo y por propiciar una estadía placentera en Francia: Nathalie Bozzolo, Charbel Moussa, Cyrille Collin, Suzanne Jacomet, y especialmente a Anthony Seret. A los amigos de Chile: Franciso Alister, Diego Celentano y Alvaro González.

A lxs compañerxs de ATE-CONICET: Armando, Pablo, Sofi, Marina, Ema, Lautaro, Fer, Merce, Andrea; porque *investigar es trabajar* y lxs trabajadorxs de CyT nos merecemos derechos laborales. Y por la desafiante tarea de construir una ciencia desde y para el pueblo, por el buen vivir de las futuras generaciones.

El mayor de los agradecimientos va para Ro, mi gran compañera de vida, por todo el amor, risas, llantos y crecimiento compartidos. Al resto de mi familia: mis padres y hermanas, y mis cuñadxs y sobrinas. A Gustavo y Mariano, por tanta amistad... Aunque no sea habitual, deseo dedicar este trabajo a Mariano Strano, gran amigo que, desde algún lugar, estará acompañando el devenir de esta tesis con su curiosidad y afecto infinitos.

Resumen

Las aleaciones de base zinc en forma de chapa tienen aplicaciones arquitectónicas de interés gracias a su gran maleabilidad, resistencia a la corrosión y agradable aspecto superficial. El estudio de la plasticidad y la conformabilidad de este material presenta ciertos desafíos, tanto desde una perspectiva tecnológica como científica, debido a su marcada anisotropía y a efectos microestructurales asociados a su bajo punto de fusión. La investigación experimental y el modelado de la deformación plástica son fundamentales para comprender, optimizar y predecir el comportamiento mecánico y la evolución microestructural durante los procesos de conformado. En la presente tesis se aborda la caracterización experimental y el modelado micromecánico de la plasticidad de chapas comerciales de Zn-Cu-Ti, la aleación de zinc más utilizada en la producción de chapas para uso arquitectónico.

El abordaje experimental involucra un nivel dado por el comportamiento mecánico y otro por el análisis de microestructura mediante técnicas diversas. La respuesta mecánica se evalúa por medio de ensayos de tracción uniaxial, abarcando la variación de la tensión con la dirección de sollicitación, la sensibilidad a la velocidad de deformación, la anisotropía plástica y la localización de la deformación. Además, se presenta un estudio de la conformabilidad bajo trayectorias monótonas y con cambios de camino de deformación, obteniendo como resultado diagramas límite de conformado (FLD) tanto lineales como bilineales en tres direcciones de anisotropía de la chapa. La ductilidad extendida hallada en los ensayos bilineales resulta de gran interés para lograr un mayor aprovechamiento de la capacidad de conformado del material. En relación a la microestructura, su caracterización comprende el empleo de las técnicas de microscopía óptica y electrónica de barrido, con especial aplicación del método de difracción de electrones retro-dispersados (EBSD) y la difracción de rayos X para la determinación de la textura cristalográfica. La aplicación de estas técnicas al estudio de la microestructura deformada del material permite develar un mecanismo de fragmentación granular caracterizado como de recristalización dinámica continua (CDRX). Este fenómeno, asociado con la estabilidad y atenuación de la textura, se revela como un aspecto clave para comprender la formabilidad extendida de la aleación, y presenta variaciones con la velocidad de deformación y la orientación.

El modelado de la plasticidad de la aleación Zn-Cu-Ti se lleva a cabo mediante el modelo viscoplástico auto-consistente (VPSC) bajo la linealización afín. Se muestra que el uso de la aproximación afín mejora las predicciones de la anisotropía plástica respecto de simulaciones previas, pero no así de la evolución de textura del material, sobre todo en sollicitaciones de tracción transversal. En base a la evidencia experimental, se propone el empleo de sub-modelos incorporados al marco VPSC capaces de tratar con la influencia de la CDRX en la evolución de textura. Una primera propuesta consiste en emular el efecto de corto alcance de la CDRX imponiendo la continuidad del campo de

rotaciones entre grupos aleatorios de orientaciones (modelo VPSC-SRE). Un abordaje más representativo del fenómeno de CDRX a nivel microestructural consiste en el modelo de grano compuesto con ley de fragmentación probabilística (VPSC-CDRX-CG). De la comparación de ambos enfoques, el modelo VPSC-SRE resulta el más adecuado para reproducir las texturas experimentales de la chapa de Zn-Cu-Ti, a pesar de su falta de descripción local del fenómeno de fragmentación. El modelo VPSC-CDRX-CG no logra capturar la estabilidad de la componente basal durante la sollicitación transversal. Sin embargo, el análisis de la variación de sus parámetros permite lograr una mayor comprensión de la causa de la estabilidad de textura por plasticidad, lo que permite sugerir lineamientos para la implementación de una ley de evolución gradual de la misorientación embebida en el modelo VPSC-CDRX-CG.

Índice general

Prefacio	1
Agradecimientos	2
Resumen	3
Índice general	5
Capítulo 1: Introducción	8
1.1. Marco general.....	8
1.1.1. Conformado de chapas y formabilidad	8
1.1.2. Interés tecnológico de las chapas de aleaciones de zinc.....	9
1.1.3. Modelado de la plasticidad y la DRX.....	10
1.2. Objetivos de la tesis	11
1.3. Organización del trabajo.....	12
Capítulo 2: Estado del arte	14
2.1. El zinc y sus aleaciones.....	14
2.2. Tecnología de las chapas de aleaciones de zinc	17
2.3. Plasticidad cristalina	21
2.4. Textura y anisotropía.....	25
2.4.1. Medición y representación de la textura	26
2.4.2. Textura y anisotropía en chapas de metales HCP	28
2.5. Recristalización del zinc.....	36
2.6. Modelado de la deformación plástica y la recristalización.....	42
2.6.1. Modelos de plasticidad.....	42
2.6.2. Modelos de recristalización	47
Capítulo 3: Caracterización mecánica y microestructural	53
3.1. Caracterización microestructural	53
3.1.1. Microscopía óptica.....	54
3.1.2. Microscopía electrónica de barrido y mapeo de orientaciones (SEM-EBSD)	59
3.1.3. Textura cristalográfica por difracción de rayos X.....	68
3.2. Caracterización mecánica.....	74
3.2.1. Curvas tensión-deformación uniaxiales	76

3.2.2. Sensibilidad a la velocidad de deformación	83
3.2.3. Anisotropía plástica	89
3.3. Conclusiones.....	92
Capítulo 4: Conformabilidad de chapas de zinc.....	94
4.1. Introducción	94
4.2. Material y procedimiento experimental	97
4.2.1. Determinación de las deformaciones límite	97
4.2.2. Trayectorias de deformación bilineales	99
4.3. Resultados y discusión	101
4.3.1. Formabilidad para trayectorias proporcionales.....	101
4.3.2. Formabilidad para trayectorias bilineales	103
4.3.3. Comentarios adicionales.....	106
4.4. Conclusiones.....	108
Capítulo 5: Caracterización experimental de la recristalización dinámica en Zn-Cu-Ti.....	110
5.1. Introducción	110
5.2. Material y procedimiento experimental	111
5.3. Resultados y discusión	113
5.3.1. Evolución de la morfología granular básica y la textura.....	113
5.3.2. Evolución del tamaño y la forma de los granos	114
5.3.3. Fragmentación de los granos por desarrollo de subgranos	117
5.3.4. Influencia de la orientación en la fragmentación.....	122
5.3.5. Análisis de bordes de (sub)grano.....	123
5.3.6. Efecto de una velocidad de deformación elevada.....	125
5.4. Conclusiones.....	127
5.5. Material suplementario.....	127
5.5.1. Mapas de bordes de macla	128
5.5.2. Perfiles de misorientación adicionales	128
5.5.3. CDRX en chapa Zn-Cu-Ti de espesor 0,80 mm.....	129
Capítulo 6: Modelado de la plasticidad y la recristalización dinámica continua en Zn-Cu-Ti.....	133
6.1. Modelado de la plasticidad de chapas Zn-Cu-Ti mediante el modelo VPSC.....	134

6.1.1. Antecedentes.....	134
6.1.2. Material y calibración del modelo.....	137
6.1.3. Discusión.....	143
6.2. Incorporación de un modelo con efecto de corto alcance (VPSC-SRE).....	147
6.2.1. Calibración.....	148
6.2.2. Resultados y discusión.....	151
6.2.3. Conclusiones.....	157
6.3. Modelo de grano compuesto con recristalización dinámica continua (VPSC-CDRX-CG)	158
6.3.1. Descripción y calibración del modelo.....	160
6.3.2. Resultados y discusión.....	164
6.3.3. Conclusiones.....	169
6.4. Propuesta de ley de evolución gradual de misorientación de subgranos.....	170
Capítulo 7: Conclusiones y perspectivas futuras.....	177
7.1. Resumen general y conclusiones.....	177
7.2. Trabajo en curso y perspectivas a futuro.....	179
Referencias.....	182
Apéndice A: Formulación viscoplástica auto-consistente.....	196

Capítulo 1

Introducción

1.1. Marco general

1.1.1. Conformado de chapas y formabilidad

Los materiales metálicos en forma de chapa o lámina presentan una gran utilidad tecnológica, principalmente debido a la versatilidad de sus propiedades y al amplio desarrollo de procesos de conformado que posibilitan la producción de formas útiles muy diversas. Los procesos de trabajado mecánico de metales por deformación plástica suelen clasificarse en dos grandes grupos, llamados procesos primarios y procesos secundarios o de conformado (Dieter et al., 2003). Los primeros involucran todas aquellas técnicas de deformación en masa mediante las que se obtienen productos semielaborados, como ser laminación, forjado, extrusión y trefilado. La mayoría de estas operaciones se realiza en caliente, es decir, por encima de la temperatura de recristalización estática de las aleaciones ($\sim 0,5T_f$, siendo T_f el punto de fusión en Kelvin). Por su parte, los procesos de conformado de chapas implican la fabricación de productos semielaborados o piezas terminadas mediante la deformación plástica –generalmente en frío– de chapas previamente obtenidas por laminación en caliente. Las operaciones de conformado de chapa son muy diversas, destacándose por ejemplo el plegado, la embutición, el estirado y el corte.

La chapa conformada tiene gran aplicación tanto en la industria del transporte (cascos de navíos, chasis y cuerpos de locomotoras y vagones en el transporte ferroviario, carrocerías de automóviles, autobuses y camiones, fuselaje de aviones) como en la de la construcción (techos de viviendas, perfiles conformados para estructuras, cubiertas de naves industriales, etc.). Asimismo, posee un papel destacado en la producción de bienes de capital para la industria, como ser: piezas de equipos rotantes (bombas, compresores, ventiladores), carcasas de máquinas-herramientas, ductos, y cuerpos de hornos, tanques y recipientes a presión, entre otros. Cabe señalar, por último, una gran diversidad de aplicaciones de uso doméstico (hornos, estufas, electrodomésticos, utensilios de cocina).

El concepto de *formabilidad* (o *conformabilidad*) refiere a la capacidad de un metal en forma de chapa de ser deformado sin defectos mediante los diversos procesos de conformado existentes en la industria (Banabic, 2010). Se trata de un concepto tecnológico complejo que no depende solamente del material sino también del tipo de proceso considerado (geometría de las piezas y de las herramientas) y de las condiciones de trabajo (temperatura, lubricación, velocidad de deformación, atmósfera, etc.). Por otro lado, cuando se habla de defectos se hace referencia a fallas o discontinuidades que pueden producirse en el metal conformado y que, dependiendo de la aplicación, pueden ser motivo de rechazo de las piezas. Estos defectos pueden consistir en fracturas, deformaciones indeseadas (estricción,

arrugas, orejado), estados superficiales indeseables (piel de naranja, líneas de Lüders) o inestabilidad dimensional (recuperación elástica, cambios de volumen por trabajo a temperaturas disímiles).

El trabajo de la presente tesis se relaciona con los aspectos metalúrgicos de la conformabilidad, es decir, con las propiedades del material que influyen en la misma. Las propiedades generalmente más importantes a tal respecto son la composición química, la microestructura y la textura cristalográfica. La microestructura comprende aspectos tales como el tamaño y morfología de grano, la presencia de partículas de segunda fase y la preexistencia de deformación plástica o de tratamientos térmicos de recuperación/recristalización. La textura cristalográfica consiste en la distribución preferencial de orientaciones de la estructura cristalina de los granos, la cual influye decisivamente en la anisotropía de los materiales policristalinos. La anisotropía mecánica, una propiedad fundamental para el estudio de la conformabilidad, no solo depende de la textura cristalográfica sino también de la morfología granular (a veces denominada textura morfológica), es decir, de la forma y distribución topológica de los granos y las posibles partículas de segunda fase.

1.1.2. Interés tecnológico de las chapas de aleaciones de zinc

El uso mayoritario de chapa metálica en el mundo corresponde a chapas de acero y de aluminio. La chapa de zinc y sus aleaciones no está tan difundida debido a que presenta una menor resistencia mecánica respecto de los materiales mencionadas. No obstante, este material encuentra aplicación en la industria arquitectónica a modo de recubrimiento estético y protector de fachadas y de techos de madera o acero. Además, gracias a su maleabilidad y bajo costo, tiene creciente aplicación en la fabricación de desagües, drenajes y objetos decorativos. En la Figura 1-1 se muestran algunos ejemplos. Las principales características del zinc laminado son la resistencia a la corrosión, excelente terminación superficial, soldabilidad y, como se mencionó, la maleabilidad, es decir, la capacidad de ser conformado sin grandes esfuerzos (Porter, 1991).

Uno de los aspectos más importantes que condicionan la formabilidad del zinc es su marcada anisotropía plástica, debida principalmente a la textura cristalográfica inducida durante los procesos de laminación previos. Este desarrollo de textura, a su vez, está directamente relacionado con la estructura cristalina hexagonal compacta (HCP) del zinc, la cual proporciona escasos sistemas de deslizamiento cristalino capaces de acomodar la deformación de manera homogénea (Britton et al., 2015). La formabilidad de materiales HCP es un campo de estudio importante tanto por su interés tecnológico como desde la perspectiva científica. Históricamente, los metales HCP más investigados por sus aplicaciones industriales han sido el titanio (gracias a su elevada resistencia mecánica y a la corrosión), el zirconio (debido a sus aplicaciones nucleares) y el magnesio (por su excelente relación peso/resistencia). A pesar de compartir la estructura cristalina, las leves variaciones que presentan los parámetros de red de estos metales (relación c/a) hace que su textura exhiba diferencias significativas, lo que redundará en una anisotropía y formabilidad diversas según cada caso (Wang y Huang, 2003).

El bajo punto de fusión del zinc (419,5 °C) presenta otra diferencia notable con respecto al resto de los materiales hexagonales de interés tecnológico mencionados. Esta propiedad, además de influir

negativamente sobre la resistencia a la fluencia lenta (*creep*), facilita los procesos de recristalización del material. No solamente posibilita tratamientos de recocido a temperaturas relativamente bajas, sino que promueve la recristalización durante la deformación plástica a temperatura ambiente, es decir, la *recristalización dinámica* (DRX) (Chollet, 1968; Porter, 1991). La combinación de anisotropía con bajo punto de fusión hace que el zinc y sus aleaciones presenten propiedades mecánicas únicas, y en particular la formabilidad representa un desafío tecnológico y científico aún no del todo satisfecho.



Figura 1-1: Aplicaciones de chapas de zinc.¹

1.1.3. Modelado de la plasticidad y la recristalización dinámica

El modelado de la deformación plástica de metales ha tenido un enorme desarrollo en las últimas décadas, asistido por el importante crecimiento de la capacidad computacional e impulsado por el interés económico de optimizar los procesos termomecánicos de manufactura. En general, la simulación computacional aplicada a los procesos industriales de deformación plástica se basa principalmente en modelos fenomenológicos cuyas leyes constitutivas son de tipo empíricas. La rama de modelos de base física, representativa de los mecanismos de deformación a escala cristalina, se ha

¹ Imágenes disponibles en <https://www.v zinc.com/>.

desarrollado en el marco de la investigación en ciencia básica con un enfoque orientado a mejorar la comprensión de los fenómenos físicos responsables del comportamiento mecánico y la evolución microestructural de los agregados policristalinos. Sin embargo, no existe una división tajante entre ambos enfoques de modelado, y en años recientes los modelos de plasticidad cristalina han comenzado a implementarse en aplicaciones tecnológicas tendientes a simular procesos a escala industrial (Zhang et al, 2016).

Los procesos de trabajado mecánico industriales se realizan a temperaturas diversas, cubriendo un amplio rango que va desde la temperatura ambiente hasta valores cercanos al punto de fusión, según el tipo de proceso, la aleación y las propiedades buscadas. Tanto cuando se desarrolla deformación en caliente como cuando se conforma en frío y se aplica un tratamiento de recocido posterior, el fenómeno de recristalización es de vital importancia en las condiciones de proceso y en las propiedades finales del material. El desarrollo de modelos de recristalización, entonces, también es de gran interés científico y tecnológico. Dada la complejidad del fenómeno, los primeros modelos tendieron a desarrollarse para los procesos de recristalización estática; es decir, los que ocurren durante los tratamientos de recocido posteriores a la deformación (Humphreys y Hatherly, 2004). Sin embargo, en los últimos años se han comenzado a difundir modelos acoplados capaces de dar cuenta del fenómeno de recristalización durante la deformación plástica (DRX), lo que implica un enfoque integral de mayor potencialidad para simular los procesos de fabricación reales (Huang y Logé, 2016), aunque todavía con un vasto campo por explorar.

La **motivación** de la presente tesis doctoral nace, por un lado, del interés en mejorar la comprensión de los mecanismos de deformación plástica de las chapas de aleaciones de zinc, tanto en lo que respecta a su microestructura como a las consecuentes propiedades mecánicas y la formabilidad. Por otro lado, dado que el sistema material seleccionado presenta el fenómeno de recristalización dinámica bajo ciertas condiciones de trabajo, se abre la oportunidad de implementar este fenómeno en modelos de plasticidad cristalina previamente desarrollados pero aplicados al zinc de manera limitada y con resultados no del todo satisfactorios (Schlosser y Signorelli, 2014; Schwindt et al., 2015).

1.2. Objetivos de la tesis

El **objetivo general** de la presente tesis doctoral consiste en comprender y modelar la evolución microestructural inducida por procesos de conformado de chapas de aleaciones de base zinc. Para ello, se delineó una serie de **objetivos específicos** basados en la caracterización del material mediante técnicas experimentales diversas y el modelado de su comportamiento plástico, a saber:

- caracterización de la *respuesta mecánica*, la *microestructura* y la *formabilidad* de aleaciones de zinc laminadas, con énfasis en la anisotropía por textura cristalográfica y morfológica;
- caracterización del proceso de afinamiento de grano observado durante la deformación plástica debido a *recristalización dinámica* (DRX).

- modelado computacional de la deformación plástica del material mediante un *modelo de plasticidad cristalina* (VPSC) incorporando el fenómeno de DRX.

Los resultados derivados de estos objetivos específicos constituyen los aportes novedosos del presente trabajo.

1.3. Organización del trabajo

A partir del marco general y los objetivos planteados en este capítulo introductorio, el manuscrito se estructura de la siguiente manera:

En el *Capítulo 2* se presenta un estado del arte del tema de la tesis, resumiendo las principales características del material de estudio (aleación Zn-Cu-Ti), sus aplicaciones tecnológicas, los conceptos mecánicos y metalúrgicos claves que influyen en el comportamiento plástico del material, y los principales modelos computacionales desarrollados para simular dicho comportamiento.

El *Capítulo 3* trata sobre la caracterización experimental del material, incluyendo su comportamiento mecánico y su microestructura. La caracterización microestructural comprende tanto la topología granular como la textura cristalográfica, enfatizando su relación con la respuesta plástica anisótropa de las chapas de la aleación. Parte de este trabajo fue publicado en el artículo:

- **Leonard, M.**, Nicoletti, E., Roatta, A., Stout, M., Bolmaro, R. y Signorelli, J.W. (2019). Estudio de la anisotropía mecánica en chapas de zinc y su relación con la textura cristalográfica. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, S8(1), 43–47.

En el *Capítulo 4* se presenta un estudio de la formabilidad de chapas de Zn-Cu-Ti, aplicando caminos de deformación monótonos (diagrama límite de conformado tradicional) y trayectorias bilineales. El contenido de este Capítulo se basa en la siguiente publicación:

- Schlosser, F., Signorelli, J.W., **Leonard, M.**, Roatta, A., Milesi, M., y Bozzolo, N.. (2019). Influence of the strain path changes on the formability of a zinc sheet. *Journal of Materials Processing Technology*, 271(March), 101–110.

El fenómeno de la recristalización dinámica (DRX) del zinc es estudiado experimentalmente en el *Capítulo 5*, en el que se logra caracterizar este mecanismo de fragmentación granular como un proceso de recristalización dinámica de tipo continuo (CDRX). Esta caracterización se llevó a cabo mediante microscopía por difracción de electrones retro-dispersados (EBSD) y el posprocesamiento numérico de los datos obtenidos. Dicho análisis fue publicado en el siguiente artículo:

- **Leonard, M.**, Moussa, C., Roatta, A., Seret, A., y Signorelli, J.W. (2020). Continuous dynamic recrystallization in a Zn–Cu–Ti sheet subjected to bilinear tensile strain. *Materials Science and Engineering: A*, 789, 139689/1–11.

En el *Capítulo 6* se aborda el modelado micromecánico de la deformación plástica del material, utilizando el modelo de plasticidad policristalina VPSC bajo linealización afín. Este modelo se aplica tanto en su versión original como incorporando el efecto de la CDRX de dos maneras. Por un lado, se mimetiza el efecto de corto alcance (SRE) de la CDRX sobre la textura forzando la continuidad de la

rotación cristalina entre grupos de orientaciones aleatorios, (modelo VPSC-SRE). Por el otro, se presenta un modelo de CDRX de tipo probabilístico y se lo acopla a un modelo de grano compuesto en el marco viscoplástico autoconsistente (VPSC-CDRX-CG). El primer enfoque fue presentado en el artículo:

- Roatta, A., **Leonard, M.**, Nicoletti, E., y Signorelli, J.W. (2020). Modeling texture evolution during monotonic loading of Zn-Cu-Ti alloy sheet using the viscoplastic self-consistent polycrystal model. *Journal of Alloys and Compounds*, 860, 158425.

Mientras que un estudio del modelo VPSC-CDRX-CG bajo un esquema de linealización tangente (es decir, diferente al aquí presentado pero útil para la discusión desarrollada), fue incluido en el trabajo:

- **Leonard M.**, Nicoletti E., Roatta A., y Signorelli, J.W. (2021). Recristalización dinámica continua en una chapa de Zn-Cu-Ti: caracterización experimental y modelado. En: VII Congr. Argentino Ing. Mecánica / II Congr. Argentino Ing. Ferrov. (CAIM/CAIFE 2021), San Nicolás, Argentina, 2021: pp. 1293–1305.

Finalmente, en el *Capítulo 7* se presentan las conclusiones generales de la tesis y se discuten algunas perspectivas futuras derivadas de los aportes realizados. El manuscrito se completa con un Apéndice (en el que se presenta la formulación del modelo VPSC) y las referencias bibliográficas consultadas.

Capítulo 2

Estado del arte

2.1. El zinc y sus aleaciones

El zinc (Zn) es un metal gris azulado, perteneciente al grupo IIB de la tabla periódica, relativamente blando, diamagnético y con bajo punto de fusión. En la Tabla 2-1 se resumen algunas de sus propiedades más importantes. Mecánicamente, el Zn puro presenta bajo límite elástico, baja resistencia a la tracción y ductilidad, y una pobre resistencia a la fluencia lenta (*creep*). Estas propiedades, además, tienden a ser anisótropas debido a que la estructura cristalina del Zn es hexagonal compacta (HCP, por sus siglas en inglés; Figura 2-1).² Esto hace que también el módulo elástico, la expansibilidad térmica y otras propiedades físicas varíen según la dirección considerada, incluso para muestras policristalinas, ya que los procesos de fabricación inducen una distribución preferencial de la orientación de los granos (textura cristalográfica).

De los parámetros de red mostrados en la Tabla 2-1 podemos observar que la relación axial c/a del Zn tiene un valor de 1,856. Esta relación es considerablemente mayor que la ideal para la estructura HCP tomando en cuenta el modelo atómico de esfera rígida ($c/a = 2/3\sqrt{6} = 1,633$), lo que le da al Zn características particulares diferentes de las de otros metales HCP cuya relación axial es más cercana, o levemente menor, a la ideal (Ledbetter, 1977). Los enlaces atómicos entre los planos basales (0001), por ejemplo, son mucho más débiles que los enlaces “intra-basales”; y, por lo tanto, en el Zn monocristalino la fractura por clivaje tiende a ocurrir predominantemente a lo largo de dichos planos (Hughes et al., 2007). Otra propiedad excepcional es la marcada diferencia entre las compresibilidades paralela y perpendicular al eje basal (Ledbetter, 1977).

Número atómico	Masa atómica	Densidad	Estructura cristalina	Parámetros de red		Temp. de fusión	Calor específico
				a	c		
30	65,37	7,14 g/cm ³	HCP	2,665 μm	4,947 μm	419,5 °C	0,38 kJ/kg.K

Tabla 2-1: Propiedades atómicas, físicas y térmicas de interés del zinc.

² Clase hexagonal, grupo espacial 6/mmm, grupo puntual D_{6h} (notación de Schoenflies).

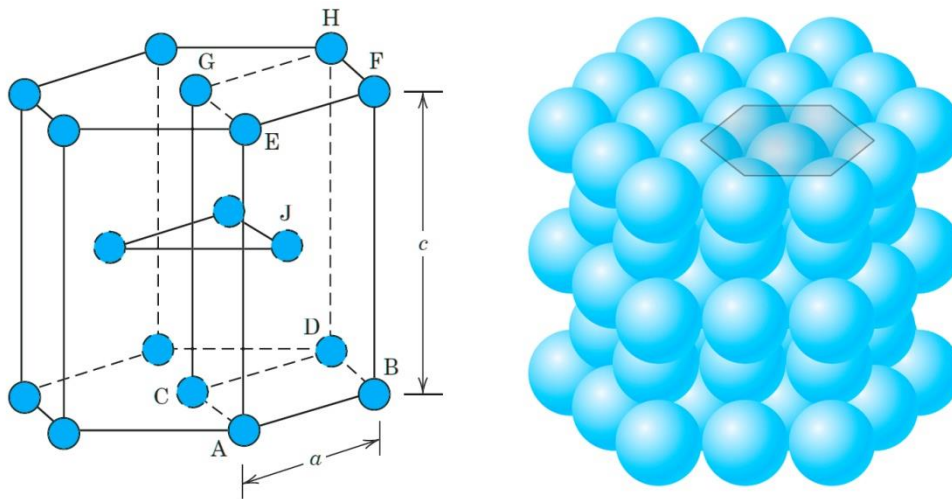


Figura 2-1: Estructura cristalina hexagonal compacta (HCP). Izquierda: celda unitaria con la representación de los átomos como esferas reducidas (a y c son los parámetros de red). Derecha: agregado de varios átomos en el modelo atómico de esfera rígida.³

A pesar de sus propiedades mecánicas relativamente pobres, la excelente resistencia a la corrosión en ambientes diversos, su maleabilidad y colabilidad, como así también su abundancia y bajo costo de fabricación, hacen del zinc y sus aleaciones el cuarto material metálico de mayor consumo en el mundo, superado sólo por el hierro, el aluminio y el cobre (Davis, 2001; Pochettino, 2019).

La principal aplicación tecnológica del zinc metálico es como recubrimiento anticorrosivo de otros metales, fundamentalmente del acero. Esto se debe a la elevada resistencia a la corrosión atmosférica del Zn y al hecho de que su posición en la serie galvánica por encima del hierro permite la protección sacrificial del recubrimiento ante posibles fisuras (Porter, 1991; Zhang, 1996). El recubrimiento puede realizarse a través de procesos diversos, siendo el más difundido el galvanizado en caliente. En este caso las piezas de acero se sumergen en un baño caliente de zinc fundido, sea puro o aleado con Al en proporciones diversas (Barnhurst, 1993). Otros procesos de recubrimiento con Zn comunes en la industria son el electroplateado (o galvanizado electrolítico), el *sherardizado*, y el metalizado térmico (*thermal spray*). La chapa de acero galvanizado tiene enorme aplicación en industrias diversas, y como tal su formabilidad ha sido objeto de estudio tanto experimentalmente como en el desarrollo de modelos de plasticidad cristalina (Signorelli et al., 2012; Vincent et al., 2005). En el campo de la protección contra la corrosión se incluye, además, el uso del Zn como ánodo de sacrificio en todo tipo de equipamientos y maquinaria naval (Zhang, 1996).

La segunda aplicación en importancia del zinc es como elemento aleante del *latón* (sistema Cu-Zn, con mayor proporción de Cu), aleación versátil que se emplea tanto en aplicaciones industriales (cañerías y recipientes resistentes a la corrosión, armamento, equipamiento naval) como artísticas (instrumentos musicales) y ornamentales.

³ Adaptado de Callister, 2007.

Las aleaciones de base Zn constituyen el tercer lugar en consumo mundial de este metal, y aquí debemos distinguir entre dos tipos de productos obtenidos por procesos de fabricación diferentes: aleaciones para fundición y aleaciones para trabajado mecánico. En ambos casos cabe tener en cuenta que la solubilidad de la mayor parte de los elementos metálicos en el Zn es muy limitada, por lo que los sistemas de aleación binarios de interés tecnológico son escasos (Davis, 2001; Porter, 1991). Las aleaciones de Zn para fundición se obtienen por técnicas de colada diversas y tienen mucha aplicación en la industria del transporte, en componentes eléctricos y en hardware de computadoras y electrodomésticos. La base de estas aplicaciones es la aleación Zn-Al, con composiciones cercanas al punto eutéctico de dicho sistema binario (~5% Al); pequeñas adiciones de Cu y Mg son aplicadas para mejorar la resistencia mecánica y minimizar los riesgos de corrosión por impurezas (Davis, 2001). Las principales ventajas de estas aleaciones para fundición son su bajo punto de fusión, la fluidez y la estabilidad dimensional durante la solidificación; además, no requieren la aplicación de fundentes ni atmósferas protectoras (Barnhurst, 1993).

El grupo de aleaciones de Zn aptas para trabajado mecánico comprende composiciones altas en Zn con pequeñas adiciones de Cu, Cu y Ti, Cu y Mg, o Pb y Cd, como así también al zinc comercialmente puro (CP-Zn). Los procesos primarios de fabricación que involucran a estas aleaciones son cuatro: laminación, forja, extrusión y trefilado (Davis, 2001; Porter, 1991). En la laminación se emplean las aleaciones mencionadas para la obtención de productos planos (chapas, flejes, planchuelas) y barras.⁴ En particular, para el laminado de chapas, a las aleaciones mencionadas se agrega la aleación eutectoide Zn-22%Al, de gran interés tecnológico y científico por su comportamiento superplástico (Borodachenkova et al., 2013; Langdon, 2009). Los productos forjados se obtienen principalmente a partir de las aleaciones Zn-Cu-Ti (en composiciones similares a las laminables) y Zn-Al (Zn-14,5%Al y otras variantes similares a las aleaciones para fundición). Estas últimas también son empleadas para procesos de extrusión, entre los que se destaca la producción de bujes y rodamientos de alta calidad y bajo costo. La extrusión por impacto es un proceso ampliamente difundido para la producción de latas de baterías, otra importante aplicación del Zn que, en este caso, se emplea microaleado con Pb y Cd para mejorar su resistencia mecánica e inhibir la corrosión (Porter, 1991). Por último, tanto el CP-Zn como las aleaciones Zn-Al tienen creciente aplicación en la fabricación de alambres trefilados para el uso de recubrimientos por metalizado (*thermal spray*). En esta aplicación se aprovecha la excelente resistencia a la corrosión del Zn para proteger a otros metales mediante un procedimiento rápido, de baja temperatura y relativamente económico (ASM, 1993).

Finalmente, cabe mencionar una aplicación que se encuentra en una fase exploratoria y presenta gran potencial para el desarrollo de materiales biomédicos. Dada la biocompatibilidad del zinc y su capacidad de degradarse *in vivo* a una tasa uniforme y tolerable para el cuerpo humano, recientemente ha surgido un gran interés en su aplicación para el desarrollo de *stents* y otros implementos biomédicos en reemplazo de los materiales comúnmente utilizados a este respecto (principalmente Fe y Mg). Por este motivo, en los últimos años se ha publicado un gran número de

⁴ Este proceso se discutirá con mayor profundidad en la sección siguiente.

trabajos de investigación que indagan no solamente en la biocompatibilidad del zinc, sino que también exploran la posibilidad de regular sus propiedades mecánicas mediante diversas composiciones químicas y tratamientos termomecánicos. Una reseña muy completa a este respecto puede encontrarse en Mostaed et. al (2018).

2.2. Tecnología de las chapas de aleaciones de zinc

Como se mencionó en el Capítulo 1, la principal aplicación de las chapas de Zn y sus aleaciones consiste en recubrimientos arquitectónicos de techos y fachadas, incluyendo los accesorios necesarios para su instalación. Este uso, además, se complementa con la fabricación de conductos para drenajes y desagües, utensilios y ornamentos arquitectónicos. Otras aplicaciones de interés comprenden la manufactura de carcasas de baterías de gran porte (mediante chapa doblada o embutida, diferenciándose del proceso de extrusión por impacto típico de las baterías de menor tamaño), placas de fotograbado (aplicación actualmente reemplazada en gran medida por otros materiales, como plásticos o Mg) y monedas (Porter, 1991; Davis, 2001).

Las propiedades más interesantes que favorecen la aplicación de las chapas de Zn como revestimiento arquitectónico son su elevada resistencia a la corrosión en diversos ambientes y su buen aspecto y terminación superficial. Tanto ésta como sus otras aplicaciones se ven beneficiadas por la relativa facilidad de trabajar las chapas mediante procesos de conformado secundario: plegado y doblado, repujado, estampado, embutido y rolado. Además, el material presenta una aceptable maquinabilidad (útil para la realización de cortes y perforaciones) y soldabilidad (por fusión, resistencia o soldadura heterogénea blanda). Cabe mencionar, asimismo, las ventajas tecnológicas de su carácter no inflamable y la posibilidad de colorear las chapas a modo de recubrimiento estético, sea por pintado o mediante procesos de anodizado, lo que extiende la de por sí larga vida útil del material (Porter, 1991). Por último, desde un punto de vista económico y ecológico, las empresas productoras de chapas de Zn destacan que su proceso de manufactura consume menos energía que el de las chapas de acero y Al, y su tasa de reciclabilidad es considerablemente alta (Baltus, 2017).

Las chapas comerciales de las aleaciones de base Zn por lo general emplean como aleantes principales el cobre, el titanio, el magnesio, el aluminio y el cadmio, todos en proporciones relativamente bajas (menores al ~2% total en peso). La aleación actualmente más difundida, gracias a su mayor resistencia mecánica y al *creep*, es la Zn-Cu-Ti, con contenidos de Cu y Ti en los rangos 0,08–1,00% y 0,06–0,20%, respectivamente (norma europea EN 988⁵). Chollet (1968) reseña que durante la II Guerra Mundial se desarrollaron varias aleaciones de Zn para trabajado mecánico, pero durante un tiempo su punto débil siguió siendo la baja resistencia al *creep* a temperatura ambiente. La adición de Ti mediante una técnica inicialmente costosa por su estricto control durante la colada y procesamiento, resolvió exitosamente el problema del *creep*, particularmente en combinación con Cu (Chollet, 1968).

⁵ La norma norteamericana ASTM B 69-01 especifica dos grados de aleaciones Zn-Cu-Ti para chapa laminada, con contenidos de Cu disímiles: “bajo Cu”: 0,08–0,49% y “alto Cu”: 0,50–1,00%.

Neumeier y Risbeck (1970, 1971) estudiaron detalladamente la influencia del contenido de Cu y Ti, como así también de la temperatura de laminación, en la dureza y la resistencia al *creep* de chapas de las aleaciones Zn-Cu y Zn-Cu-Ti. En términos generales, la optimización de la resistencia mecánica se logra microestructuralmente por el efecto combinado del Cu en solución sólida y de las partículas intermetálicas $TiZn_{16}$ distribuidas en bordes de grano (Quintana et al., 2016).

En las Figuras Figura 2-2 y Figura 2-3 se muestran los diagramas de fases de equilibrio de los sistemas Zn-Cu y Zn-Ti, respectivamente. Las regiones de interés para las aleaciones bajo estudio son en ambos casos los extremos ricos en Zn. En el caso del sistema binario Zn-Cu podemos notar que a $\sim 425^\circ\text{C}$ la solubilidad del Cu alcanza un máximo de 2,7% en peso, pero a temperatura ambiente ésta se reduce a $\sim 0,2\%$. La mayoría de las aleaciones comerciales actuales rondan en este valor, por lo que la mayor parte del Cu se encuentra disuelto como solución sólida sustitucional en la matriz de Zn. Esto proporciona cierto endurecimiento y a la vez incrementa la temperatura de recristalización estática (Chollet, 1968). Cuando el Cu supera el 0,2%, bajo ciertas condiciones puede mantenerse en solución sólida sobresaturada (Mongeon y Barnhurst, 2004); pero, en contenidos mayores ($\sim 0,5-1,2\%$), tiende a formarse la fase ϵ por precipitación, lo cual puede disminuir la resistencia mecánica al contrarrestar el efecto endurecedor del Cu en solución (Neumeier y Risbeck, 1971), o bien al facilitar mecanismos de superplasticidad por un afinamiento de grano severo (Mostaed et al., 2019).

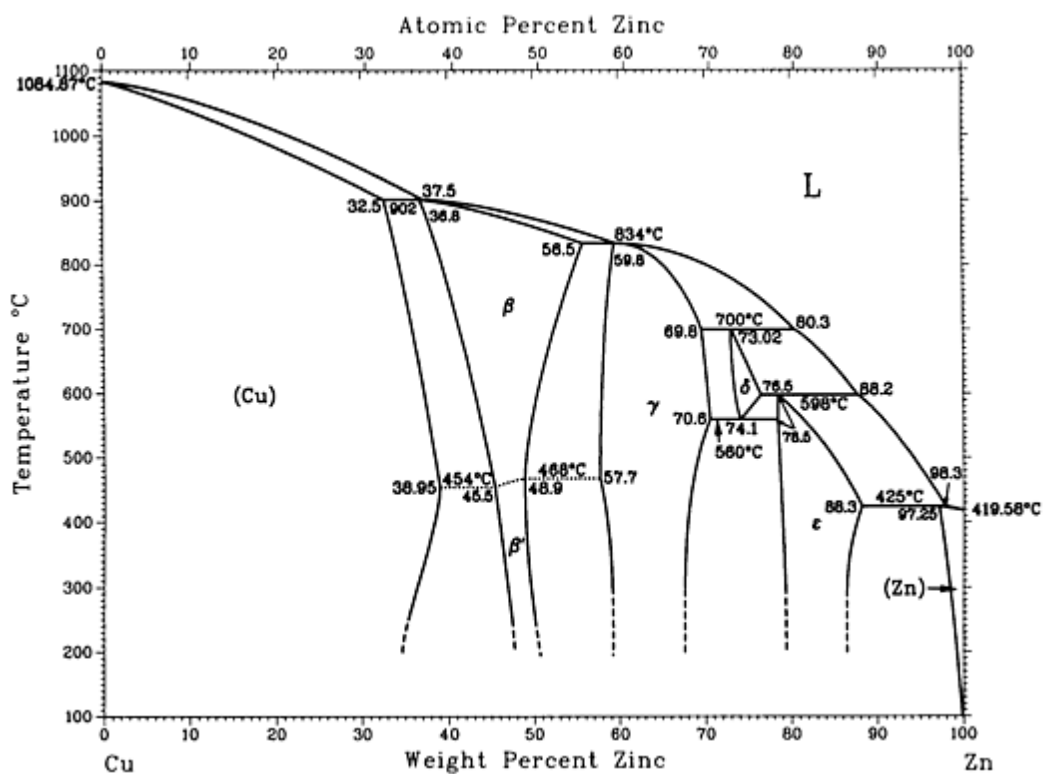


Figura 2-2: Diagrama de fases del sistema binario Cu-Zn (ASM, 1992)

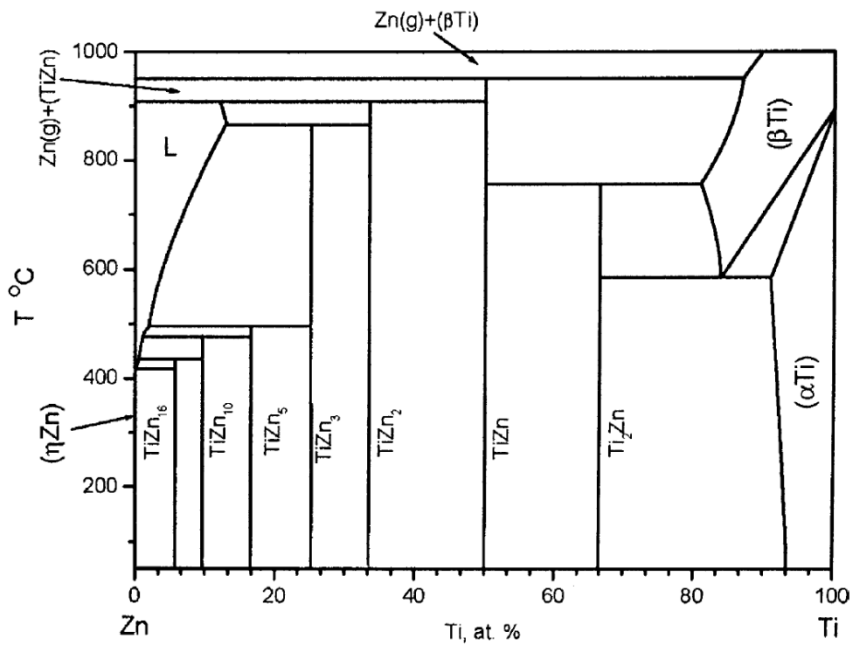


Figura 2-3: Diagrama de fases del sistema binario Zn-Ti (Vassilev et al., 2004)

Por su parte, el Ti exhibe una solubilidad prácticamente nula en el Zn en estado sólido (Figura 2-3). A 419 °C y a la composición de 0,19 (% atómico) se forma un eutéctico entre el Zn y la fase intermetálica $TiZn_{16}$.⁶ La presencia interdendrítica del constituyente eutéctico disminuye el tamaño de grano de la aleación colada (Mongeon y Barnhurst, 2004; Spittle, 1972). Durante la laminación en caliente, al fragmentarse la microestructura de colada, el compuesto intermetálico tiende a dispersarse en pequeñas partículas que se agrupan en bandas alineadas con la dirección de laminado, por lo general delimitando los bordes de grano de la matriz de Zn paralelos a dicha dirección (Porter, 1991). Esta distribución de las partículas duras y estables de $TiZn_{16}$ restringen el crecimiento de grano durante la laminación en caliente, o bien durante el autocalentamiento provocado por la laminación en frío. Esto provee un tamaño de grano relativamente fino en las chapas laminadas, con aceptable combinación de resistencia a la tracción y ductilidad. Por otra parte, la presencia de las partículas intermetálicas permite estabilizar los bordes de grano contra el resbalamiento y la migración, mecanismos responsables de la deformación por *creep* (Neumeier y Risbeck, 1970; 1971), y de ahí la resistencia a la fluencia lenta de estas aleaciones. Otra ventaja importante de la adición de Ti es que se reduce la anisotropía de la expansión térmica en las chapas laminadas (Chollet, 1968), lo cual está en relación con la textura del material, como se explicará luego.

Industrialmente, las aleaciones base se obtienen por fundición y afino electrolítico, proceso que desde mediados del siglo XX superó al afino térmico logrando coladas de Zn de muy altos niveles de pureza (Abril, 1974). En lo que respecta a la fabricación de chapas, la técnica más empleada hoy en día

⁶ Este compuesto es frecuentemente reportado en la literatura como $TiZn_{15}$, pero Chen et al. (1995) y Vassilev et al., (2004) sugieren unificar ambas designaciones en $TiZn_{16}$. Presenta una estructura cristalina compleja de celda ortorrómbica (Schlosser et al., 2017).

es la colada continua o semi-continua mediante el proceso Hazelett, muy difundido en la producción de una amplia gama de metales no ferrosos (Porter, 1991; Milesi, 2018). Este proceso consiste en colar y laminar el material en una sola operación, vertiendo el metal fundido en una cavidad formada por dos cintas sinfín de acero que, al ir avanzando, producen un planchón sólido que luego es desplazado hacia los rodillos de laminación. Esta primera etapa de laminado se produce entonces en caliente, y luego puede continuarse a una temperatura cercana a la ambiente hasta lograr la reducción requerida para el espesor final de la chapa. Algunas instalaciones industriales emplean la técnica semi-continua (ver esquema en la Figura 2-4), en cuyo caso la chapa gruesa proveniente del primer laminado en caliente es enrollada y almacenada; y luego desenrollada y recalentada para laminar en tibio (50-100 °C) y finalizar a temperatura ambiente (aunque, por el calentamiento adiabático, el material puede mantenerse a las temperaturas mencionadas o incluso algo mayores). Esta segunda etapa de laminación suele llevarse a cabo mediante un tren de tipo *cuarto* (juegos de dos cilindros de trabajo y dos de apoyo). Como todo proceso de colada y laminado, variables como la temperatura del molde, la velocidad de avance, la cantidad de pasadas, las temperaturas entre pasadas, el espesor final, entre otras, influyen decisivamente en las propiedades finales de la chapa. No obstante, en el caso de las aleaciones de Zn, el efecto de estas variables termomecánicas suele potenciarse en conjunción con una gran sensibilidad a la composición química (Neumeier y Risbeck, 1970; Milesi et al., 2017).

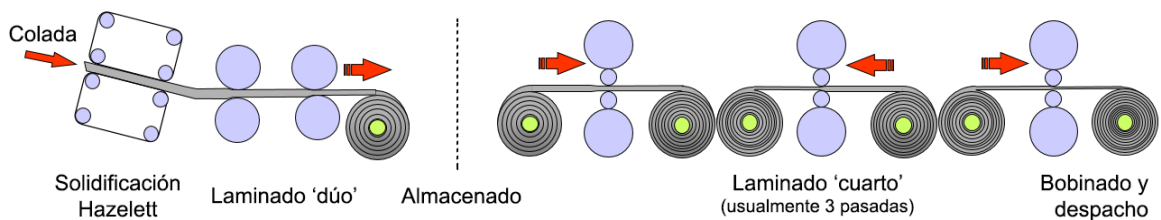


Figura 2-4: Proceso semi-continuo de fabricación de chapas de Zn.⁷

La aptitud para el conformado secundario de las chapas metálicas es una característica que puede englobarse bajo el concepto de *formabilidad* (o *conformabilidad*). Como se comentó en el Capítulo 1, esta característica involucra diversos aspectos físicos que no se agotan en las propiedades mecánicas del material, y resulta difícil definir una variable o parámetro único capaz de dar cuenta del fenómeno de manera íntegra. No obstante, en líneas generales, la formabilidad puede evaluarse por el nivel de deformación que es capaz de soportar una chapa justo antes de producirse un evento “límite” que la inutiliza; esto es, una estricción localizada, una deformación heterogénea fuera del plano, o directamente la fractura (Banabic, 2000; Marciniak et al., 2002). Dicho nivel de deformación se designa como *deformación límite*, y ésta, al depender de los diversos estados de sollicitación posibles, debe estar definida en términos de una deformación equivalente, o bien mediante las componentes de las deformaciones principales para dicho estado.

⁷ Adaptado de Milesi (2018).

La herramienta cuantitativa más empleada para representar los estados de deformación límite es el *diagrama límite de conformado* (FLD, por sus siglas en inglés). En el FLD se representan las máximas deformaciones principales que el material es capaz de soportar antes de la estricción localizada, para diversos estados de sollicitación en tensión plana (es decir, sin tensión normal al plano de la chapa). La curva que se obtiene al ajustar en el diagrama los estados límite se denomina *curva límite de conformado* (FLC); ésta delimita la región del FLD dentro de la cual el conformado será seguro. La formabilidad de las chapas de aleaciones de Zn en tensión plana se analizará más en profundidad en el Capítulo 4; no obstante, en términos generales podemos mencionar que no es un fenómeno tan estudiado como para metales cúbicos u otros metales HCP. Las escasas FLCs que pueden encontrarse en la literatura presentan una marcada anisotropía, mostrando deformaciones límite disímiles según la orientación de la deformación mayor respecto de la dirección de laminado de las chapas (Jansen et al., 2013; Milesi et al., 2017; Schwindt et al., 2015). Una condición de formabilidad más estudiada para las chapas de Zn es la *plegabilidad*⁸, ya que el plegado es un proceso de conformado típico para las aplicaciones arquitectónicas (Milesi et al., 2014). Por ejemplo, Philippe et al. (1991) analizaron la ductilidad en tracción y la plegabilidad de chapas de Zn-Cu-Ti con diferencias en la composición química, y mostraron que la intensidad de la textura cristalográfica desarrollada en la laminación tiene efectos notables en dichas propiedades. Pantazopoulos et al. (2013) también estudiaron las fallas en plegado de chapas de una aleación similar, aunque en este caso el aspecto microestructural determinante es la distribución de la fase intermetálica $TiZn_{16}$. Es evidente que la anisotropía plástica, inducida tanto por la textura cristalográfica como morfológica, está íntimamente ligada a la formabilidad de las chapas de Zn, por lo que este concepto se retomará en la sección 2.4.

2.3. Plasticidad cristalina

La fabricación de chapas por laminado y sus procesos de conformado posteriores se basan en la capacidad de deformación plástica de los metales y aleaciones. La plasticidad es un fenómeno particularmente predominante en los materiales metálicos gracias a que la naturaleza del enlace metálico y las estructuras en las que los metales cristalizan favorecen el deslizamiento y multiplicación de dislocaciones (Ashby et al., 2010). De esta manera, el deslizamiento de dislocaciones es el principal mecanismo atómico causante del flujo plástico en metales bajo las condiciones normales de procesamiento mecánico en frío, al que debe sumarse el mecanismo de maclado (que también involucra el movimiento de dislocaciones). Para distintas condiciones de temperatura y presión, y dependiendo de la composición química y la microestructura, otros mecanismos pueden participar de la plasticidad en el procesamiento de metales, como ser el trepado de dislocaciones, la difusión, el

⁸ La plegabilidad no entra en los análisis mediante FLD puesto que el plegado induce fuertes gradientes de deformación a través del espesor de la chapa. De todos modos, los ensayos de formabilidad que emplean punzones no planos (como el Nakazima) suelen producir gradientes de deformación que influyen en la medición de la FLC (Emmens, 2011).

resbalamiento de bordes de grano y la recristalización dinámica (Frost y Ashby, 1982). Estos mecanismos tienden a ser más activos en los regímenes de trabajo en caliente y de *creep*.

El deslizamiento de dislocaciones y el maclado mecánico ocurren sobre determinados planos cristalográficos y, dentro de éstos, a lo largo de ciertas direcciones cristalográficas preferenciales. La combinación de una dirección y un plano sobre los que una tensión de corte provoca el deslizamiento se denomina *sistema de deslizamiento*, y la tensión mínima capaz de provocarlo se llama *tensión de corte resuelta crítica* (CRSS, por sus siglas en inglés). El maclado mecánico implica un análisis cristalográfico diferente, pero simplificado también puede definirse un *sistema de maclado* como la combinación de un plano y una dirección cristalina sobre los que actúa una tensión de corte resuelta capaz de activar la macla (Reed-Hill et al., 2009). En este caso, además de la dirección importa el sentido de aplicación de la tensión de corte, ya que ciertos sistemas de maclado se activan por extensión de la red cristalina (maclas de tracción) o por contracción (maclas de compresión). En general, los sistemas de deslizamiento comprenden planos y direcciones compactas (aquellas para las cuales la densidad atómica es alta), puesto que en ellas la tensión para producir el deslizamiento es mínima. No obstante, esto no es una regla estricta, sobre todo en los metales hexagonales cuya estructura cristalina requiere la actividad de sistemas no compactos para compatibilizar deformaciones arbitrarias. En efecto, la red HCP contiene una sola familia de planos compactos –el plano basal (0001)– y la familia de direcciones compactas $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ incluye sólo dos direcciones independientes y ambas contenidas en el plano basal. La compatibilidad del sistema (0001) $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ provee un modo de deslizamiento fácil para esta estructura, ya que el vector de Burgers de la dislocación correspondiente (dislocación tipo $\langle a \rangle$) es relativamente corto y, por ende, la tensión de corte resuelta necesaria para desplazarla es baja. Sin embargo, como este sistema no permite desplazamientos por fuera del plano basal, es necesario que se activen otros modos para satisfacer un cambio de forma arbitrario de manera homogénea⁹ (Britton et al., 2015; Hirsch y Al-Samman, 2013).

Los diversos modos que pueden encontrarse experimentalmente en los materiales HCP se listan en la Tabla 2-2; algunos de ellos se ilustran en la Figura 2-5. En prácticamente todos los metales hexagonales de aplicación tecnológica se activa el deslizamiento basal $\langle a \rangle$, pero éste predomina en aquellos con relación axial c/a mayor (zinc, cadmio) o cercana a la ideal (magnesio, cobalto). En metales con $c/a < 1,633$ (titanio, zirconio, hafnio) el sistema prismático $\langle a \rangle$ es el principal, mientras que el basal presenta una actividad menor, la cual aumenta a temperaturas elevadas. En estos casos también puede encontrarse una actividad marginal del modo piramidal-I $\langle a \rangle$ (Y. N. Wang y Huang, 2003). Los sistemas que comparten la dirección compacta $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ permiten el deslizamiento cruzado de dislocaciones tipo $\langle a \rangle$, lo que favorece el reordenamiento de dislocaciones en estructuras celulares de baja energía (*poligonización*); pero esta característica depende de la energía de falla de apilamiento de cada material y no necesariamente ocurre en todos los metales HCP (Ion et al., 1982; Reed-Hill et al., 2009). Por otra parte, el deslizamiento piramidal-II $\langle c + a \rangle$ ha sido detectado en la mayoría de los metales mencionados, aunque con poca actividad, siendo más abundante en aquéllos con c/a cercana o

⁹ En plasticidad cristalina, el requisito de activar al menos cinco sistemas de deslizamiento independientes para satisfacer cualquier deformación plástica impuesta se conoce como criterio de von Mises (Kocks et al., 1998).

mayor a la ideal (Britton et al., 2015; Yoo, 1981). En particular, para el caso del Zn, la evidencia experimental a temperatura ambiente confirma la preponderancia del sistema basal (Gilman, 1956), el cual es acompañado por una actividad no despreciable del deslizamiento piramidal-II $\langle c + a \rangle$ (Bell y Cahn, 1957; Tonda y Ando, 2002). La combinación de estos sistemas garantiza la satisfacción del criterio de von Mises para deformaciones arbitrarias, pero la CRSS relativamente alta del modo piramidal $\langle c + a \rangle$ (explicada por la longitud de su vector de Burgers) dificulta su actividad, por lo que el maclado también suele participar de la deformación plástica del Zn. Cabe destacar que la actividad de los diversos sistemas no depende sólo de la relación c/a , sino también de la energía de falla de apilamiento y de la configuración electrónica de cada material, la que influye en la estructura del núcleo de las dislocaciones. Por ejemplo, en el berilio, a pesar de su baja relación axial, el deslizamiento basal predomina por sobre el prismático (Britton et al., 2015). También la temperatura y velocidad en las que se impone la deformación influyen mucho en los mecanismos de deslizamiento activos, como así también la composición química. Por ejemplo, el deslizamiento prismático $\langle a \rangle$ se vuelve muy activo en el Zn a temperaturas superiores a 250 °C (Gilman, 1956); mientras que Pięta (2006) muestra que la adición de Cu en proporciones mayores al 0,1% favorece la actividad de deslizamiento piramidal-I $\langle c + a \rangle$, no muy común en estudios de monocristales de Zn puro o de baja aleación. En la última columna de la Tabla 2-2 se resume la importancia relativa de los modos de deformación a temperatura ambiente en el Zn puro y de baja aleación según la evidencia recolectada en la literatura.

Modo de deformación	Sistema	Vector de Burgers	Núm. de modos independientes	Importancia en el Zn
Deslizamiento basal $\langle a \rangle$	$(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$	$\frac{a}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$	2	alta
Deslizamiento prismático $\langle a \rangle$	$\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$	$\frac{a}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$	2	baja
Deslizamiento piramidal-I $\langle a \rangle$ (o piram. de 1 ^{er} orden, π_1)	$\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}0 \rangle$	$\frac{a}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$	4	baja/nula
Deslizam. piramidal-I $\langle c + a \rangle$ (o piram. de 1 ^{er} orden, π_1)	$\{10\bar{1}1\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$	$\frac{a}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$	5	baja/nula
Deslizam. piramidal-II $\langle c + a \rangle$ (o piram. de 2 ^o orden, π_2)	$\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$	$\frac{a}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$	5	media
Maclado mecánico simple	$\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$	-	0,5 (polar)	media

Tabla 2-2: Principales modos de deformación por deslizamiento y maclado en metales HCP. La columna derecha indica la importancia relativa de los modos en el Zn a temperatura ambiente según la evidencia experimental encontrada en la literatura.

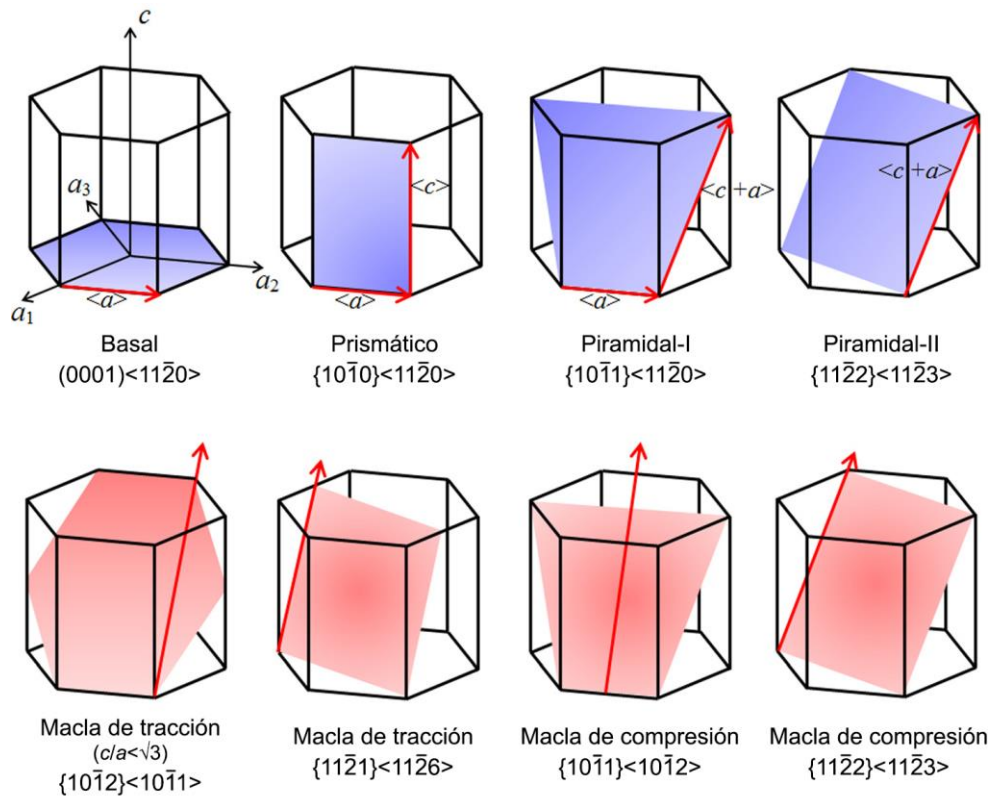


Figura 2-5: Elementos cristalográficos de los sistemas de deslizamiento (arriba) y maclado (abajo) de la estructura HCP.¹⁰

En lo que respecta al maclado mecánico, todos los metales hexagonales maclan sobre el plano $\{10\bar{1}2\}$ y la dirección $\langle 10\bar{1}1 \rangle$, pero el sentido de la deformación depende de la relación axial. Valores de $c/a > \sqrt{3}$ determinan que el sistema de maclado mencionado se active por compresión, haciendo que el Zn y el Cd sean los únicos metales HCP que no maclan por tracción paralela al eje c (Hosford, 2010; Yoo, 1981). Por otra parte, los metales con $c/a < \sqrt{3}$ exhiben otros tipos de maclas cuyas configuraciones cristalográficas son más complejas; en la Figura 2-5 se muestran algunas de ellas. En el caso del Zn, la evidencia experimental indica que el modo $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$ es el único predominante (Yoo, 1981), lo que puede explicarse por la elevada deformación de corte implicada en los otros sistemas de maclado para un c/a alto (Hosford, 2010). La actividad del maclado depende también de la composición química y del tamaño de grano. En general, un tamaño de grano fino tiende a dificultar –o directamente impedir– el maclado, debido a la mayor energía asociada a la mayor relación superficie/volumen de las maclas (Hosford, 2010). En lo que respecta a la composición, las aleaciones de Zn con pequeñas adiciones de Cu y Ti muestran una menor proporción de maclas en su microestructura que el Zn puro (Faur y Cosmeleață, 2006; Philippe et al., 1994). No obstante, la influencia específica de la composición en este comportamiento no está del todo clara puesto que la presencia de Cu y Ti induce un afinamiento del grano a niveles en los que el maclado probablemente no puede activarse.

¹⁰ Adaptado de Fan y El-Awady (2015).

Para terminar este apartado, cabe mencionar el mecanismo de deformación conocido como *bandas de plegado* o *kink bands* (KBs), originalmente observado en monocristales de metales HCP de alto c/a (Cd y Zn) orientados desfavorablemente para el deslizamiento basal y el maclado (Hess y Barrett, 1949; Pieła, 2006). Más recientemente, este mecanismo ha sido reportado en todo tipo de materiales policristalinos de alta anisotropía plástica, como cerámicos y minerales (Barsoum y Basu, 2010; Hagihara et al., 2016). En general se reconoce una KB como una banda de deformación localizada dentro de un cristal (o de un grano en un agregado policristalino) cuya orientación cambia sensiblemente respecto de la de su alrededor, con paredes bien definidas y aproximadamente paralelas entre sí (Humphreys y Hatherly, 2004). A diferencia del maclado, el ángulo de desorientación de los bordes de la KB no tiene un valor definido, por lo que se supone que está constituido por arreglos de dislocaciones del sistema predominante (por ejemplo: en Zn y Mg, dislocaciones basales $\langle a \rangle$); Hagihara et al., 2016; Martin et al., 2011). Por lo tanto, no se trata de un mecanismo de plasticidad fundamental en sí mismo, sino que conforma un fenómeno microestructural particular que tiende a ocurrir heterogéneamente por multiplicación y ordenamiento de dislocaciones en estructuras anisótropas, ante condiciones mecánicas específicas (principalmente, para orientaciones en las que el maclado y el deslizamiento están desfavorecidos). Resulta interesante destacar que la formación de KBs suele incluirse dentro de los mecanismos de fragmentación de granos responsables de la recristalización dinámica de aleaciones HCP (Yang et al., 2002; Miura et al., 2012).

2.4. Textura y anisotropía

El ordenamiento atómico de las estructuras cristalinas hace que las propiedades físicas de los monocristales varíen según la dirección en la que se aplica el estímulo mediante el cual se mide cada propiedad. La variación direccional de las propiedades se denomina *anisotropía*. Si bien la mayoría de los metales y aleaciones de uso práctico consisten en agregados policristalinos, la distribución espacial de las orientaciones de los diversos cristales (o granos) que los componen no suele ser aleatoria, por lo que las propiedades macroscópicas de dichos agregados también tienden a ser anisótropas. La distribución preferencial de orientaciones cristalinas en los materiales metálicos es conocida como *textura cristalográfica* (Engler y Randle, 2010). Si la cantidad de granos presentes en un policristal es lo suficientemente grande y, mediante algún proceso determinado, se consigue distribuir aleatoriamente su orientación (es decir, eliminar la textura), la dependencia de las propiedades con la dirección se difumina en el promedio y el material puede considerarse macroscópicamente isótropo.

El origen de la textura cristalográfica en los materiales metálicos está relacionado con sus procesos de fabricación: tanto la solidificación como la deformación plástica y la recristalización involucran relaciones cristalográficas predominantes que llevan a que la orientación de los granos no se distribuya aleatoriamente. En particular, como vimos, los mecanismos micromecánicos que gobiernan los procesos de deformación plástica implican deformaciones de corte a lo largo de planos y direcciones cristalográficas determinadas. Esto provoca que cada cristal sufra un desplazamiento relativo de sus planos cristalinos, que al verse parcialmente restringido por la interacción con los

granos vecinos va siempre acompañado de una rotación de la red. Por lo tanto, los granos en un policristal tienden a rotar hacia orientaciones preferenciales que reflejan la simetría de los modos de deformación del material y el estado de deformación impuesto (Engler y Randle, 2010; Kocks et al., 1998). De allí surge el desarrollo de texturas particulares en los diversos materiales para cada proceso termomecánico de fabricación.

2.4.1. Medición y representación de la textura

Conocer la textura cristalográfica conlleva determinar la distribución de orientaciones preferenciales en una muestra policristalina. Matemáticamente, esto implica relacionar el sistema de coordenadas asignado a la muestra (C_S) con el sistema de referencia que se le asigne a la estructura cristalina de cada grano (C_C). Esta relación, en su forma más general, está dada por la *matriz de orientaciones*, g (Engler y Randle, 2010):

$$C_C = gC_S \leftrightarrow C_S = g^{-1}C_C. \quad (2-1)$$

De la matriz g se pueden deducir las expresiones diversas en las que se suele representar la textura. La más tradicional es la representación de los *ángulos de Euler*, terna de tres rotaciones consecutivas requeridas para alinear dos sistemas de referencia ortogonales entre sí (Wenk y Van Houtte, 2004). Existen varias convenciones para definir los ángulos de Euler; la más común en la literatura metalúrgica es la convención de Bunge, designada por la terna $\{\varphi_1, \Phi, \varphi_2\}$ (Bunge, 2015).¹¹ Así, una cierta orientación queda representada como un punto en un espacio tridimensional cuyos ejes ortogonales son los ángulos de Euler (espacio de Euler). La textura de un policristal quedará representada como una nube de puntos (uno por cada orientación medida), o bien como una función de densidad de probabilidad cuando la estadística de la medición sea lo suficientemente grande. Esta representación se denomina *función distribución de orientaciones* (ODF, por sus siglas en inglés). El espacio de Euler representado por la convención de Bunge tiene una inversión en $\Phi = \pi$, por lo que el rango del ángulo Φ para representar unívocamente la ODF queda reducido a 0° – 180° . Además, según las propiedades de simetría de cada estructura cristalina, los rangos de los ángulos de Euler pueden reducirse aún más. Para el caso de la estructura HCP se tiene: $\Phi=0^\circ$ – 90° y $\varphi_2=0^\circ$ – 60° .

Los métodos más usuales para la medición experimental de la textura se basan en las técnicas de difracción de haces electromagnéticos de baja longitud de onda, como los rayos X, los haces de neutrones y los de electrones. En general, las técnicas de difracción de rayos X o de neutrones interactúan con un volumen relativamente grande de material, recolectando datos de una gran cantidad de granos de la muestra policristalina. Las técnicas basadas en difracción de haces electrónicos, en cambio, proveen información de cristales individuales dentro de una superficie relativamente pequeña, y permiten correlacionar la distribución de orientaciones con la topología de la

¹¹ La convención de Euler está definida por las siguientes rotaciones sucesivas entre los sistemas de referencia inicial $\{x,y,z\}$ y final $\{x'',y'',z''\}$: φ_1 alrededor del eje z , Φ alrededor del nuevo eje x' y φ_2 alrededor del eje z'' (es decir que se trata de una convención de tipo ZXZ; Wang y Huang, 2003).

microestructura (Wenk y Van Houtte, 2004). En la presente tesis los métodos utilizados son la difracción de rayos X (XRD, por sus siglas en inglés) con goniómetro de texturas, y la difracción de electrones retrodispersados mediante microscopía electrónica de barrido (SEM-EBSD).¹² El método de XRD con goniómetro de texturas emplea la técnica de interacción por *reflexión* desarrollada por Schulz (1949) para rayos X monocromáticos, aprovechando el principio de difracción dado por la ley de Bragg. Esta ley permite determinar la orientación de un cierto plano cristalino, en un dado cristal, mediante una disposición angular tal que, al incidir el haz sobre el cristal, ocurre difracción con interferencia constructiva (ángulo 2θ , según la ley de Bragg). En el caso de un policristal, la intensidad detectada para una cierta orientación de la muestra es proporcional a la fracción de volumen de granos cuyos planos cristalinos se encuentran en condición de difracción. El difractómetro por reflexión con goniómetro permite posicionar la muestra policristalina en el ángulo 2θ correspondiente a cada plano cristalino de interés, y rotar la muestra de forma tal de medir la fracción de dichos planos orientados favorablemente por efecto de la textura que posee el agregado.

Para cada plano cristalino se obtiene una *figura de polo* (PF), representación bidimensional de la probabilidad de que la normal de dicho plano (polo) esté alineada con las distintas direcciones de referencia de la muestra policristalina (es decir, $C_S = g^{-1}C_C$). Como la geometría de reflexión limita el rango de inclinación de la probeta por efecto del desenfoque del haz, cada PF medida es incompleta. Por otra parte, la PF es una representación bidimensional de una distribución tridimensional, por lo que existe ambigüedad en la determinación de la textura cristalográfica mediante este método si se emplea sólo una PF. Por medio de técnicas numéricas de inversión puede calcularse la ODF a partir de las PFs medidas para una cierta cantidad de planos cristalinos (al menos cuatro en la estructura HCP); y luego, mediante la ODF, es posible recalcularse las PFs completas con mayor precisión. La representación gráfica de la textura así determinada suele realizarse con las propias PFs recalculadas, mediante las llamadas figuras de polo inversas (IPF), o bien mediante algún tipo de representación plana de la ODF tridimensional. Las IPFs representan la distribución de direcciones cristalinas en relación al sistema de referencia de la muestra (es decir, proveen la relación $C_C = gC_S$). Para representar la ODF suelen graficarse secciones planas de ángulo constante del espacio euleriano. La elección del ángulo de Euler y de la cantidad de secciones depende del tipo de estructura y de la simetría de muestra que presente el agregado policristalino.

El proceso termomecánico de laminación induce una anisotropía particular en los policristales, caracterizada por la simetría de sus propiedades mecánicas con respecto a tres planos ortogonales. Este comportamiento anisótropo es llamado *ortotropía*, y es característico de toda chapa laminada.¹³ De allí que resulte conveniente definir el sistema de referencia de un material laminado de acuerdo a los ejes o direcciones principales de anisotropía (o de ortotropía) de dicho proceso (Figura 2-6): dirección de laminación (RD), dirección transversal (TD) y dirección normal (ND). Este tipo de simetría

¹² Una descripción breve de la técnica SEM-EBSD será presentada en la sección 3.1.2.

¹³ Excepto cuando se produce laminación asimétrica, con un rodillo rotando a mayor velocidad que el otro. En ese caso tiende a producirse un estado de corte en la sección de la chapa que induce una textura no ortotrópica.

de muestra permite representar la ODF del material laminado con un rango del ángulo de Euler φ_1 reducido a 0° – 90° .

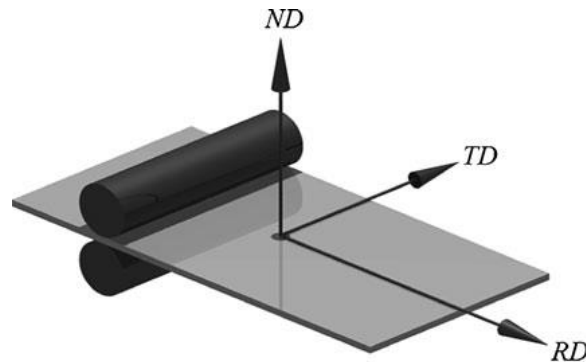


Figura 2-6: Ejes de ortotropía de una chapa laminada. RD: dirección de laminación; TD: dirección transversal; ND: dirección normal (Banabic, 2010).

2.4.2. Textura y anisotropía en chapas de metales HCP

El estudio de la formabilidad de chapas de metales hexagonales presenta características propias debido a las texturas particulares que se desarrollan durante la laminación y el conformado de estas aleaciones. Si bien es un campo menos desarrollado que el de las chapas texturadas de metales cúbicos (aceros, aluminio), en las últimas décadas las investigaciones en la textura de aleaciones HCP ha tenido un gran desarrollo gracias al creciente interés en sus aplicaciones específicas (Engler y Randle, 2010). Por citar los casos más importantes: las chapas de Mg y Ti encuentran aplicación en la industria del transporte gracias a su buena relación peso/resistencia. El Mg se destaca sobre todo por su baja densidad, mientras que el Ti –si bien considerablemente más denso– exhibe una excelente resistencia mecánica a temperaturas elevadas y en medios corrosivos. Las aleaciones de Zr son estratégicas por su aplicación como revestimiento de los elementos combustibles en reactores nucleares de fisión. Mientras que el Be es empleado en instrumentación científica y tiene potencial aplicación en reactores nucleares de fusión (Britton et al., 2015). Por último, las chapas de Zn y sus aleaciones, como vimos, ameritan un análisis de textura más sistemático dada la especificidad de sus propiedades mecánicas anisótropas.

En general, las texturas de deformación de los metales hexagonales tienden a ser más intensas que las de los cúbicos debido a la menor disponibilidad de sistemas de deslizamiento independientes a escala cristalina (Hutchinson, 2015). Durante la laminación en frío, en particular, la evolución de textura tiende a inducir una anisotropía importante en las chapas comerciales de todos los metales HCP (Kocks et al., 1998; Wang y Huang, 2003). Las características típicas de estas texturas se presentan en la Figura 2-7 mediante las figuras de polo basal y prismática, en las que se ve el efecto de los distintos modos de deformación activos en cada material. En general, los metales con c/a alto, como el Zn y el Cd, exhiben una cantidad importante de polos basales concentrados en el plano ND-RD, con máximos inclinados ~ 15 – 25° de la ND hacia $\pm RD$ y con la dirección prismática $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ alineada mayoritariamente con la TD. Este es el resultado de la deformación impuesta por la laminación cuando

los mecanismos de plasticidad principales son el deslizamiento basal $\langle a \rangle$ y el piramidal-II $\langle c + a \rangle$ (Sztwiertnia et al., 1985; Philippe et al., 1994). En algunos casos se ha reportado una componente basal secundaria alineada con la RD (como se observa en la Figura 2-7), la cual puede asociarse a la actividad del maclado mecánico (Philippe et al., 1994). Para las aleaciones con c/a cercano al ideal (como el caso del Mg), al predominar el deslizamiento basal la textura muestra una gran concentración de ejes $\langle c \rangle$ alineados con la ND, con una rotación uniforme de las direcciones $\langle hki0 \rangle$ alrededor de la ND (textura de fibra basal). Por último, para los metales con baja relación axial (Ti, Zr, Hf), la actividad de deslizamiento prismático –en combinación con los diversos modos de maclado y algo de deslizamiento basal– resulta en una componente basal intensa en el plano ND-TD inclinada $\sim 20\text{--}40^\circ$ hacia $\pm TD$, con una concentración de polos prismáticos $\{10\bar{1}0\}$ apuntando a RD (Philippe et al., 1995; Rogers y Roberts, 1968).

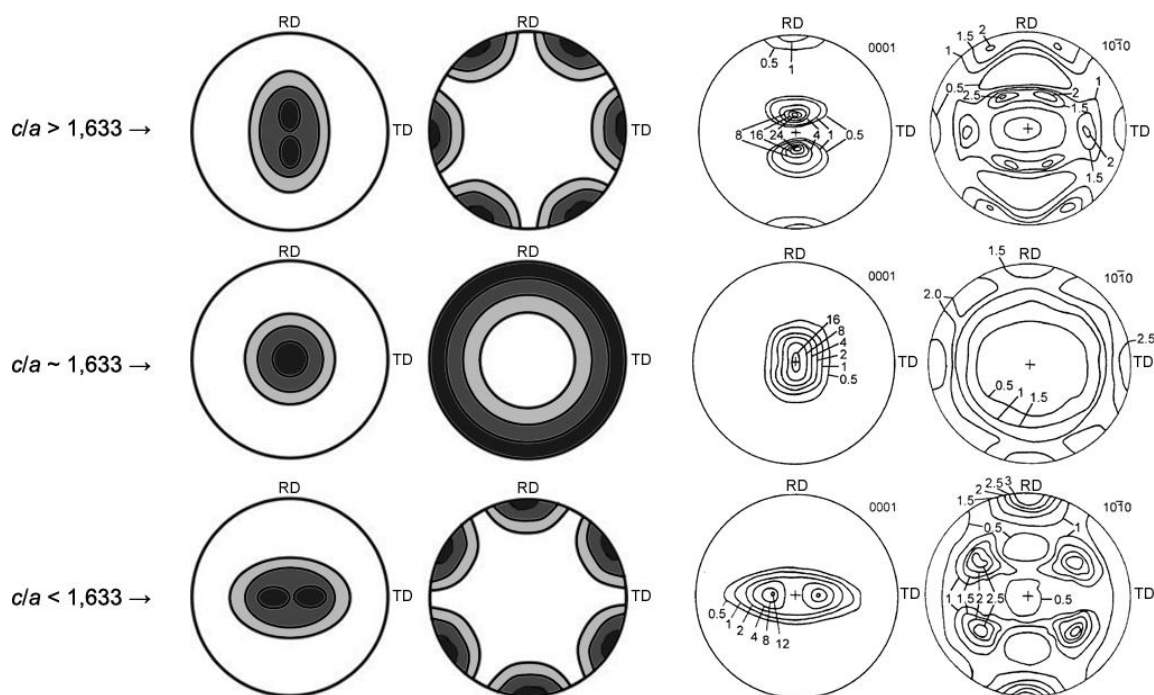


Figura 2-7: Texturas de laminado típicas de metales HCP según la relación axial c/a . Izquierda: figuras de polo basal (0001) y prismática $\{10\bar{1}0\}$ esquemáticas. Derecha: figuras de polo experimentales de chapas de Zn ($c/a=1,856$), Mg ($c/a=1,624$) y Ti ($c/a=1,588$).¹⁴

La actividad relativa de los mecanismos de deformación varía con las condiciones de trabajo (presión, temperatura) y con la composición química. Pequeñas variaciones en la composición de las aleaciones HCP puede llevar a importantes cambios en las texturas de laminación observadas. En el caso particular de las chapas de Mg y sus aleaciones, resulta de gran importancia lograr modificaciones de la textura que mejoren la formabilidad, la cual es generalmente pobre debido al efecto mecánico de la textura de fibra basal. Una estrategia en este sentido consiste en la adición de elementos aleantes capaces de disminuir la relación c/a , tales como el Li, y así facilitar la actividad de modos de

¹⁴ Adaptado de Griffiths et al. (2015) y Kocks et al. (1998).

deslizamiento no basales (Agnew et al., 2001; Hirsch y Al-Samman, 2013). Mediante la aplicación secuencial de distintos procesos de deformación a temperaturas altas o intermedias –por ejemplo, extrusión seguida de compresión a 400 °C (Al-Samman y Gottstein, 2008)– es posible “aleatorizar” la textura en aleaciones de Mg para chapa (Hirsch y Al-Samman, 2013); pero esto por lo general resulta excesivamente costoso para los procesos industriales convencionales. Un desarrollo más reciente es la microaleación con itrio (Y) y tierras raras (Ce, Nd, Gd, La). La presencia de estos elementos, tanto en solución como formando partículas, tiende a inducir variaciones de la fibra basal durante la laminación, ya sea suavizando su intensidad o bien generando componentes similares a las texturas de metales con $c/a < 1,633$ (Hirsch y Al-Samman, 2013; Griffiths, 2015). Los mecanismos causantes de dichos cambios no están claros aún y existe un vasto campo de investigación al respecto, pero se supone que tanto la actividad de sistemas no basales a temperatura ambiente como la recrystalización dinámica a temperaturas altas e intermedias juegan un papel fundamental en el mejoramiento de la textura (Agnew et al., 2001; Griffiths, 2015; Hirsch y Al-Samman, 2013). Por último, cabe mencionar que los procesos de deformación plástica severa también pueden mejorar la ductilidad y reducir la anisotropía de aleaciones de Mg para trabajado mecánico. En este caso la respuesta mecánica mejorada se debe en parte a una distribución de orientaciones más homogénea, pero sobre todo a la reducción drástica del tamaño de grano, lo que facilita la actividad de mecanismos de deformación asociados al fenómeno de superplasticidad, como el resbalamiento de bordes de grano (Sakai et al., 2014; Langdon, 2009).

La anisotropía inducida por la textura cristalográfica comprende diversos efectos en la respuesta mecánica de los metales policristalinos. Por un lado, las chapas laminadas suelen presentar una resistencia a la tracción y una ductilidad disímiles según la dirección sobre la que se aplica la carga. Estas diferencias, en general, resultan más marcadas en los metales hexagonales que en los cúbicos (Hutchinson, 2015). Para ilustrar este comportamiento, en la Figura 2-8a (líneas llenas) se muestran las curvas de tracción de una placa de la aleación Mg-3Al-1Zn (AZ31) ensayada en las direcciones ND y RD. La textura de fibra basal intensa que presentaba el material induce una tensión de fluencia y un endurecimiento por deformación muy diferentes entre ambas direcciones de sollicitación, debido a la variación en la actividad relativa de los modos de deformación (Chun y Davies, 2011). En las aleaciones convencionales de Mg, como la mencionada, también es común encontrar una fuerte asimetría tensión-compresión por efecto de su textura de laminado y la actividad disímil de los sistemas de maclado mecánico. Esto es lo que ilustran las curvas de compresión de la Figura 2-8a (líneas de trazos). Dada la simetría de la textura de fibra basal, la tensión de fluencia y la ductilidad de las chapas de Mg no suelen diferir considerablemente entre direcciones de sollicitación contenidas en el plano de la chapa. Esto puede observarse en la Figura 2-8b, que muestra curvas de tracción ingenieriles obtenidas a 0°, 45° y 90° respecto de la dirección de laminación (Yi et al., 2010). Por otra parte, el desvío de los polos basales hacia TD que suele presentarse en los materiales laminados con bajo c/a determina que la anisotropía mecánica en el plano de la chapa sea más notoria que cuando existe una textura de fibra basal. Un ejemplo en este sentido se muestra en la Figura 2-9a, donde puede observarse el comportamiento en tracción de una chapa de aleación de Ti comercial (Badr et al., 2015).

Para el caso del Zn, con un c/a elevado, la anisotropía en tracción sobre el plano de la chapa puede ser aún más marcada, como lo ilustran las curvas de la Figura 2-9b tomadas del trabajo de Jansen et al. (2013). En el Capítulo 3 se profundizará en la caracterización de la anisotropía mecánica del Zn. Otro aspecto particular del Zn policristalino, dado por la estructura HCP y su tendencia a texturarse, tiene que ver con el comportamiento mecánico a bajas deformaciones, caracterizado por una transición elastoplástica gradual. Como en la red hexagonal el coeficiente de expansión térmica varía según la dirección cristalográfica (Vel et al., 2016), granos vecinos con distinta orientación tienden a dilatarse –o contraerse– de manera disímil ante cambios en la temperatura. La diferencia de deformación elástica requerida para mantener la compatibilidad entre los granos hace que algunos de ellos adquieran tensiones residuales con distintas magnitudes. Por lo tanto, durante el enfriamiento posterior a un recocido o a un proceso termomecánico, algunos granos tenderán a acumular tensiones cercanas al límite de fluencia. En cuanto se aplique una tensión externa, dichos granos comenzarán a deformarse plásticamente y, por consiguiente, la curva de un ensayo de tracción no presentará un período elástico lineal considerable (Hosford, 2010). Este fenómeno suele registrarse también en otros metales HCP, como el Mg (Agnew et al., 2011).

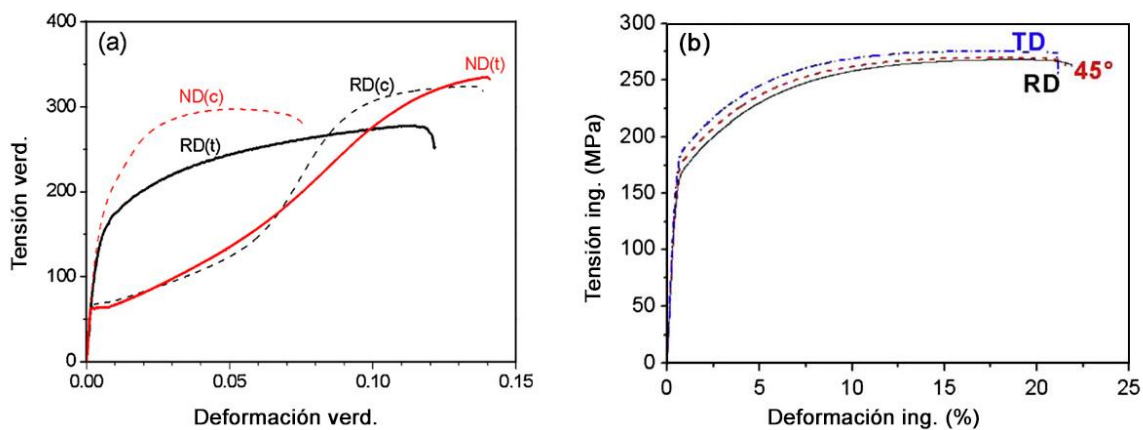


Figura 2-8: Respuesta mecánica anisótropa de una aleación de Mg AZ31 ($c/a \sim 1,633$) con una textura de fibra basal intensa ($[0001] \parallel ND$). (a) Ensayos de tracción (líneas) y compresión (trazos) en las direcciones RD y ND. (b) Ensayos de tracción en direcciones contenidas en el plano de la chapa (RD, DD y TD).¹⁵

¹⁵ Gráficos adaptados de Chun y Davies (2011) e Yi et al. (2010).

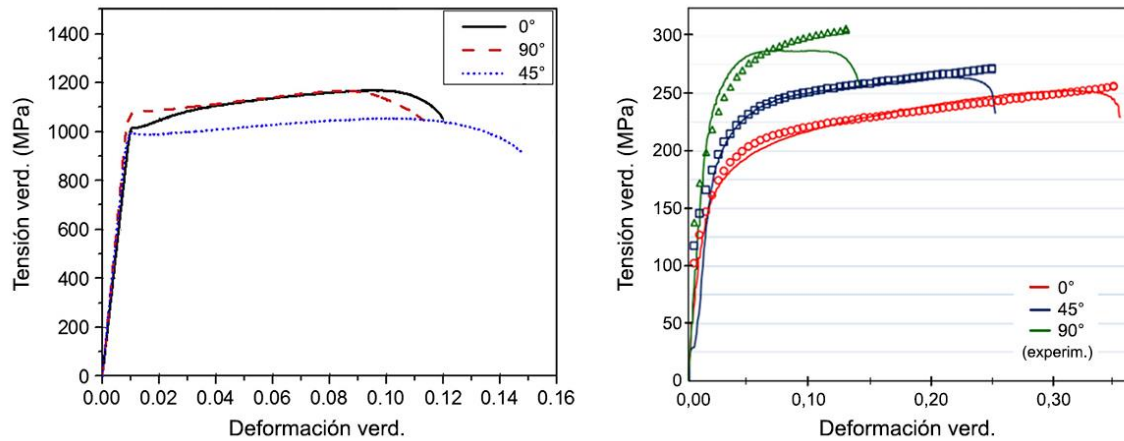


Figura 2-9: Anisotropía en tracción de chapas de metales HCP con texturas de laminado típicas de c/a menor y mayor al ideal. (a) Chapa comercial de Ti (Ti-6Al-4V) y (b) chapa de Zn (aleación comercial Zn-Cu-Ti) solicitadas en los ángulos indicados con respecto a la dirección de laminado.¹⁶

En lo que respecta al estudio de la plasticidad, además de considerarse la anisotropía de la ductilidad de los materiales laminados (propiedad medida por la elongación total en los ensayos de tracción) interesan las variaciones del flujo plástico en las otras direcciones principales de anisotropía (Hosford y Caddell, 2011; Hutchinson, 2015; Lankford et al., 1950). En este sentido, en el campo de la formabilidad de chapas se define la *relación de anisotropía plástica* (o valor r , o *coeficiente de Lankford*) como la relación entre las deformaciones verdaderas laterales de una chapa solicitada a tracción:

$$r = \frac{\varepsilon_w}{\varepsilon_t}, \tag{2-2}$$

donde los subíndices w y t refieren al ancho y al espesor de la probeta de tracción, respectivamente. En la práctica es complicado medir con precisión la variación del espesor durante los ensayos. Aprovechando la hipótesis de constancia de volumen durante la deformación plástica ($\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3 = \varepsilon_l + \varepsilon_w + \varepsilon_t = 0$), la deformación en el espesor puede deducirse a partir de las otras dos deformaciones principales (Hosford y Caddell, 2011):

$$r = \frac{-\varepsilon_w}{(\varepsilon_l + \varepsilon_w)}. \tag{2-3}$$

Este coeficiente puede variar con la cantidad de deformación longitudinal impuesta, por lo que suele reportarse su evolución completa durante el ensayo de tracción, o bien indicarse el nivel de deformación para el cual fue medido. Al relacionar la contracción lateral con la del espesor cuando el material es traccionado, si la chapa está texturada es probable que el valor de r difiera de la unidad. A su vez, la textura puede hacer que r varíe según la dirección del plano de la chapa considerada; por ende, resulta conveniente realizar ensayos sobre probetas cortadas a distintos ángulos (r_θ), por

¹⁶ Adaptado de Badr et al. (2015) y Jansen et al. (2013).

ejemplo a 0°, 45° y 90° respecto de la dirección de laminación (Figura 2-10a). Para disponer de un valor de anisotropía plástica promedio se define el *coeficiente de anisotropía normal* como

$$r_m = \frac{1}{4}(r_0 + 2r_{45} + r_{90}), \quad (2-4)$$

donde los subíndices refieren al ángulo de sollicitación respecto de la RD. Para un dado material, si el valor de r_m es cercano a la unidad, la deformación normal al plano de la chapa es equivalente, en promedio, a la contracción lateral (de ahí que a r_m se lo denomine *normal*). No obstante, un r_m unitario no implica que no haya variaciones de r en el plano de la chapa, por lo que se define además el *coeficiente de anisotropía planar* mediante la siguiente expresión:

$$\Delta r = \frac{1}{2}(r_0 - 2r_{45} + r_{90}). \quad (2-5)$$

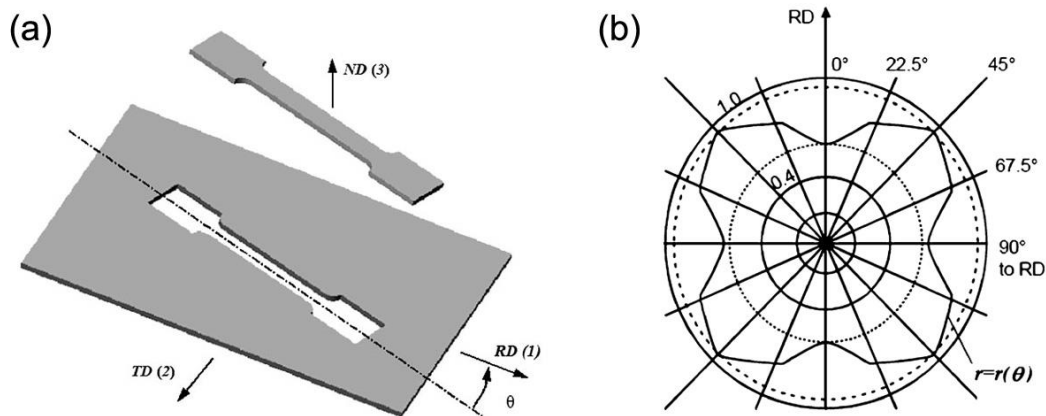


Figura 2-10: Variación del coeficiente de anisotropía plástica o de Lankford (r) sobre el plano de la chapa (Banabic, 2010).

Es evidente que si $\Delta r = 0$ el material presentará la misma relación de anisotropía plástica en todo el plano de la chapa. Si a ello se le agrega un $r_m = 1$, estamos ante una chapa plásticamente isótropa y podemos inferir que el material no presenta una textura cristalográfica apreciable. El coeficiente de anisotropía normal está íntimamente relacionado con la formabilidad de la chapa en procesos de embutido. Un valor de r_m alto (>1) facilita la contracción lateral del material en la zona del borde externo y también la resistencia al adelgazamiento en la pared de la copa (Hutchinson, 2015; Hosford y Caddell, 2011). Por su parte, la relación de anisotropía planar se relaciona con la tendencia a la formación del defecto de *orejas* durante el embutido. Cuando $\Delta r \neq 0$, las direcciones del material que presentan un $r > 1$ tienden a contraerse más radialmente en el estado de compresión del borde externo de la copa que en el espesor, y por lo tanto la copa terminada exhibirá en esa región un pico (oreja); mientras que en las direcciones en las que $r < 1$ se formarán valles. En general las texturas de laminado típicas inducen una simetría del coeficiente de Lankford que implica la formación de dos,

cuatro o seis orejas en la periferia de las copas embutidas (Hosford y Caddell, 2011); esto puede notarse claramente mediante una representación polar del valor de r (Figura 2-10b; Banabic, 2010). No obstante, mediante un procesamiento termomecánico adecuado, es posible dejar en ciertos materiales una combinación de componentes de textura que minimizan el orejado, dando lugar a un $\Delta r \sim 0$ (Hutchinson, 2015).

Dado el carácter irreversible del proceso de deformación plástica, para analizar la evolución de la anisotropía plástica con la deformación suele resultar de utilidad definir el *coeficiente de Lankford instantáneo* a partir de los cambios infinitesimales de las deformaciones verdaderas principales:

$$r = \frac{d\varepsilon_w}{d\varepsilon_t} = \frac{-d\varepsilon_w}{(d\varepsilon_l + d\varepsilon_w)} \cong \frac{-\Delta\varepsilon_w}{(\Delta\varepsilon_l + \Delta\varepsilon_w)}. \quad (2-6)$$

El miembro derecho indica que, en la práctica, este valor se calcula a partir de los cambios incrementales finitos de las deformaciones principales (Stout y Kocks, 1998).

Las fuertes texturas propias de las chapas de metales hexagonales implican que los coeficientes de anisotropía plástica sean bastante disímiles a los de los metales cúbicos, e incluso que difieran entre sí según los modos disponibles en cada material (Fundenberger et al., 1997; Hosford y Caddell, 2010). La combinación de una textura basal con una baja disponibilidad de sistemas capaces de acomodar una contracción en la dirección del eje c , hace que las chapas de Mg, Zr y Ti presenten generalmente valores de r relativamente elevados. Según Hosford y Caddell (2010), valores de r de entre 3 y 7 son comunes en chapas de Ti comerciales. Similarmente, para chapas de Zircaloy-4 se reportan valores de entre 3,4 y 4,4 (Mozzani et al., 2014). En un trabajo sobre embutibilidad de chapas de Mg, Yi et al. (2010) calcularon valores de $r_m = 2,3$ para la aleación AZ31 (con una textura basal intensa) y $r_m = 1,1$ para la aleación ZE10 (con una textura basal mucho más suavizada gracias a la adición de tierras raras). Resultados de r_m incluso menores fueron logrados en una chapa de aleación de Mg con una mayor proporción de tierras raras, y además con una marcada disminución de la anisotropía planar ($\Delta r = 0,2 - 0,3$) (Wu et al., 2011). Estos resultados ilustran la importancia de controlar las texturas durante el procesamiento termomecánico de las aleaciones HCP con el fin de optimizar su formabilidad.

En las chapas de aleaciones de Zn, la anisotropía plástica tiende a darse de manera diferente que en las aleaciones con $c/a \leq 1,633$. El coeficiente de Lankford suele variar no despreciablemente entre las direcciones del plano de la chapa ($\Delta r \neq 0$), pero en todas ellas se mantiene menor que la unidad ($r_m < 1$) (Bramley y Mellor, 1968; Fundenberger et al., 1997; Jansen et al., 2013; Schlosser et al., 2017). Como se mostrará más adelante, este comportamiento está directamente relacionado con la activación combinada de deslizamiento basal y piramidal-II. Los bajos valores de r pueden asociarse a una embutibilidad pobre, pero no necesariamente implican una mala formabilidad de la chapa en un sentido más amplio. Por ejemplo, Pantazopoulos et al. (2017) compararon la formabilidad de dos chapas Zn-Cu-Ti con historias termomecánicas disímiles, encontrando para una de ellas valores de anisotropía plástica relativamente buenos ($r_m = 0,97$ y $\Delta r = 0,01$), lo que se tradujo en una embutibilidad elevada con poco orejado. Sin embargo, estos valores no diferían demasiado con los de

la otra chapa (la cual prácticamente no pudo embutirse), por lo que cabe inferir que la formabilidad superior de la primera está más relacionada con su mayor ductilidad post-uniforme, asociada a una mayor sensibilidad a la velocidad de deformación. Schlosser et al. (2017) analizaron la evolución de textura de una chapa Zn-Cu-Ti sometida a estados de deformación típicamente asociados al estudio de la formabilidad (tracción uniaxial, deformación plana y estirado equibiaxial). Si bien la respuesta mecánica frente a dichos estados se comprobó marcadamente anisótropa por la textura de laminado inicial, todos los procesos de deformación tendieron a provocar una leve dispersión de la textura final, –particularmente cuando las sollicitaciones se aplicaron en la dirección TD– sin desarrollar componentes de textura nuevas. A pesar de la estabilidad de las orientaciones cristalinas, las deformaciones límite alcanzadas en dichos caminos de deformación muestran una gran anisotropía (Schwindt et al., 2015).

En resumen, el carácter anisótropo de la resistencia mecánica, del endurecimiento por deformación y de la ductilidad, sumado a las variaciones del coeficiente de anisotropía plástica, hacen que la formabilidad de las chapas de metales HCP varíe considerablemente entre cada tipo de aleación y según el camino de deformación seguido en los procesos de conformado (Steglich y Jeong, 2016; Yang et al., 2011). A los efectos mecánicos mencionados, principalmente dependientes de la textura cristalográfica, debe agregarse la influencia de la morfología y topología granular, y la posible presencia de partículas de segunda fase o defectos (inclusiones, microfisuras), los cuales también suelen afectar a la formabilidad de manera anisótropa (Marciniak et al., 2002; Milesi et al., 2017). Para el caso de las chapas de Zn, la aleación típica Zn-Cu-Ti presenta, como ya se comentó, partículas de la fase dura TiZn_{16} alineadas con la RD, otorgando un efecto de fibrado mecánico que influye en la respuesta mecánica anisótropa y que, dependiendo de las condiciones termomecánicas de fabricación, puede resultar en una resistencia al *creep* disímil según la dirección de la carga aplicada (Neumeier y Risbeck, 1971). Asimismo, Pantazopoulos et al. (2013) detectaron una formabilidad reducida en una chapa Zn-Cu-Ti plegada paralelamente a la RD, debido a una distribución grosera de las fase intermetálica que favorece la nucleación temprana de una fisura en la interfase con la matriz dúctil. Por otra parte, suele reportarse en la literatura técnica que la presencia del Ti en las chapas de Zn o Zn-Cu disminuye la anisotropía del coeficiente de expansión térmica, permitiendo una dilatación más uniforme en todo el plano de la chapa (Chollet, 1968; Porter, 1991). Si bien este aspecto no parece estar del todo demostrado en la bibliografía, evidentemente su explicación tiene que ver con el efecto del Ti en la evolución de la textura durante la laminación. Las figuras de polos reportadas por Philippe et al. (1994) para las aleaciones Zn-Cu y Zn-Cu-Ti laminadas en frío muestran una concentración de planos basales menos intensa en la Zn-Cu, pero más desplazada hacia la RD respecto de la ND. Esto aumentaría la expansibilidad térmica en la dirección RD respecto de la TD, teniendo en cuenta que el coeficiente de expansión monocristalino del Zn es máximo en el eje $\langle c \rangle$. De todos modos, la anisotropía inducida por la textura persiste en todas las chapas de aleaciones de Zn obtenidas por procesos de laminación convencionales. En este sentido, otro efecto mecánico relacionado –e indeseable para los procesos de conformado– es el rebote elástico variable según la dirección de plegado, como se muestra en el trabajo de Delannay et al. (2004) para una chapa de Zn-Ti.

2.5. Recristalización del zinc

Otro aspecto microestructural importante del Zn, relacionado con su bajo punto de fusión, es la posibilidad de que durante los procesos de deformación plástica ocurra recristalización dinámica, incluso a temperaturas de trabajo relativamente bajas. La recristalización dinámica (en inglés *dynamic recrystallization*, DRX) es un fenómeno diferente a la recristalización que ocurre durante los tratamientos de recocido (llamada *recristalización estática*, SRX) ya que en el primer caso la regeneración de la estructura granular sucede mientras las condiciones de deformación están activas. Se trata de un proceso no sólo activado térmicamente sino también inducido por deformación. Dependiendo del material y de las condiciones termomecánicas, la DRX puede adquirir un carácter continuo o discontinuo (Humphreys y Hatherly, 2004; Reed-Hill et al., 2009). Se habla de *recristalización dinámica discontinua* (DDRX) cuando la regeneración de la microestructura es espacialmente heterogénea, y pueden diferenciarse cinéticamente dos etapas de nucleación y crecimiento. Por el contrario, en la *recristalización dinámica continua* (CDRX) no es posible discernir claramente una etapa de nucleación, y la formación de granos nuevos ocurre de manera gradual y homogéneamente distribuida en todo el volumen del material (Humphreys y Hatherly, 2004; Huang y Logé, 2016). Bajo ciertas condiciones, la evolución de la microestructura durante el trabajo en caliente puede identificarse como un fenómeno de *recuperación dinámica* (DRV), el cual puede impedir el desarrollo de la DDRX o bien preceder al fenómeno de la CDRX.

Para completar esta presentación de la clasificación fenomenológica de la DRX, describiremos brevemente la evolución microestructural y la respuesta mecánica durante los distintos mecanismos mencionados, así como las condiciones para las que cada uno se produce, siguiendo los esquemas de la Figura 2-11. En primer lugar, la DRV es el mecanismo típico de restauración durante el trabajo en caliente de metales de alta energía de falla de apilamiento (γ_{SF})¹⁷, como las aleaciones de Al y los aceros ferríticos. El amplio grado de libertad de movimiento que poseen las dislocaciones en estas condiciones permite que su multiplicación durante la deformación resulte en una aniquilación parcial y en la formación de celdas y, posteriormente, subgranos (estructuras de borde de grano de bajo ángulo, LABs). Es decir que, luego de acumularse un cierto nivel de deformación plástica, el endurecimiento producido por la multiplicación de dislocaciones es compensado por el ablandamiento que supone su aniquilación y reacomodamiento en LABs. Al alcanzarse esta situación de equilibrio, la respuesta mecánica del material en deformación es un flujo de estado estacionario a tensión constante. Por otro lado, la DDRX es un fenómeno observado durante el trabajo en caliente de aleaciones con γ_{SF} baja o

¹⁷ La γ_{SF} es una medida de la energía requerida por las estructuras cristalinas compactas (FCC, HCP) para desarrollar un defecto de apilamiento entre sus planos compactos. Está relacionada con la posibilidad de que las dislocaciones helicoidales se disocien (ya que la región ensanchada entre dos dislocaciones disociadas constituye una falla de apilamiento) y, por lo tanto, con su capacidad de cambiar de plano de deslizamiento (deslizamiento cruzado). En síntesis, una γ_{SF} elevada implica una menor tendencia de las dislocaciones helicoidales a disociarse, y por ende una mayor facilidad para que ocurra deslizamiento cruzado, lo que permite el reacomodamiento de dislocaciones en subestructuras celulares de menor energía.

intermedia (Cu, Ni, aceros austeníticos). Las curvas tensión-deformación típicas exhiben un pico a partir del cual la tensión decae y la deformación procede en estado estacionario. La multiplicación y acumulación de dislocaciones induce el endurecimiento observado hasta el pico de tensión; pero, al alcanzarse ese nivel de deformación, se nuclean granos nuevos libres de defectos que proveen el ablandamiento posterior. Los granos recrystalizados tienden a formarse en las regiones de alta energía, por lo general en los bordes de los granos viejos, formando así una estructura de “collar” a su alrededor. A temperaturas altas y/o velocidades de deformación bajas (y dependiendo del tamaño de grano inicial), la curva de fluencia suele mostrar una serie de picos que se corresponden con “oleadas” de recrystalización en los bordes de los granos que se habían formado en los picos anteriores. El mecanismo micro que gobierna la cinética del fenómeno de DDRX es la migración de bordes de grano de alto ángulo (HABs).

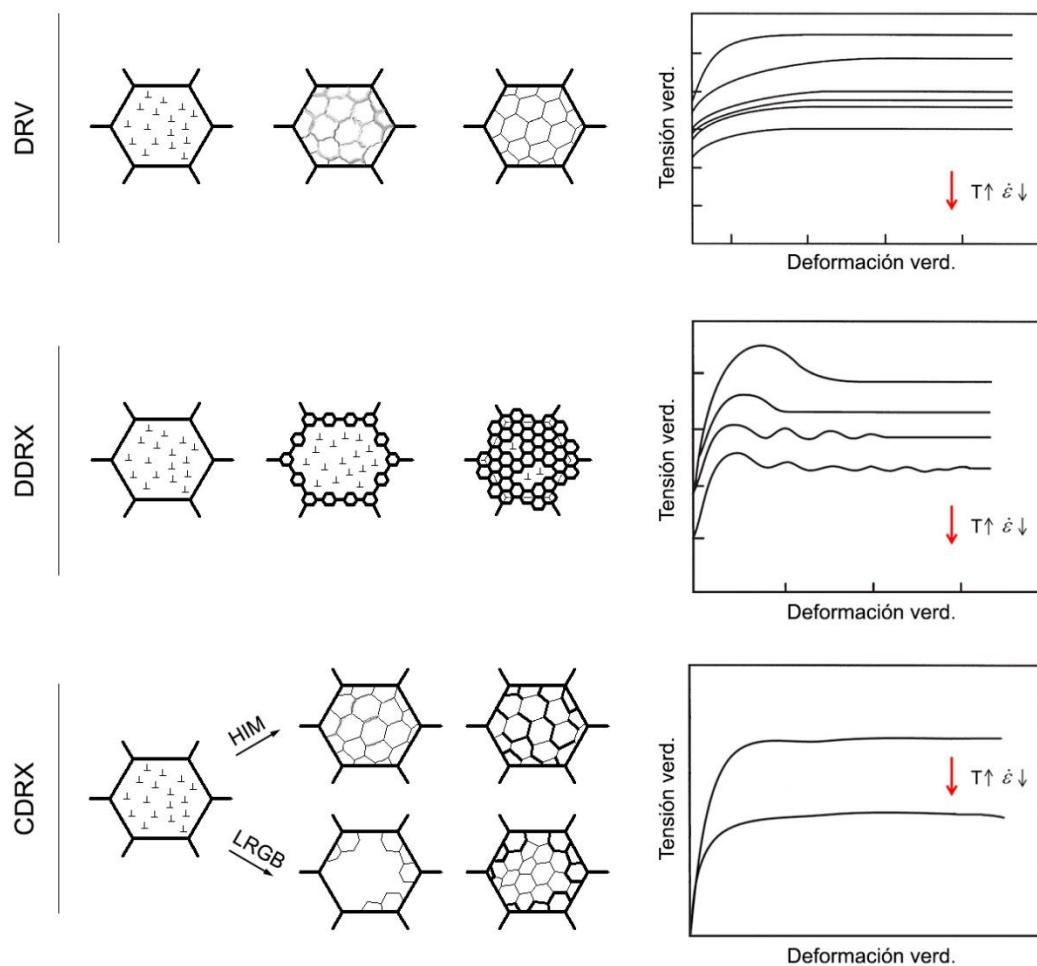


Figura 2-11: Esquemas de los mecanismos de recuperación dinámica (DRV), recrystalización dinámica discontinua (DDRX) y continua (CDRX), con las correspondientes curvas de fluencia típicas en función de la temperatura (T) y la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$). Bordes gruesos: HABs; bordes finos: LABs; bordes difusos: celdas de dislocaciones.

La CDRX engloba la descripción fenomenológica de mecanismos de deformación a diversos rangos de temperatura (no solamente en caliente) en los cuales se registra una evolución gradual de los bordes de grano que difiere del mecanismo de nucleación y crecimiento de granos nuevos en los bordes preexistentes. Huang y Logé (2016) señalan tres mecanismos en los que suele darse dicha evolución microestructural, a saber: incremento homogéneo de la misorientación (HIM), rotación progresiva de la red cerca de los bordes de grano (LRGB), o formación de microbandas de cizallamiento a grandes deformaciones (MSBs). Humphreys y Hatherly (2004) incluyen dentro de la CDRX el fenómeno que otros autores clasifican separadamente como recristalización dinámica geométrica (GDRX), la cual se caracteriza por la generación de una estructura de grano ultrafino (UFG) por efecto de un cambio de la geometría de los granos durante la deformación. La diferencia principal entre la GDRX y otros mecanismos de CDRX que también producen estructuras UFG, es que la primera puede desarrollarse mediante técnicas de procesamiento convencionales (fundamentalmente laminado) que no implican niveles de deformación tan altos como los que se dan en los procesos de deformación plástica severa (SPD)¹⁸ (Huang y Logé, 2016). El mecanismo de CDRX designado como HIM se observa durante deformaciones relativamente grandes y a temperaturas elevadas en un amplio rango de materiales, pero sobre todo en aleaciones de alta γ_{SF} , reemplazando al mecanismo de DRV que tiende a ocurrir en ellos a niveles de deformación más bajos. Por otra parte, el mecanismo de LRGB consiste en una rotación gradual de la red cristalina en las inmediaciones de los bordes de grano preexistentes, debido a una acumulación local de la deformación plástica por escasez de modos de deslizamiento disponibles. Luego ocurre un reacomodamiento de las dislocaciones geoméricamente necesarias en esas regiones, formando subgranos (LABs) o directamente granos con bordes de alto ángulo (HABs) por la rotación gradual de los subgranos. Este mecanismo resulta de interés para nuestro caso de estudio, ya que ha sido observado y analizado en metales HCP a deformaciones y temperaturas relativamente bajas, particularmente en el Mg y sus aleaciones (Ion et al., 1982; Kaibyshev, 2012). Al estar relacionado con la dificultad de compatibilizar deformaciones homogéneas a escala cristalina por la escasez de sistemas de deslizamiento independientes, el mecanismo también ha sido registrado en la deformación de minerales (en geología recibe el nombre de *recristalización rotacional* o recristalización por *rotación de subgranos*) (Poirier y Guillopé, 1979; Humphreys y Hatherly, 2004; Lopez-Sanchez et al., 2021). Por último, los mecanismos de CDRX asistidos por la formación de MSBs se observan en la evolución microestructural de materiales con altos niveles de deformación procesados mediante técnicas SPD, incluso a bajas temperaturas en metales de γ_{SF} pequeña.

La recristalización estática en un metal deformado en frío tiende a producirse cuando éste es calentado aproximadamente por encima de la mitad de su temperatura absoluta de fusión (Sakai et al., 2014). Para el estudio de los fenómenos de SRX y DRX, por lo tanto, es útil definir la temperatura de trabajo en relación al punto de fusión (T_f) de cada material mediante el concepto de *temperatura homóloga*, la cual suele expresarse como fracción de la temperatura de fusión: $T_h = xT_f$ (donde

¹⁸ Algunas técnicas de SPD (a veces también llamadas de deformación plástica intensa, IPS) son la extrusión angular de canal, la torsión a alta presión y el forjado multidireccional (Langdon, 2013; Sakai et al., 2014).

$0 < x < 1$ y T_f se mide en Kelvin). Así, un metal predeformado en frío será recristalizado (estáticamente) cuando se lo caliente a $\sim 0,5T_f$. Además, cabe esperar que si el procesamiento plástico se lleva a cabo a una temperatura cercana o superior a dicho umbral, ocurrirá DRV y/o DRX bajo alguno –o varios– de los mecanismos comentados.¹⁹

El bajo punto de fusión del zinc (419,5 °C, Tabla 2-1) hace que los procesos termomecánicos típicos, incluso a temperatura ambiente, se realicen a una temperatura homóloga elevada. En particular, la temperatura ambiente (~ 10 – 30 °C), que es lo que se conoce técnicamente como trabajo “en frío”, corresponde para el Zn a $\sim 0,42T_f$. Esto facilita que durante los procesos de deformación ocurra recristalización (es decir, DRX), e incluso que una chapa previamente conformada pueda sufrir recuperación y/o recristalización estática pasado un tiempo luego del proceso de deformación (Porter, 1991). Esta importante actividad térmica a temperatura ambiente es lo que explica la baja dureza, la incapacidad de endurecerse por deformación y la baja resistencia al *creep* del Zn puro. La temperatura de SRX puede incrementarse en cualquier metal mediante la adición de aleantes en solución sólida, debido a que la presencia de los átomos de soluto en las inmediaciones de los núcleos recristalizados retarda la migración de sus bordes (Reed-Hill et al., 2009). El Zn no es la excepción, pero algunos solutos son más efectivos que otros (Chollet, 1968). Algunos de los elementos aleantes típicos de las chapas de Zn tienden a elevar marcadamente la temperatura de la SRX, particularmente el Cu, el Cd y el Mg. Por ejemplo, en un estudio sobre la influencia de aleantes en la cinética de la recristalización del Zn, Farge y Williams (1966) reportaron que un contenido de 0,1% y 0,2% de Cu incrementa la temperatura de SRX hasta ~ 65 °C y ~ 85 °C, respectivamente; mientras que sólo un $\sim 0,05\%$ de Mg la aumenta hasta más de 140 °C (siendo su valor de referencia para Zn puro de 36 °C). Por otra parte, la presencia de ciertas partículas de segundas fases puede bloquear la migración de las HABs, reteniendo el tamaño de grano a temperaturas relativamente altas, como se comentó antes sobre el compuesto $TiZn_{16}$.

Con estos antecedentes, para el material de estudio en la presente tesis –aleación Zn-Cu-Ti–, es razonable suponer que a temperatura ambiente la microestructura inicial se mantiene relativamente estable. No obstante, cabe esperar que la deformación plástica –incluso a temperatura ambiente– suceda con un nivel de actividad térmica no despreciable, lo que podría dar lugar al desarrollo de alguno de los mecanismos de DRV/DRX comentados. De hecho, esto es lo que llevó a algunos autores a explicar ciertos fenómenos mecánicos interrelacionados observados en el Zn –y relativamente anómalos para otros metales de mayor punto de fusión–, como ser el ablandamiento por trabajo en frío (Deighton y Parkins, 1969; Chollet, 1968), una sensibilidad a la velocidad de deformación considerable y cierta plasticidad extendida (Williams et al., 1969), o directamente superplasticidad (Lee y Niessen, 1973; Naziri y Pearce, 1974).

¹⁹ Esto no quiere decir que el único fenómeno microestructural operativo a T_h elevada sea la DRX; dependiendo de las variables metalúrgicas y las condiciones de proceso pueden ocurrir mecanismos de *creep* con flujo difusivo o resbalamiento de bordes de grano (Frost y Ashby, 1982).

Neumeier y Risbeck (1970, 1971), al estudiar las propiedades de aleaciones Zn-Cu y Zn-Cu-Ti bajo distintas condiciones de laminado y con variaciones en la composición, encontraron una disminución de la resistencia a la tracción y un incremento de la ductilidad para niveles de reducción en frío crecientes. Este comportamiento lo explican por recristalización de la matriz deformada sin crecimiento de grano, a través de un mecanismo “no convencional” distinto de la nucleación y crecimiento. Lo asocian al mecanismo de ablandamiento por deformación reportado por Chollet (1968) y Deighton y Parkins (1969) para reducciones de laminación mayores a ~35% en Zn puro, ya que estos autores designan al fenómeno como “recuperación extendida”, diferenciándolo de la recristalización (dinámica) convencional. Naziri y Pearce (1974) –basándose en trabajos previos con Zn puro (Williams et al., 1969)– lograron superplasticidad en una aleación Zn-0,4%Al laminada un 90% a temperatura ambiente (evitando autocalentamiento) y aplicando inmediatamente después una deformación por tracción del 25%. Para estas condiciones obtuvieron una microestructura estable de grano muy fino (~0,6 μm) con alta sensibilidad a la velocidad de deformación ($m \sim 0,4-0,5$) y elongaciones de hasta 500%. Este comportamiento superplástico lo atribuyeron a la inhibición de la migración de bordes de grano (lo que permite mantener el grano fino) provista por la aniquilación y reacondicionamiento de dislocaciones durante la deformación de tracción posterior al laminado; es decir, un fenómeno de DRV que a deformaciones mayores parece ser acompañado por resbalamiento de bordes de grano. Posteriormente, Kaibyshev et al. (1976) postularon que, en dicha aleación, la GBS y la deformación por deslizamiento de dislocaciones son mecanismos simultáneos, y que la propia GBS es responsable de la DRV al consistir en un mecanismo de absorción de las dislocaciones que se multiplican durante el deslizamiento. Desde una perspectiva más actual, los conceptos de DRV esbozados en los trabajos mencionados pueden asociarse al mecanismo de *recuperación extendida* definido por Humphreys y Hatherly (2004) como el engrosamiento de subgranos asistido por el agrandamiento de partículas de segunda fase durante la recuperación estática. Según los autores, este mecanismo puede impedir el desarrollo posterior de la SRX, o bien devenir en CDRX (con la consecuente evolución de las LABs de los subgranos en HABs) si además de la energía térmica se aplica deformación plástica.

Más recientemente, Solas et al. (2001) emplearon Zn puro para validar su modelo de plasticidad y recristalización VPSC *N*-sitio. Experimentalmente, el material fue deformado por compresión de canal a $\sim 0,57T_f$, y en la microestructura resultante no se detectó evidencia de maclado ni de DRX. Por otro lado, Malin et al. (1982) reportaron DRX en Zn puro laminado a temperatura ambiente a deformaciones superiores a $\sim 0,5$. Analizando la microestructura y la textura a distintos niveles de reducción, encontraron que las primeras etapas de deformación se corresponden con actividad de maclado y deslizamiento basal, acompañada de cierto deslizamiento piramidal $\langle c + a \rangle$. No obstante, a un nivel de deformación cercano a 0,5, la plasticidad tiende a localizarse en bandas de cizallamiento compuestas por granos recristalizados, que gradualmente tienden a cubrir todo el volumen de material permitiendo deformaciones mayores por la actividad renovada de deslizamiento y maclado. Estos mecanismos se vieron impedidos a baja temperatura (77 K, es decir $\sim 0,1T_f$), donde el laminado fue factible solamente hasta una deformación de $\sim 0,1$. Es interesante destacar que el fenómeno de DRX

descripto por estos autores se asemeja al desarrollo de zonas de cizallamiento reportadas en Mg a $\sim 0,45T_f$ en el trabajo pionero de Ion et al. (1982) sobre DRX en dicho metal hexagonal. Como se mencionó previamente, este fenómeno ocurre por una rotación de la red HCP en las vecindades de los bordes de grano, induciendo la formación de subgranos cuya misorientación se incrementa gradualmente hasta convertirse en granos con bordes de alto ángulo. El carácter continuo de este proceso ha hecho que posteriormente quede englobado en la clasificación fenomenológica de CDRX (Humphreys y Hatherley, 2004; Huang y Logé, 2016).

Gracias al avance en la técnica de difracción de electrones retro-dispersados (EBSD), el estudio de la CDRX en aleaciones de Mg a temperaturas bajas e intermedias ha tenido un gran despliegue en las últimas décadas (por ejemplo, en Jäger et al., 2014 y Zhou et al., 2018), motivado por la influencia de este mecanismo en el desarrollo de texturas más aptas para la formabilidad (cf. Sección 2.4.2). Sin embargo, la investigación en chapas de Zn no ha tenido un desarrollo análogo a pesar de que ambos metales comparten la estructura cristalina y sus estudios podrían interrelacionarse. Los trabajos sobre Zn puro y de baja aleación reseñados previamente presentan resultados no del todo concurrentes, y las discusiones respectivas son divergentes en términos de mecanismos de deformación, recuperación y/o recristalización. Además, la mayoría de las investigaciones preceden a la técnica de EBSD, muy útil para la caracterización de los fenómenos de DRX. De aquí la motivación en la presente tesis para profundizar en el estudio de la DRX en aleaciones de Zn y su influencia en la anisotropía y formabilidad.

En la línea reciente de aleaciones de Zn para aplicaciones biomédicas, diversos autores están revisando el efecto de elementos aleantes en la microestructura y su evolución durante procesos termomecánicos tendientes a mejorar la resistencia y la ductilidad de las aleaciones (Mostaed et al., 2018; 2019). Varios de estos trabajos involucran procesos SPD con el fin de disponer de microestructuras de grano ultrafino (UFG, $\sim 0,1-1,0 \mu\text{m}$), o incluso nanocristalino ($< 0,1 \mu\text{m}$) obtenido por sinterización de polvos (Bednarczyk et al., 2018; Zhang et al., 2004). En este sentido, Dirras et al. (2013) estudiaron la evolución microestructural de Zn puro UFG ($\sim 0,25 \mu\text{m}$) y de grano grosero ($\sim 780 \mu\text{m}$), ensayados por compresión a varias velocidades de deformación, incluyendo el régimen dinámico ($\sim 10^4 \text{ s}^{-1}$). Para las condiciones más cercanas a las de nuestro trabajo (velocidades bajas y tamaño de grano relativamente grande), es interesante destacar que el afinamiento del grano durante la deformación se da por una combinación de maclado y DRX (asistida por deslizamiento basal $\langle a \rangle$ y piramidal $\langle c + a \rangle$), notándose una disminución del maclado a mayores velocidades ($\sim 0,07-3,50 \text{ s}^{-1}$). Este fenómeno aparentemente contradictorio es atribuido a una mayor preponderancia de la DRX a altas velocidades por efecto del calentamiento adiabático, lo cual facilitaría la actividad del deslizamiento $\langle c + a \rangle$. En contraste, más recientemente Liu et al. (2020) reportaron DRX asistida por una profusa actividad de maclado en Zn puro comprimido a temperatura ambiente y a una velocidad de $0,5 \text{ s}^{-1}$. Ambos trabajos dan cuenta de una excepcional ductilidad del Zn a velocidades de deformación relativamente altas; sin embargo, los mecanismos microestructurales subyacentes no están del todo claros y evidentemente resta un campo importante por explorar.

Por último, desde la perspectiva de la formabilidad, cabe agregar que la marcada sensibilidad a la velocidad de deformación exhibida por el Zn ha sido relacionada fenomenológicamente a su resistencia a la estricción localizada. Por ejemplo, Ghosh (1977) y Wagoner (1981) muestran que chapas de Zn-Ti y Zn-Cd-Pb, respectivamente, consiguen valores excepcionales de deformación por tracción entre la carga máxima y la fractura; es decir, un desarrollo de la estricción difusa prolongado, lo que retarda el inicio de la estricción local. Este rango amplio de *elongación post-uniforme* –dado por la resistencia a la inestabilidad del flujo provista por la sensibilidad a la velocidad de deformación–, es asociado por Wagoner (1984) a un balance entre el endurecimiento por deformación y la recuperación dinámica asistida por la T_h elevada durante la deformación a temperatura ambiente. (Estos conceptos se discutirán más detalladamente en la sección 3.2.)

2.6. Modelado de la deformación plástica y la recristalización

En esta sección resumimos brevemente el estado del arte del modelado de la plasticidad de metales, con énfasis en los modelos de homogeneización de agregados policristalinos. Luego, presentamos una reseña concisa sobre los modelos de recristalización, tanto de aquellos modelos aplicados para la simulación de la SRX como de los que vinculan recristalización y plasticidad con el fin de simular los diversos fenómenos de DRX.

2.6.1. Modelos de plasticidad

En el campo del modelado de la plasticidad de materiales policristalinos pueden distinguirse dos grandes enfoques: por un lado existen los modelos *fenomenológicos del continuo*, y por el otro los llamados modelos de base física o *micromecánicos*. Los primeros asumen que el material es continuo y homogéneo, al menos en un volumen considerado representativo del conjunto (elemento de volumen representativo, RVE). Esto equivale a despremiar las heterogeneidades locales de la tensión y la deformación al interior del RVE, y trabajar con cantidades promediadas macroscópicamente. Los efectos de las heterogeneidades pueden ser incorporados al modelo indirectamente mediante una serie de variables internas de tipo empíricas. El modelado fenomenológico de la plasticidad ha tenido gran aplicación en la simulación de procesos de conformado de chapas, sobre todo en aleaciones de estructura cúbica (una buena reseña al respecto puede consultarse en Banabic, 2010). Para metales hexagonales, dada la posible asimetría de las superficies de fluencia y su evolución fuertemente anisótropa, la aplicación de los modelos del continuo ha tenido limitaciones; aunque en las últimas décadas han surgido propuestas más sofisticadas capaces de tratar con este grupo de materiales (Cazacu et al., 2006; Banabic 2010). Por su parte, los modelos micromecánicos se basan en los mecanismos de plasticidad actuantes en el material a escala del cristal simple o grano; de allí que se los clasifique como modelos de *plasticidad cristalina* (CP, por sus siglas en inglés). Este enfoque de modelado, a pesar de su mayor complejidad, resulta más apto que el enfoque fenomenológico para materiales anisótropos (metales hexagonales y ortorrómbicos, minerales, compuestos), dada su

capacidad inherente de tratar con los mecanismos cristalinos responsables de la anisotropía y heterogeneidad macroscópica de dichos materiales.

El problema de relacionar el comportamiento mecánico macroscópico de un agregado policristalino con la deformación desarrollada por sus cristales constitutivos es matemáticamente muy complejo, y su solución analítica, además, requiere la descripción de heterogeneidades al interior de los granos. Esto ha sido posible gracias al desarrollo reciente de modelos de *campo completo*, entre los cuales se destacan implementaciones del método de elementos finitos basadas en plasticidad cristalina (CP-FEM), y métodos espectrales mediante la transformada rápida de Fourier (FFT) (Roters et al., 2010; Lebensohn et al., 2011). Estos métodos son muy demandantes en lo que respecta a costo computacional, por lo que los enfoques de *campo medio*, más simples y eficaces en su implementación numérica, han tenido históricamente un gran desarrollo en la modelización CP. Las aproximaciones de campo medio conciben a cada cristal como una unidad homogénea, y para tratar la repartición heterogénea de la tensión y deformación del agregado se han propuesto diversas estrategias de homogeneización.

Las dos hipótesis de homogeneización clásicas, propuestas por Taylor (1938) y Sachs (1928), implican dos casos límite respecto de la interacción mecánica de cada grano con el agregado policristalino (ver esquemas en Figura 2-12). Por un lado, el modelo de Sachs asume que cada cristal se deforma como un grano aislado en un campo de tensión uniforme, sin influencia de sus vecinos. El modelo de Taylor, en cambio, asume que cada grano es totalmente controlado por sus vecinos, de forma tal que sufre la misma deformación que el agregado macroscópico, independientemente de la orientación. Esto garantiza la compatibilidad de las deformaciones a través de los bordes de grano, pero no la condición de equilibrio de tensiones. En efecto, puesto que cada grano debe ser capaz de acomodar completamente la deformación impuesta, se requiere la activación de múltiples sistemas de deslizamiento, y por ende el estado de tensiones variará entre cada grano dependiendo de su orientación. Además, la necesidad de provocar deslizamiento en sistemas orientados desfavorablemente, o bien de activar modos de deslizamiento con CRSS elevada, implica que las tensiones calculadas por el enfoque de Taylor sean altas, y de ahí que se lo denomine como un modelo de *límite superior*. Por el contrario, en el modelo de Sachs, dado que cada grano percibe la misma tensión que la aplicada al policristal, se activarán sólo los sistemas más favorablemente orientados. Así, granos distintos sufrirán deformaciones distintas y el contacto entre los bordes no se mantendrá, pero se garantizará el equilibrio de la tensión, la cual además será mínima. Por este motivo, el modelo de Sachs conforma el *límite inferior* de los modelos de homogeneización (Bishop y Hill, 1951; Kocks et al., 1998).

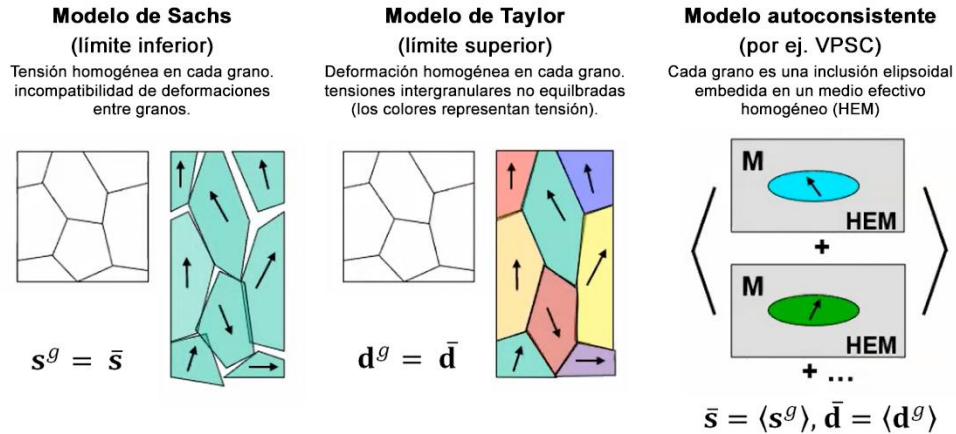


Figura 2-12: Esquemas de homogeneización para los modelos de plasticidad policristalina; \mathbf{s} y \mathbf{d} son los tensores de tensión deviatoria y velocidad de deformación, respectivamente; el superíndice g refiere a cada grano, la barra superior denota magnitudes del agregado macroscópico.

El modelo de Taylor clásico suele denominarse *de restricción completa (full constraints, FC)* por su hipótesis de compatibilidad total de las deformaciones intergranulares. En base a las interacciones que suelen observarse en la microestructura de agregados sometidos a determinados estados de deformación, se han propuesto algunos modelos de *condiciones relajadas (relaxed constraints, RC)*. En ellos se parte de la hipótesis de que la forma de los granos desarrollada durante un proceso de deformación fuerte (por ejemplo, el laminado) permite relajar la compatibilidad de algunas componentes de la deformación a través de los bordes, mejorando la homogeneidad en tensión (Honneff y Mecking, 1981). Inspirados en la interacción particular que se produce entre granos con morfologías marcadas, algunos modelos RC han propuesto trabajar con grupos de dos o más granos que interactúan fuertemente entre sí o que experimentan algún tipo de deformación cooperativa. Existe una amplia variedad de modelos de homogeneización de esta índole, que podríamos englobar en la designación de modelos de *granos múltiples o multisitio* (Van Houtte et al., 1999; Lebensohn et al., 1997; Van Houtte et al., 2005; Tomé et al., 2002).

Hasta aquí hemos hablado del método de homogeneización capaz de relacionar el comportamiento macroscópico del policristal con las propiedades de los granos que lo componen. En lo que respecta al comportamiento constitutivo al interior de los cristales (es decir, a la relación entre la tensión y la deformación locales), la mayoría de los métodos clásicos adoptaron en sus primeras versiones la ley de Schmid para el deslizamiento de dislocaciones, junto con algún criterio de minimización del trabajo plástico que permitiera “seleccionar” los sistemas de deslizamiento capaces de acomodar la deformación impuesta con un mínimo de tensión (Bishop y Hill, 1951). Sin embargo, estos enfoques dejaban ambigüedades en la resolución de ciertos estados de deformación en los que más de un sistema puede proveer la deformación requerida (ambigüedad en deformación), o bien donde estados de tensión disímiles pueden activar los mismos sistemas y provocar igual deformación (ambigüedad en tensión). En términos de la superficie de fluencia de un monocristal, la ley de Schmid implica que aquélla estará formada por hiperplanos cuyas intersecciones conforman vértices, y en ellos

ocurren las ambigüedades descritas. La incorporación del concepto de *viscoplasticidad*, que asume que el flujo plástico por deslizamiento depende de la velocidad de deformación, permitió superar estas limitaciones de las leyes constitutivas originales (Hutchinson et al. 1976; Kocks et al., 1998). Una relación viscoplástica potencial entre la tensión y la velocidad de deformación implica que todos los sistemas pueden estar activos, pero sólo aquellos favorablemente orientados serán los que producirán la mayor parte del flujo cuando la tensión resuelta actuante se aproxime al valor crítico; mientras que los otros sistemas tendrán una actividad despreciable. Esquemáticamente, esto produce un redondeo de los vértices de la superficie de fluencia monocristalina, y por ende anula las ambigüedades comentadas (Kocks et al., 1998).

Retomando los esquemas de homogeneización para agregados policristalinos, entre las hipótesis límite de Taylor y Sachs los modelos *auto-consistentes* (SC) proponen una solución intermedia que satisface las compatibilidades en deformación y el equilibrio de tensiones en términos del promedio. Cada grano puede deformarse de manera diferente, de acuerdo a sus propiedades direccionales y a la fuerza de la interacción entre el grano y su entorno. La aproximación auto-consistente fue propuesta originalmente por Hershey (1954) para tratar con elasticidad lineal. Para policristales no lineales –como aquellos formados por granos que se deforman en el régimen viscoplástico–, los diversos esquemas auto-consistentes difieren en el procedimiento utilizado para linealizar el comportamiento local, pero eventualmente todos echan mano de la teoría auto-consistente lineal original (Kröner, 1961; Lebensohn et al., 2011). Entre ellos, el modelo *viscoplástico auto-consistente* (VPSC) considera a cada grano cristalino como una inclusión embebida en un medio homogéneo pero anisótropo (*medio efectivo homogéneo*, HEM) basándose en el formalismo de la inclusión de Eshelby (1957). Las propiedades del medio están dadas por el promedio de todos los cristales, y la inclusión se deforma manteniendo las condiciones de equilibrio y compatibilidad con el HEM (ver esquema en la Figura 2-12). No obstante, los efectos correlativos entre los granos no son tenidos en cuenta y por lo tanto la compatibilidad local intergranular no es satisfecha (recordemos que no es un modelo topológico sino de campo medio).

El primer desarrollo del modelo VPSC fue presentado por Molinari et al. (1987) empleando un esquema de linealización tangente. Luego, Lebensohn y Tomé (1993) realizaron una implementación numérica capaz de tratar con comportamiento policristalino totalmente anisótropo, logrando predecir exitosamente la evolución de textura y la respuesta mecánica de agregados HCP.²⁰ Durante los años posteriores se desarrollaron mejoras y extensiones del modelo VPSC en su versión tradicional de 1-sitio, incorporando distintos esquemas de linealización de primer orden (Tomé, 1999; Masson et al., 2000) como así también un enfoque de segundo orden (*second order*, SO) que contempla las fluctuaciones de las variables de campo al interior de los granos (Liu y Ponte Castañeda, 2004; Lebensohn et al., 2011), permitiendo tratar mejor con materiales multifásicos y policristales altamente anisótropos en condiciones de deformación heterogénea. Asimismo, se han desarrollado versiones de 2-sitios y *N*-sitios con el fin de tratar con interacciones intergranulares y correlaciones en la

²⁰ De aquella implementación original surge el *código VPSC* que utilizaremos en la tesis. En el apéndice A se presenta la formulación detallada del modelo en su versión de 1-sitio y con linealizaciones de primer orden.

orientación (Lebensohn y Canova, 1997; Solas y Tomé, 2001; Tomé et al., 2002); se han implementado variantes de las leyes constitutivas para incorporar la elasticidad (modelo EVPSC, Wang et al., 2010); y se han incluido en el código diversas leyes de endurecimiento –tanto empíricas (Tomé et al., 1984; Voce, 1955) como basadas en la densidad de dislocaciones (Beyerlein y Tomé, 2007; Kitayama et al., 2013)– y formalismos para el maclado mecánico (Proust et al., 2007; Tomé et al., 1991). Por último, cabe mencionar los desarrollos más recientes que acoplan el modelo VPSC con métodos de campo completo FEM (Segurado et al., 2012) y FFT (Lebensohn et al., 2012/2011).

Cuando se trata con materiales que poseen sistemas de deslizamiento múltiples (generalmente materiales con alta simetría de red), o bien con modos de deformación diversos pero cuyas CRSS son similares, los distintos modelos de homogeneización no muestran diferencias notables en las simulaciones, y la distancia entre las aproximaciones de límite superior e inferior es relativamente corta. Este es el caso de las aleaciones cúbicas (FCC y BCC), sobre todo en condiciones de deformación relativamente homogéneas (laminado, extrusión, tracción), y de ahí que el modelo de Taylor tenga una historia fructífera en la simulación de la evolución de textura de este grupo de materiales (Molinari et al., 1987; Kocks et al., 1998). En cambio, para materiales de baja simetría cristalina y con pocos sistemas de deslizamiento –como los metales no cúbicos y los minerales–, la suposición de deformación homogénea es más cuestionable y, de hecho, tiende a existir una gran diferencia entre las simulaciones de límite inferior y superior. En esos casos, el modelo VPSC ha tenido un buen desempeño tanto en la predicción de la respuesta mecánica como en la simulación de textura, exhibiendo una gran capacidad predictiva para diversos metales HCP (por ejemplo, Lebensohn y Tomé, 1993; Agnew et al., 2001; Yapici et al., 2006), minerales (Wenk y Tomé, 1999; Tommasi et al., 2000), y también para metales cúbicos sometidos a deformación severa o heterogénea (Engler et al., 2012; Basu et al., 2016; Tamimi et al., 2018). El esquema de Sachs, por su parte, tiene potencial en la simulación de agregados minerales debido a la fuerte heterogeneidad de la deformación en su microestructura (Chastel et al., 1993; Signorelli y Tommasi, 2015).

En lo que respecta al modelado de la plasticidad de aleaciones de Zn, existen algunos antecedentes de interés tanto desde el enfoque fenomenológico como micromecánico. Bramley y Mellor (1968) analizaron experimental y teóricamente la deformación biaxial de chapas de Zn y Ti, y encontraron que el modelo fenomenológico clásico de Hill (1948) para plasticidad anisótropa no es capaz de predecir aceptablemente el comportamiento de ambos materiales hexagonales. Philippe et al. (1994) y Fundenberger et al. (1997) estudiaron y simularon mediante el modelo de Taylor FC la evolución de textura de varios metales HCP, incluyendo una aleación Zn-Cu-Ti, relacionando la textura con las propiedades mecánicas de las chapas. Investigaciones más recientes concernientes al modelado de la formabilidad del Zn se han enfocado mayormente en el comportamiento plástico anisótropo y su relación con las deformaciones límite. Por ejemplo, en casos en los que se aplicó un enfoque fenomenológico (Jansen et al., 2013; Milesi et al., 2014) el comportamiento macroscópico fue capturado mediante un criterio de fluencia de Hill90 (Hill, 1990) en conjunción con una ley de endurecimiento exponencial capaz de dar cuenta empíricamente de la sensibilidad a la temperatura y a la velocidad de deformación de este material. Por otra parte, desde un enfoque CP, Schwindt et al.

(2015) mejoraron la combinación de la técnica Marciniak-Kuczynski (MK) con el modelo VPSC –propuesta originalmente por Signorelli et al. (2009)– para predecir la formabilidad de una chapa de Zn-Cu-Ti con resultados relativamente buenos. Cauvin et al. (2018) también aplicaron el modelo VPSC para analizar la anisotropía mecánica de una aleación Zn-Cu-Ti, enfocándose sobre todo en la respuesta en tracción y la evolución de textura. Recientemente, Alister et al. (2019) implementaron la función de fluencia CPB-06 (Cazacu et al., 2006) con la ley de endurecimiento de Hollomon en un código FEM para simular la respuesta elastoplástica de una chapa de Zn-Cu-Ti, aprovechando la capacidad del criterio CPB-06 para capturar el efecto asimétrico típico de los metales HCP. Con este esquema pudieron calibrar el modelo FEM de manera efectiva y relativamente simple, y simular exitosamente trayectorias de deformación biaxiales diversas obtenidas por ensayos de acopado hidráulico. Los antecedentes en la modelización mediante enfoques CP del material de interés se analizarán con mayor detalle en el capítulo 6.

2.6.2. Modelos de recristalización

El estado del arte del modelado de la recristalización en las últimas décadas, particularmente enfocado a los procesos de recocido (es decir, a la SRX), fue reseñado por Humphreys et al. (2017). Por un lado, existen los *métodos analíticos* que emplean ecuaciones relativamente simples para representar los mecanismos físicos involucrados en la recristalización (por ejemplo, la ecuación de Avrami o JMAK que describe fenomenológicamente la cinética de nucleación y crecimiento de los procesos de SRX; Avrami, 1939). Aparte de estos métodos, Humphreys et al. (2017) distinguen dos tipos básicos de modelos, a saber: *modelos micro* y *modelos acoplados*. Los primeros introducen las formulaciones analíticas constitutivas en algún tipo de enfoque numérico capaz de representar el fenómeno de recristalización, y por lo tanto obtener predicciones realistas en cuanto a la evolución de la microestructura. Los modelos acoplados consisten en una combinación de dos o más modelos de forma tal de poder simular, por ejemplo, la deformación plástica previa o simultánea a la recristalización; o bien la simulación de un proceso industrial real a gran escala, como el trabajo en caliente multietapa.

Los modelos micro, a su vez, pueden tratar con parámetros promediados sobre un volumen grande de material y emplear descripciones estadísticas de la microestructura, en cuyo caso se trata de modelos de campo medio (por ejemplo Humphreys, 1997). O bien, pueden involucrar una representación topológica de la microestructura de forma tal de tratar explícitamente con las heterogeneidades espaciales que gobiernan varios de los mecanismos básicos del fenómeno de recristalización, como ser la nucleación y la migración de bordes de grano. Entre los modelos micro de tipo topológico podemos mencionar: simulaciones Monte Carlo (MC, o modelo de Potts); autómatas celulares (CA); dinámica molecular (MD, o Monte Carlo cinético); modelos de vértices; métodos de campo de fases (PF); métodos *level set* (LS). La mayor parte de estos modelos fueron desarrollados inicialmente para la simulación de la recristalización estática, dado el gran interés tecnológico en los procesos de recocido. Por otro lado, en principio estos métodos no incluyen una descripción explícita de la deformación plástica, y por lo tanto no disponen de información respecto del estado deformado

inicial ni de la deformación que puede ocurrir simultáneamente con la recrystalización (es decir, procesos de DRX).

El concepto de modelos acoplados refiere a la combinación de modelos de recrystalización con modelos de deformación; o bien al uso, por parte de los modelos de recocido, de microestructuras previamente deformadas. En este último caso se toman, por ejemplo, microestructuras digitales creadas a partir de datos experimentales como entrada de modelos micro de tipo topológicos (Loge et al., 2008). El acople con modelos de deformación puede recurrir a modelos fenomenológicos (por ejemplo Hu et al., 2010), o bien a modelos CP de campo medio (Solas y Tomé, 2001) o de campo completo (CP-FEM, Raabe y Becker, 2000; CP-FFT, Chen et al., 2015). Un ejemplo de modelo acoplado interesante para el presente trabajo es el desarrollado por Solas et al. (2001), el cual consiste en la conjunción del modelo VPSC *N*-sitio con un algoritmo Monte Carlo para simular la deformación plástica y la recrystalización estática de zinc policristalino. La sofisticación de los modelos acoplados fue creciendo en los últimos años incorporando capacidades de simulación más diversas, como por ejemplo la conformabilidad. Un caso interesante es el trabajo de Nagra et al. (2020) que combina modelado CP de campo completo con DRX para simular la formabilidad de chapas de Mg a temperaturas intermedias. El modelo micromecánico está basado en un esquema elasto-viscoplástico de tipo FFT al que se le acopla un modelo de autómatas celulares probabilístico para la recrystalización dinámica (CA-DRX) y el enfoque Marciniak-Kuczynski (MK) para predecir la formabilidad. El resultado logra reproducir exitosamente la FLD de una chapa de la aleación AZ31 a diferentes temperaturas, contrastando notablemente con la FLD obtenida por simulación sin DRX.

Los modelos CP con homogeneización auto-consistente resultan particularmente interesantes para el modelado de la DRX gracias a que simplifican mucho la resolución numérica (reduciendo así el costo computacional típicamente alto de los modelos topológicos) pero manteniendo una base física adecuada para describir ciertas variables claves del fenómeno de DRX, como ser la repartición diferenciada de la deformación en los diversos granos según su orientación. En este marco, Wenk y Tomé (1999) implementaron un modelo sencillo de recrystalización en el código VPSC capaz de simular la evolución de textura del mineral olivino en corte simple, la cual no es posible capturar por simple plasticidad. Este trabajo se inspiró en un desarrollo similar previo aplicado a la evolución de textura de calcita durante la DRX (Wenk et al., 1997). El modelo de DRX incluye una ley de crecimiento (asociable al mecanismo de migración de bordes de grano) y una de nucleación (asimilable a la creación de subgranos que evolucionan a granos de alto ángulo), para lo cual se vale de la deformación acumulada en cada orientación calculada mediante el modelo VPSC. Así, el mecanismo de crecimiento – que podemos asociar al fenómeno de DDRX– tiende a estar controlado por los granos desfavorablemente orientados para el deslizamiento, ya que la energía de sus bordes es alta y éstos tienden a migrar hacia las “regiones” más deformadas. El mecanismo de nucleación tiende a ser más copioso en las orientaciones que acumulan mayor deformación, lo que en este modelo puede relacionarse indirectamente con el fenómeno de la CDRX debido a la tendencia de las estructuras minerales anisótropas de formar LABs de ángulos intermedios, capaces de evolucionar fácilmente en granos nuevos (Poirier y Guillopé, 1979). Paralelamente, Hildenbrand et al. (1999) adaptaron el

esquema de transferencia de fracción de volumen (VFT; Tomé et al., 1991) a la evolución de textura por DDRX en el marco del modelo VPSC, logrando una predicción de textura en acero IF deformado a alta temperatura superadora respecto de las simulaciones CP sin recristalización.

Los modelos para la simulación del fenómeno de CDRX no han tenido tanto desarrollo como aquéllos dedicados a la DDRX (Huang y Logé, 2016), lo que se debe en parte a la distinción más reciente entre ambos mecanismos. El modelo de Gourdet y Montheillet (2003) fue pensado originalmente para deformación en caliente de metales cúbicos de elevada energía de falla de apilamiento (por ejemplo, aceros ferríticos, Al, Ti- β). Es un modelo analítico de base física pero sin topología ni textura. La microestructura es representada como un conjunto de subgranos rodeados tanto por bordes de alto ángulo (HABs) como de bajo ángulo (LABs); y se utilizan como variables la densidad de dislocaciones internas a los subgranos, el tamaño promedio de cristalitas y la distribución de los ángulos de misorientación de los LABs. La relación de la DRV y el endurecimiento por deformación con la evolución de la densidad de dislocaciones es descrita por medio de la ecuación de Laasraoui-Jonas (Laasraoui y Jonas, 1991), modificada para considerar la migración de HABs. El modelo predice la respuesta mecánica relacionando la tensión de fluencia con la evolución de la densidad de dislocaciones, incorporando un término para las dislocaciones que forman los bordes de bajo ángulo. Por último, los parámetros de entrada son asociados a leyes dependientes de la temperatura y la velocidad de deformación de modo de dar cuenta de condiciones de procesamiento diversas. Los autores emplearon datos experimentales de Al para ilustrar la manera de calibrar el modelo y sus capacidades predictivas. Recientemente, en un esquema basado en este modelo, Buzolin et al. (2019) simularon la deformación en caliente de Ti- β y predijeron aceptablemente la evolución de los tamaños de grano y subgrano, la misorientación intergranular media y la densidad de dislocaciones.

Otro modelo a destacar es el que desarrollaron Tóth et al. (2010) para la fragmentación de granos durante procesos de deformación plástica severa (SPD). Si bien los autores no lo presentan como un modelo de CDRX, los mecanismos de subdivisión granular típicos de los procesos SPD entran en la categoría de CDRX según la literatura (Sakai et al., 2014), y así clasifican a este modelo Huang y Logé (2016) en su reseña. En efecto, el modelo propone un mecanismo de fragmentación continuo de la microestructura basado en la curvatura de la red producida en las inmediaciones de los bordes de grano. Esta distorsión reticular, debida al efecto combinado de la rotación por deslizamiento plástico dentro de cada grano y a las restricciones que imponen los granos vecinos, es asociada a una población de dislocaciones geoméricamente necesarias que los autores llaman “inducidas por curvatura” (CIDs). Cuando la región afectada por los bordes de grano alcanza un umbral de misorientación respecto del centro del grano (5° según la propuesta original) se genera un subgrano independiente del resto del grano original. El esquema morfológico de la fragmentación se realiza asimilando cada grano a un “cubo Rubik” divisible en 27 potenciales subgranos, que a su vez pueden subdividirse en dos generaciones adicionales ($27 \times 27 \times 27$). El endurecimiento por deformación es modelado mediante una ley de dislocaciones de tipo celdas, en la que se consideran distintos tipos de dislocaciones y la correspondiente evolución de su densidad, agregando a las poblaciones de dislocaciones propuestas en

un trabajo previo (Estrin et al., 1998) aquellas correspondientes a la curvatura de la red (es decir, las CIDs). El modelo se implementó en un esquema viscoplástico de tipo Taylor, asignándole al conjunto de granos (orientaciones) un tamaño descrito por una distribución normal-logarítmica basada en datos experimentales. La validación se efectuó simulando la deformación de un policristal de cobre bajo la ruta Bc del proceso ECAP en dos pasos, logrando resultados aceptables en lo que respecta a la distribución de misorientaciones, evolución del tamaño de grano, textura cristalográfica y endurecimiento por deformación. De particular interés resulta la predicción de la textura, ya que modelos previos como el de Gourdet y Montheillet (2003) no tienen en cuenta este aspecto.

Recientemente, Zhou et al. (2018) implementaron el esquema de fragmentación de Tóth et al. (2010) en el modelo VPSC para simular la CDRX de una aleación de magnesio (Mg AZ31B). Estos investigadores habían estudiado previamente los mecanismos de deformación de esta aleación a temperaturas intermedias por análisis de plasticidad cristalina, aplicando el modelo VSPC-Afín con la ley fenomenológica de endurecimiento de Vocé (Zhou et al., 2016). El efecto de la DRX fue excluido de las simulaciones al considerar deformaciones pequeñas a temperaturas relativamente bajas. Posteriormente, estos autores acoplaron al modelo VPSC un criterio fenomenológico de DDRX para simular la deformación en caliente de cobre OFHC (Zhou et al., 2017). Para ello adoptaron la ley de endurecimiento por densidad de dislocaciones en el esquema VPSC originalmente implementada por Beyerlein y Tomé (2007), empleando la evolución de dicha densidad como entrada a las leyes de nucleación y crecimiento propuestas para el modelo de DDRX. Finalmente, en su trabajo más reciente, los autores ampliaron el modelo de endurecimiento por dislocaciones a sistemas de deslizamiento múltiple, de forma de adaptarlo a la plasticidad de la red HCP del Mg (Zhou et al., 2018). Para extender el alcance del modelo a las condiciones típicas de CDRX de la aleación AZ31B, acoplaron el modelo de fragmentación de Tóth et al. (2010) al esquema VPSC, obteniendo buenos resultados de simulación de textura, respuesta mecánica, anisotropía y tamaño de grano. La validación experimental del modelo no solamente está dada por dichos resultados favorables, sino también por la evidencia microestructural que los autores presentan respecto del mecanismo de generación de subgranos del material. En efecto, los mapas de EBSD revelan una tendencia a la fragmentación por desarrollo de distorsión reticular en la periferia de los granos –tal como se ha reportado para otras aleaciones de Mg, cf. Sección 2.5–, lo que se asemeja al esquema propuesto por Tóth et al. (2010). No obstante, cabe recordar que no todos los mecanismos de CDRX implican la generación de subgranos únicamente en las inmediaciones de los bordes de grano originales. En este sentido el modelo puede ser cuestionado, ya que presenta una tendencia a nuclear en dichas regiones y no tanto en el centro de los granos, lo que implica un punto a favor del modelo de Gourdet y Montheillet (Sakai et al., 2014; Huang y Logé, 2016).

Otra aplicación reciente del modelo VPSC a la DRX de aleaciones de Mg es el trabajo de Zecevic et al. (2020), aunque con un esquema de recristalización diferente a los recién comentados. En este caso, la deformación plástica es modelada mediante el esquema VPSC incorporando el cálculo de misorientaciones intragranulares, de forma tal de alimentar un modelo acoplado de DRX basado en la energía de deformación acumulada y las fluctuaciones intragranulares de los campos micromecánicos (para ello se emplea la formulación SO; Liu y Ponte Castañeda, 2004; Zecevic et al., 2018). Así, cada

grano del policristal es descrito mediante una serie de variables de estado microestructurales cuya tasa evoluciona con la deformación, a saber: orientación cristalográfica, fracción de volumen, tensión crítica de cada sistema de deslizamiento (según la ley de endurecimiento de Beyerlein y Tomé, 2007), dispersión de misorientaciones intragranulares y temperatura. A la deformación viscoplástica por deslizamiento se le suma un término de deformación por superplasticidad. El modelo se aplicó a la simulación de la DRX de la aleación de Mg WE43 deformada a distintas temperaturas y velocidades. La diversidad de las variables de estado incluidas permite representar aceptablemente las particularidades microestructurales de la DRX de esta aleación avanzada, caracterizada por una nucleación copiosa asistida por la presencia de solutos y precipitados, lo que a su vez habilita los mecanismos de deformación por superplasticidad de los granos recrystalizados. Por otra parte, Chen et al. (2020) integraron el modelo VPSC con un modelo de CDRX basado en el enfoque de Gourdet y Montheillet (2003). Tanto la ley de endurecimiento por deformación en el marco VPSC como la evolución de las variables de estado del modelo de CDRX dependen de la densidad de dislocaciones, constituyendo un modelo de plasticidad cristalina con base física. Las leyes constitutivas del modelo CDRX dan cuenta de los mecanismos de generación y rotación de subgranos, la evolución del área de borde de (sub)grano, el pasaje de subgranos a granos con el posible crecimiento de éstos por migración de sus bordes, y las relaciones de orientación entre subgranos y granos recrystalizados con la consecuente influencia sobre la textura. Estas leyes están basadas en las propuestas originalmente por Gourdet y Montheillet, aunque ampliadas y complejizadas de acuerdo a la evidencia experimental más reciente sobre la CDRX de aleaciones de Al en caliente. Como resultado, el modelo es capaz de predecir con mejor detalle los aspectos microestructurales del fenómeno de CDRX incluyendo la evolución de la textura, pero a costa de una gran cantidad de parámetros de calibración.

En el campo geológico existen antecedentes interesantes sobre el modelado de la CDRX aplicado a minerales. Este mecanismo es considerado como el responsable de las evoluciones de textura observadas en olivino –el mineral más abundante en el manto terrestre superior– sometido a corte simple a alta temperatura, tanto de forma natural como experimental. No obstante, los modelos CP con diversos esquemas de homogeneización han fallado en capturar dicha evolución (Chastel et al., 1993; Tommasi et al., 2000; Castelnau et al., 2008). Los primeros modelos VPSC con DRX (Wenk et al., 1997; Wenk y Tomé, 1999) se enfocaron principalmente en el fenómeno discontinuo de nucleación y crecimiento (DDRX). Si bien, como vimos, logran predecir aceptablemente la evolución de textura, dichos modelos son muy sensibles a los parámetros ad-hoc que utilizan para controlar la eficiencia de la nucleación y el crecimiento. Algo similar ocurre con modelos puramente cinemáticos que incorporan leyes de DDRX (Kaminski y Ribe, 2001). Con el fin de contemplar el fenómeno de la CDRX en la simulación de las texturas de olivino mediante el enfoque VPSC, Signorelli y Tommasi (2015) implementaron un criterio de recrystalización probabilístico en conjunción con un esquema de interacción mecánica en dos niveles. Adoptando un esquema de *grano compuesto* (CG), las interacciones de corto alcance (nivel intragranular) siguen un modelo de tensión constante (Sachs o límite inferior), mientras que las interacciones de largo alcance (entre granos) son homogeneizadas mediante el enfoque VPSC. Así, el modelo contempla tanto el efecto cinemático como mecánico de la

CDRX, logrando resultados aceptables en la predicción de la textura. Como se ampliará en el capítulo 6, este esquema VPSC-CDRX-CG resulta interesante para ensayar la simulación del comportamiento de la aleación de Zn que compete a esta tesis, a raíz de ciertas similitudes experimentales halladas entre ambos sistemas materiales y la eficiencia demostrada por el modelo.

Capítulo 3

Caracterización mecánica y microestructural

Para el material de estudio de la presente tesis se seleccionaron chapas comerciales de la aleación Zn-Cu-Ti en dos espesores: 0,65 y 0,80 mm. En este capítulo se desarrollará una caracterización experimental de ambas chapas, tanto en lo que respecta a microestructura como a propiedades mecánicas. El estudio microestructural comprende una caracterización de la morfología y topología granular del material mediante microscopía óptica y electrónica; como así también de la textura cristalográfica mediante difracción de rayos X. El estudio del comportamiento mecánico involucra ensayos de tracción uniaxial en varias direcciones de la chapa y a velocidades de deformación diversas. La medición del campo de deformaciones mediante la técnica de correlación de imágenes permite complementar la caracterización mecánica con un estudio de la localización de la deformación y de la anisotropía plástica del material.²¹

Como datos de partida, cabe mencionar que la composición química de la chapa de 0,65 mm fue evaluada en 0,094% Cu y 0,047% Ti (Schlosser et al., 2017). La chapa de 0,80 mm no fue analizada químicamente, pero al proceder del mismo proveedor cabe suponer una composición similar, dentro del rango especificado por las normas EN 988 y ASTM B 69 (sección 2.2). El proceso de manufactura es de tipo semi-continuo, con la colada continua seguida de dos pasos de laminación en caliente, y una tercera etapa de laminado a temperatura cercana a la ambiente (50–80 °C) hasta lograr el espesor final.

3.1. Caracterización microestructural

La microestructura de las chapas bajo estudio fue analizada mediante diversas técnicas experimentales con el fin de lograr una caracterización tanto de la forma y tamaño de los granos (morfología) como de la distribución estadística de sus orientaciones cristalográficas (textura). Para el análisis morfológico se empleó microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido (SEM). Dentro de las aplicaciones que ofrece la microscopía SEM, se optó por emplear la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD, por sus siglas en inglés) ya que ésta permite conectar los aspectos morfológicos y cristalográficos de la microestructura, revelando la distribución espacial de las fases y

²¹ Parte de los resultados de la caracterización mecánica fueron publicados en el trabajo: **Leonard M.E.**, Nicoletti E., Roatta A., Stout M., Bolmaro R., Signorelli J.W., *Estudio de la anisotropía mecánica en chapas de zinc y su relación con la textura cristalográfica*, Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales. Vol.S8 (2019) pp. 43–47.

orientaciones cristalinas que conforman los granos (Engler y Randle, 2010). La textura cristalográfica fue caracterizada mediante la técnica tradicional de difracción de rayos X (XRD), la cual provee la fracción de volumen de las diversas orientaciones presentes en la muestra con un buen nivel de confianza estadística. No obstante, gracias al tamaño de grano fino del material bajo estudio, la técnica EBSD fue empleada también para medir la textura a partir de barridos aplicados sobre áreas relativamente grandes. Se mostrará que ambos métodos de medición de textura otorgan resultados prácticamente equivalentes para las condiciones adoptadas.

3.1.1. Microscopía óptica

La preparación y análisis de las muestras metalográficas se llevó a cabo siguiendo el siguiente procedimiento:

- Corte y montaje de la probeta en resina acrílica (*subitón*) o resina epoxi de curado en frío.
- Desbaste grueso y fino mediante lijas al agua de SiC con granulometría decreciente (entre #320 y #2000).
- Pulido con pasta diamantada de 3 μm y 1 μm . Lubricante: etilenglicol.
- Pulido final con sílice coloidal ($\sim 0,05 \mu\text{m}$) en agua.
- Ataque químico con dos opciones de reactivos:
 - a. solución de ácido crómico y sulfato de sodio (20g CrO_3 , 1,5g Na_2SO_4 , 100mL H_2O)
 - b. solución de ácido nítrico y agua oxigenada en glicerina (5% HNO_3 , 15% H_2O_2 , 80% glicerina [%vol.]).
- Observación al microscopio óptico en campo claro y aplicando luz polarizada.

Entre cada etapa se limpió la muestra con etanol y agua, y se secó con una corriente de aire fresco o tibio. Se tomó la precaución de no calentar en ningún momento la muestra por encima de la temperatura ambiente. Los microscopios metalográficos empleados fueron los modelos PME3 y PMG3 de la marca Olympus.

A causa de la elevada resistencia a la corrosión del Zn, el ataque químico para revelar los bordes de grano de sus aleaciones no es sencillo, como se refiere en la bibliografía (Mongeon y Barnhurst, 2004). Por otra parte, la anisotropía cristalina de la red hexagonal permite la observación mediante luz polarizada, técnica capaz de generar tonalidades disímiles según la orientación de cada cristal respecto de la dirección y polarización del haz incidente (Vander Voort, 2004). Uno de los factores determinantes para la eficacia del método de luz polarizada es la planitud de la superficie pulida, de ahí la necesidad de la etapa final de pulido con sílice. En la Figura 3-1 se presentan micrografías de las chapas de Zn-Cu-Ti en los dos espesores considerados (0,65 mm a la izquierda y 0,80 mm a la derecha), tomadas en la sección longitudinal de cada chapa, aplicando luz polarizada. En ambos materiales se evidencia la microestructura fibrada debida al proceso de laminación, con granos alargados –o bien conjuntos de granos agrupados– de manera paralela a la RD. En el espesor 0,65 mm esto es más notorio, probablemente por la mejor calidad de la micrografía, sobre todo para el caso de

mayor magnificación. El tamaño de grano no parece ser uniforme, ya que en las micrografías de mayor aumento se observan regiones con granos más pequeños que en otras. A su vez, en algunos granos grandes –particularmente de la chapa de 0,80 mm– se observan maclas aproximadamente transversales a la RD, con su forma lenticular característica y el cambio de tonalidad esperable por tratarse de una reorientación de la red cristalina.

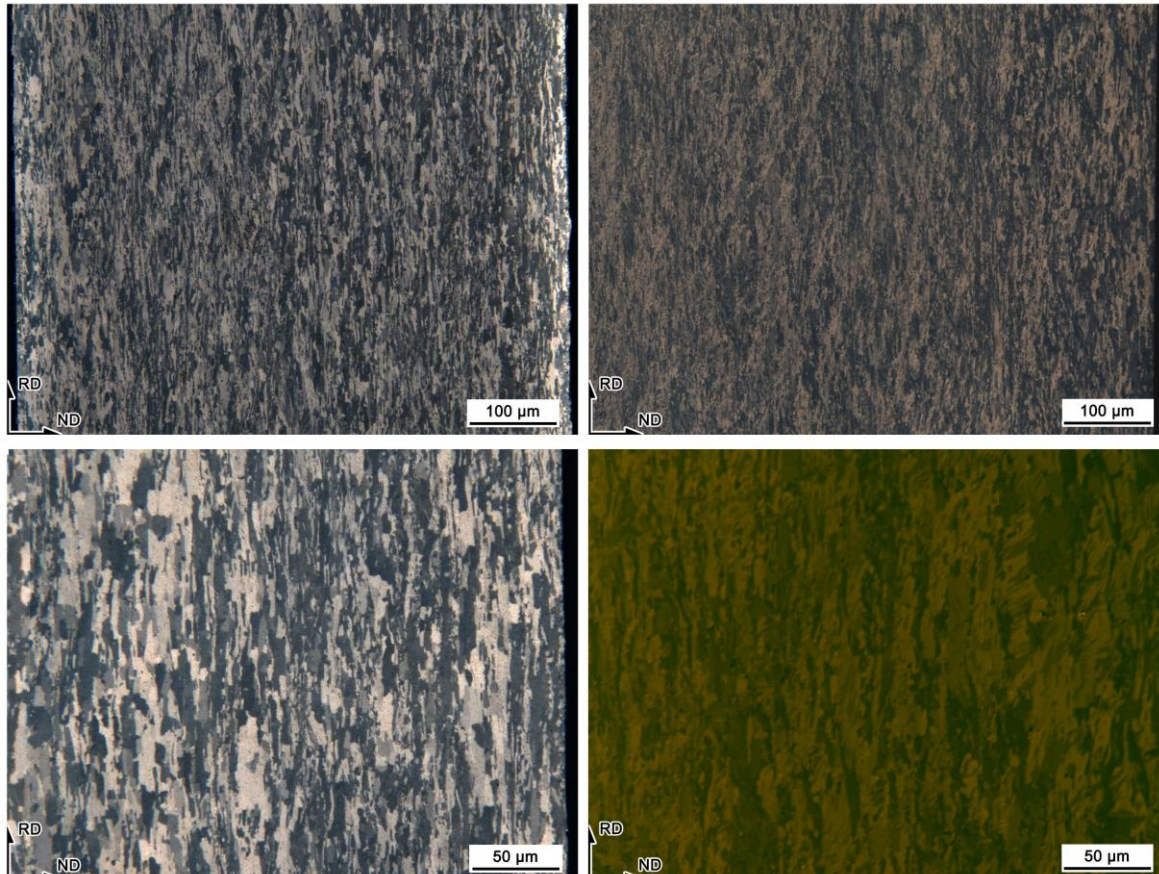


Figura 3-1: Micrografías ópticas de las chapas de Zn-Cu-Ti con luz polarizada (sección longitudinal), usando dos niveles de magnificación. Izquierda: espesor 0,65 mm; derecha: 0,80 mm.

Debido al tamaño de grano fino y a la textura cristalográfica intensa (ver secciones siguientes), resulta difícil revelar nítidamente la microestructura sólo mediante luz polarizada. En efecto, los contrastes de color que ésta produce entre los granos de cristales anisótropos dependen de las orientaciones relativas entre los granos. Al existir una textura pronunciada, las diferencias de orientación entre los cristales no tienden a ser elevadas, y la coloración que éstos adquieren al microscopio presenta tonalidades muy similares. Por otro lado, no es posible visualizar en estas metalografías la fase intermetálica $TiZn_{16}$. De todos modos, por completitud, en la Figura 3-2 se presentan los otros dos planos de ortotropía principales de las chapas analizados con luz polarizada: en la parte superior el plano TD-RD y en la inferior el plano TD-ND (sección transversal). Si bien en estas muestras la calidad de la imagen obtenida es más pobre, el grano en la dirección TD parece ser

menos alargado que en la RD. Además, en el plano RD-TD de la chapa aparecen bandas a lo largo de la RD en las que el tamaño de grano difiere.

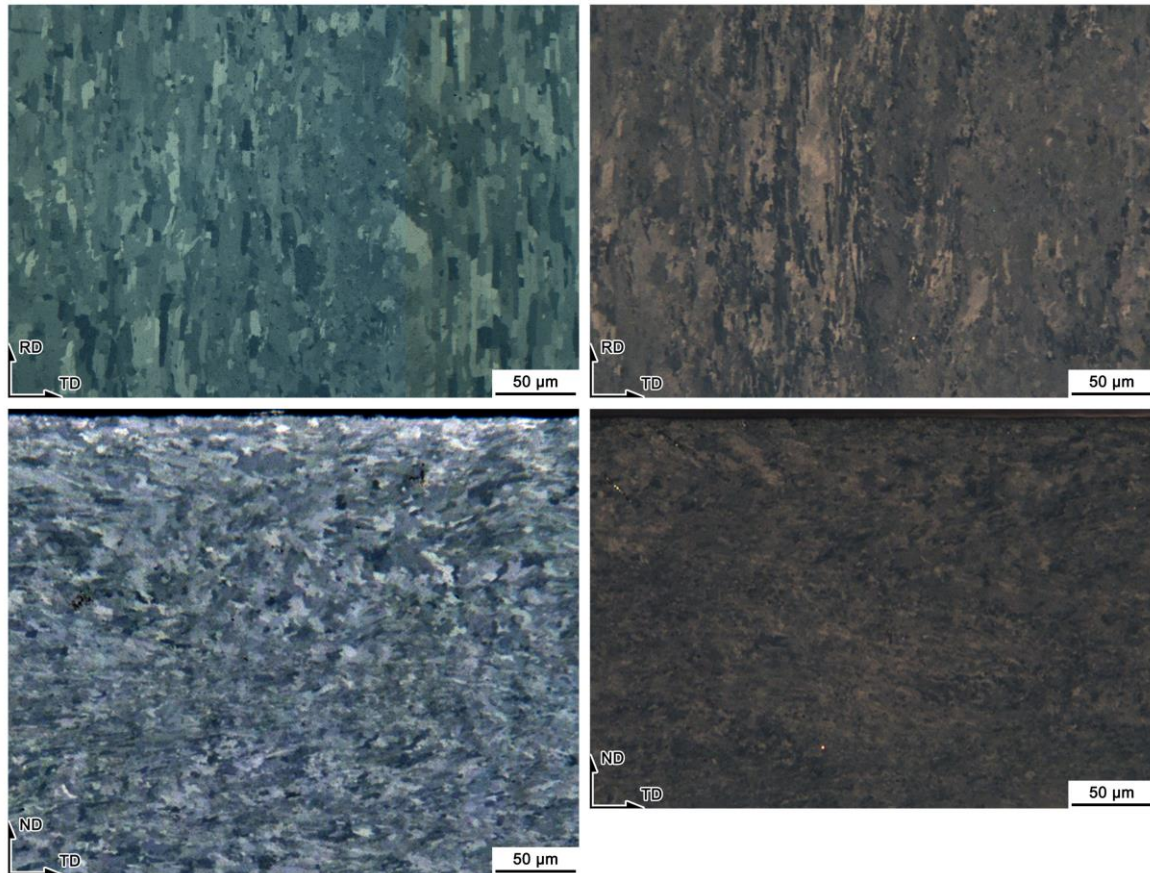


Figura 3-2: Micrografías con luz polarizada del plano (arriba) y de la sección transversal (abajo) de las chapas de Zn-Cu-Ti. Izquierda: espesor 0,65 mm; derecha: 0,80 mm.

Para mejorar la visualización de la morfología granular se atacó con algunos de los reactivos químicos recomendados en la literatura. El más usual para aleaciones de Zn de bajo contenido de aleantes es el llamado reactivo de Palmerton, consistente en una solución acuosa de CrO_3 y NaSO_4 (Neumeier y Risbeck, 1970; Vander Voort, 1999). Éste presenta la desventaja de la alta toxicidad del ácido crómico (Petzow, 1999), y además su capacidad de revelar los bordes de grano de las aleaciones bajo estudio no resultó del todo efectiva. En un trabajo previo del grupo se logró un ataque aceptable sobre una muestra de la chapa de 0,65 mm (Schlosser et al., 2019). En la Figura 3-3 (izq.) se presenta este caso en el plano principal de la chapa. Además de revelarse los bordes de la mayoría de los granos, en esta micrografía se detecta la presencia de la fase intermetálica TiZn_{16} en forma de partículas finas que tienden a alinearse en la dirección de laminado. No obstante, la forma y tamaño de las partículas intermetálicas no llega a apreciarse con claridad, al menos para esta magnificación. Lo que evidencia su presencia es el ataque selectivo que se produce en la interfaz con la matriz de Zn, dejando las franjas oscuras que se aprecian alineadas con la RD, o bien, en algunas regiones, distribuidas de manera irregular. El tamaño de grano a su vez también aparece irregular, con un grosor algo mayor en las zonas en las que la fase intermetálica está más heterogéneamente distribuida. Esto es compatible con

la morfología aparente en las micrografías con luz polarizada (Figura 3-2, arriba). En el lado derecho de la Figura 3-3 se incluye una micrografía de la chapa de 0,80 atacada con el mismo reactivo. En este caso el resultado es más pobre, ya que algunos granos se sobreatacaron y ciertos bordes no paralelos a la RD se revelan con poca nitidez. Es probable que la textura intensa también sea responsable del ataque químico heterogéneo.

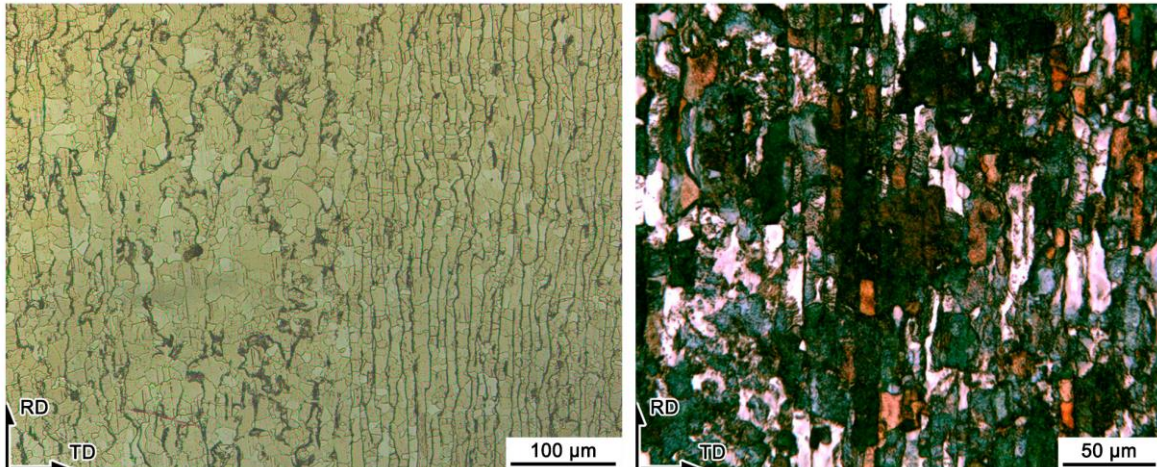


Figura 3-3: Micrografías de las chapas de Zn-Cu-Ti obtenidas con reactivo de Palmerton (CrO_3 y NaSO_4 en H_2O). Izquierda: espesor 0,65 mm; derecha: 0,80 mm.

Con el fin de evitar la toxicidad del ácido crómico, e intentando lograr una mayor efectividad del ataque, se probó la solución alternativa de ácido nítrico y agua oxigenada en glicerol. Si bien con este reactivo se logró un efecto similar para la fase intermetálica, la estructura granular de la matriz no pudo ser evidenciada ya que los bordes de grano prácticamente no se atacaron. De todos modos, como se ve en la Figura 3-4 y la Figura 3-5, la distribución de los intermetálicos puede detectarse y, combinando con la luz polarizada, se logra visibilizar parcialmente la morfología granular. En la chapa de espesor 0,80 mm (Figura 3-4) se observa el mismo tipo de distribución heterogénea de la fase intermetálica encontrado en la chapa de 0,65 mm (Figura 3-3, izq.). El patrón de regiones con bandas de intermetálico alineadas con la RD y regiones donde éste aparece más desordenado se repite a lo ancho de la chapa, más allá de la zona analizada. Por otra parte, en la Figura 3-5 se muestra una sección longitudinal del material de 0,65 mm (plano RD-ND), abarcando una región que va desde la cara externa de la chapa hasta su eje medio. Desde esta perspectiva, la distribución de la fase TiZn_{16} tampoco es homogénea, e incluso es posible detectar una mayor concentración cerca del eje medio de la chapa, probablemente por segregación de soluto durante la solidificación. La aplicación gradual de la luz polarizada permite deducir que las regiones que contienen una distribución más fina y alineada de la fase intermetálica presentan un tamaño de grano más pequeño. Además, en las zonas de grano grueso es posible detectar algunas maclas (ver detalle).

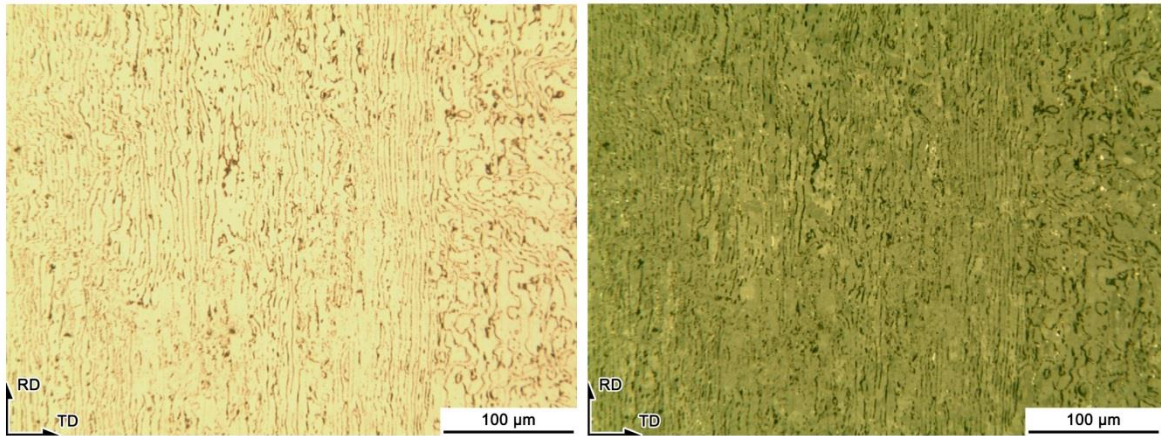


Figura 3-4: Micrografías del plano de la chapa Zn-Cu-Ti 0,80 atacada con reactivo $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{O}_2$ en glicerina. Izquierda: imagen de campo claro; derecha: imagen con luz polarizada.

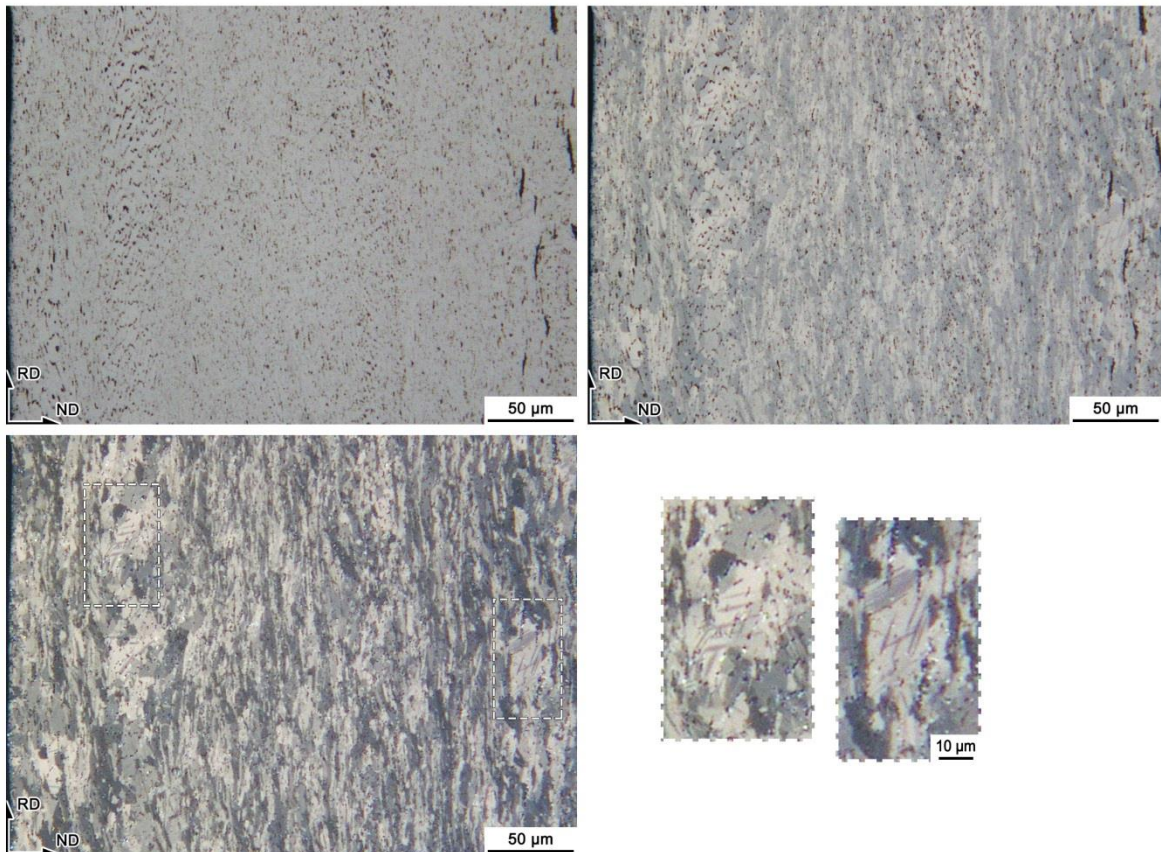


Figura 3-5: Micrografías de la sección longitudinal de la chapa Zn-Cu-Ti 0,65 atacada con reactivo $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{O}_2$ en glicerina. Las tres micrografías grandes muestran el efecto de la aplicación gradual de luz polarizada. Detalles: maclas mecánicas en algunos granos grandes.

Las micrografías analizadas resultan similares a varios de los casos de estudio reportados en la literatura. La mayoría de las metalografías ópticas de aleaciones de Zn que permiten caracterizar la microestructura con precisión presentan tamaños de grano bastante mayores que las chapas de

nuestro trabajo (por ejemplo, Deighton y Parkins, 1969; Mongeon y Barnhurst, 2004; Muster et al., 2007). En artículos que tratan sobre chapas de aleaciones de Zn laminadas en condiciones similares (Neumeier y Risbeck, 1971; Naziri y Pearce, 1974; Philippe et al., 1994; Faur y Cosmeleață, 2006; Quintana Hernández et al., 2016), tanto el tamaño de grano fino como la textura intensa dificultan una descripción detallada de la microestructura mediante microscopía óptica.

Resumiendo, la metalografía óptica en las condiciones utilizadas no tiene la versatilidad suficiente para caracterizar completamente la microestructura de las aleaciones de Zn bajo estudio. Su ventaja radica en la posibilidad de revelar aspectos microestructurales básicos de manera relativamente rápida y sencilla, como primera aproximación a un análisis más detallado mediante microscopía electrónica.

3.1.2. Microscopía electrónica de barrido y mapeo de orientaciones (SEM-EBSD)

La difracción de electrones retrodispersados (EBSD, por sus siglas en inglés) es una técnica derivada de la microscopía electrónica de barrido (SEM) que permite determinar tanto los aspectos morfológicos como la distribución de orientaciones de un conjunto de granos en un material policristalino. Para ello, se analizan los patrones de difracción generados cuando el haz electrónico incide sobre una muestra dispuesta en la cámara del SEM con una inclinación determinada, patrones que surgen del efecto de retrodispersión de algunos de los electrones incidentes y que al proyectarse sobre una cámara CCD forman las llamadas bandas o patrones de Kikuchi. Al surgir de la difracción del haz electrónico por la red cristalina, estas bandas reflejan la geometría de la red y el espaciamiento interatómico. Por lo tanto, si se especifica la geometría del sistema, a partir del análisis de las bandas es posible determinar tanto la estructura cristalina como la orientación del punto material analizado (en este caso “punto” hace referencia al volumen pequeño de material en el que los electrones inciden e interactúan). El haz proveniente del SEM se desplaza sobre la muestra siguiendo una grilla a través de distancias pequeñas (del orden de décimas de nm), permitiendo así obtener la información cristalina de cada punto de la grilla y disponer de datos de microtextura con resolución espacial. En cada punto barrido, el patrón EBSD es grabado empleando la cámara CCD y transferido en tiempo real a una computadora donde un programa lo identifica (*indexa*), determinando así la fase y orientación cristalográfica en el punto, usualmente con una incertidumbre angular menor al ~1% (Engler y Randle, 2010). Posteriormente, los datos obtenidos pueden ser graficados como *mapas de orientaciones*, y procesarse para determinar los bordes de grano, bordes de bajo ángulo (celdas o subgranos), bordes de macla, subestructuras por acumulación de dislocaciones, gradientes de orientación, distribución de misorientaciones, entre otras herramientas útiles para el análisis de la microestructura.

En este caso se utilizó el mismo procedimiento de preparación de muestras que para el análisis metalográfico. Para la observación preliminar con electrones secundarios se emplearon las probetas atacadas con el reactivo de HNO_3 y H_2O_2 , de forma tal de lograr un mayor relieve de la fase intermetálica. Para el análisis con EBSD el ataque resultó irrelevante, ya que el tamaño pequeño de las partículas intermetálicas dificulta su indexación y, por lo tanto, éstas no fueron tenidas en cuenta en

dicho análisis. En las probetas correspondientes a cortes longitudinales o transversales de la chapa, los barridos fueron realizados a una distancia intermedia entre la superficie externa y el eje medio. Se utilizaron dos microscopios electrónicos de barrido, pertenecientes al Centro Científico-Tecnológico Rosario (CCT - CONICET/UNR) y al Centre de Mise en Forme des Materiaux (Cemef - MINES ParisTech, Francia), respectivamente. En la Tabla 3-1 se reportan los datos de ambos equipos junto con los parámetros adoptados para el análisis EBSD para cada caso. Si bien el tipo de grilla disponible en cada equipo es distinta, se adoptó un paso tal que permitiera resultados comparables (en el caso de la grilla hexagonal cabe aclarar que el paso reportado de 0,1 μm corresponde a la dirección horizontal del mapa; el paso vertical es de 0,087 μm). Los tamaños de los mapas barridos difieren, pero para el análisis cuantitativo de la microestructura se emplearon parámetros independientes del área. El posprocesamiento de los datos se llevó a cabo mediante MTEX, un programa de código abierto desarrollado sobre MATLAB® para el análisis y modelado de texturas a partir de figuras de polo o de datos EBSD (Hielscher y Schaeben, 2008; Bachmann et al., 2011). No se aplicaron algoritmos de limpieza ni de filtrado sobre los mapas de orientaciones obtenidos por EBSD.

Equipamiento	CCT Rosario	Cemef
FEG-SEM	FEI QUANTA 200	Zeiss Supra40
Detector EBSD	EDAX (TSL-OIM)	Bruker Quantax
Tensión de operación	20 keV	20 keV
Distancia de trabajo	15 mm	15,6 mm
Grilla	hexagonal	cuadrada
Paso	100 nm	94 nm
Tamaño del mapa	100,0×60,0 μm^2	122,8×84,6 μm^2
Nº de bandas para indexación	9-12	12

Tabla 3-1: Datos de los microscopios electrónicos de barrido (SEM) utilizados y los parámetros adoptados para el análisis EBSD.

En primer lugar, presentamos las micrográficas obtenidas mediante el barrido de electrones secundarios (SEM tradicional) y de electrones retrodispersados (SEM con detector BSE), las cuales permitieron revelar con mayor claridad la morfología y el tamaño de la fase intermetálica TiZn₁₆.²² La Figura 3-6 muestra zonas de la sección longitudinal de la chapa de 0,65 mm cercanas a las presentadas en la Figura 3-5. Las micrográficas (a) y (b) fueron tomadas cerca de la superficie externa de la chapa con dos magnificaciones; allí se puede apreciar la distribución de las partículas intermetálicas alineadas con la RD en algunas franjas, y más desordenada en otras. En la micrografía (c), obtenida

²² Todas las micrográficas de barrido fueron realizadas con el SEM del Cemef.

cerca del eje medio del espesor de la chapa, confirmamos la presencia de aglomeraciones más grandes de intermetálico debido a la segregación.

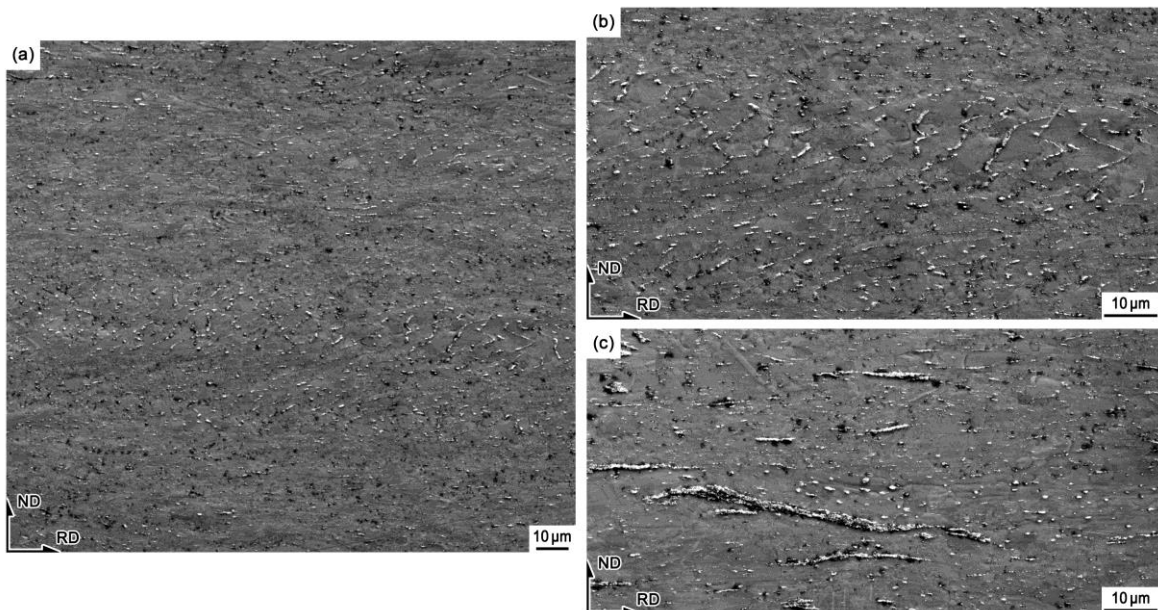


Figura 3-6: Micrografía SEM (electrones secundarios) de la chapa Zn-Cu-Ti 0,65 mostrando las partículas de $TiZn_{16}$; (a y b) zona cercana a la superficie externa; (c) y en el eje medio de la chapa.

En algunas zonas de las chapas de 0,65 mm analizadas, la concentración de intermetálico en el eje medio resultó aún más marcada, como puede verse en la Figura 3-7. Cabe aclarar que esta micrografía fue tomada de una probeta deformada por estirado biaxial, por lo que la distancia promedio entre las bandas de intermetálico es algo menor que en la chapa inicial. Por otra parte, la Figura 3-8 presenta una micrografía de electrones secundarios del plano RD-TD de la chapa, en dos magnificaciones. La morfología de la fase intermetálica queda más nítidamente revelada, tratándose de partículas de forma equiaxial y un tamaño submicrométrico. Evidentemente, las bandas oscuras que se observan en las micrografías ópticas consisten en la aglomeración de las partículas a lo largo de la RD, pero ensanchadas visualmente por el ataque intenso de la interfase entre ellas y la matriz de Zn. Otros detalles de las partículas se muestran en la Figura 3-9, en este caso en el plano RD-ND de la misma chapa de 0,65 mm. Es interesante destacar que este nivel de magnificación permite revelar parcialmente algunos bordes de grano, a pesar del poco efecto del reactivo sobre ellos. La micrografía (c) fue tomada en la misma región que la (b), pero empleando el barrido de los electrones retrodispersados (BSE), lo que otorga un mayor contraste entre las partículas y la matriz, y entre algunos de los granos, gracias al mayor contraste topográfico del cual es capaz esta técnica de barrido (Reed-Hill et al., 2009).

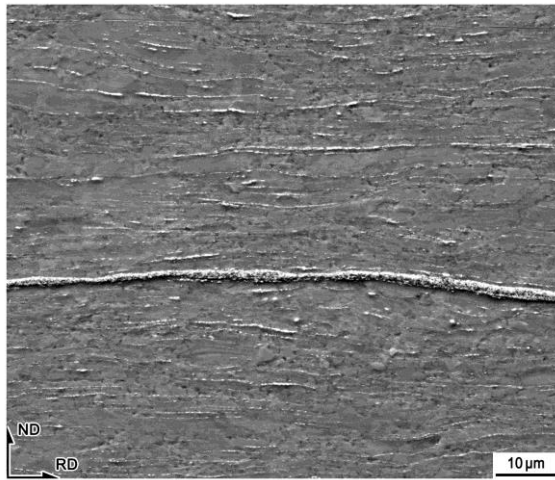


Figura 3-7: Otra región de la chapa de 0,65 (sección longitudinal) mostrando una mayor concentración de las partículas de $TiZn_{16}$ en el eje medio.

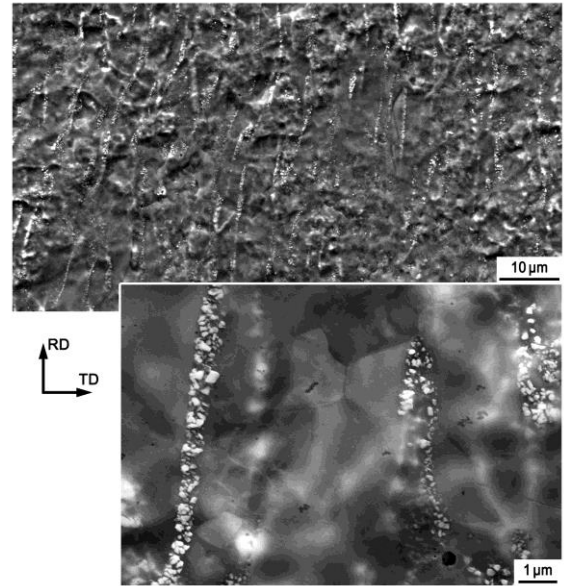


Figura 3-8: Micrografía SEM sobre el plano de la chapa de 0,65. El detalle de la derecha revela el tamaño de las partículas de $TiZn_{16}$.

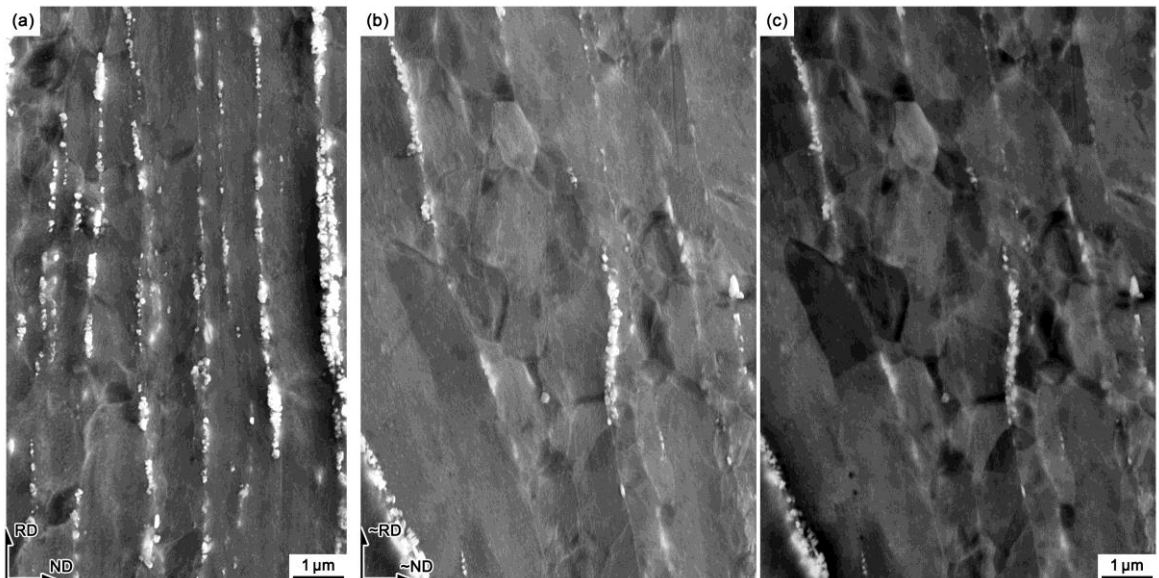


Figura 3-9: Micrografías de alta magnificación de las partículas $TiZn_{16}$ en la sección longitudinal, obtenidas mediante electrones secundarios (a y b) y electrones retrodispersados (c).

El aspecto equiaxiado de las partículas de la fase $TiZn_{16}$ se condice con una de las morfologías reportadas en la literatura para composiciones de Ti hipoeutécticas, diferente de la variante acicular, como se muestra en el trabajo de Boczkal y Mikulowski (2004). Estos autores indican que la forma equiaxial tiende a aumentar la capacidad de endurecimiento del deslizamiento basal en monocristales de Zn con precipitados de $TiZn_{16}$. No obstante, en el caso de las chapas comerciales, el efecto mecánico de la fase intermetálica es más complejo ya que se trata de materiales policristalinos y las partículas

tienden a localizarse mayoritariamente en los bordes de grano. Además, como se puede observar en las micrográficas de SEM, la distribución de partículas no es uniforme sino que consiste en agrupamientos a lo largo de los bordes de grano paralelos a la RD. Como se explicó en la sección 2.2, esta forma y distribución del intermetálico favorece el tamaño de grano fino de la matriz de Zn y su estabilidad, optimizando la resistencia mecánica y al *creep* de las chapas Zn-Cu-Ti. Schlosser et al. (2017) determinaron –mediante difracción de rayos X y refinamiento Rietveld– que la fase $TiZn_{16}$ en la presente chapa de espesor 0,65 mm tiene una fracción en peso de entre 1 y 2%.

La primera aproximación al análisis de la microestructura con EBSD la realizamos mediante la cuantificación de la calidad de los patrones de indexación. Los sistemas de EBSD proveen un indicador numérico de la calidad de indexación del patrón Kikuchi de cada orientación, basado en la cantidad de bandas detectadas y su ponderación con la cantidad de bandas empleadas en la totalidad del barrido. En algunos sistemas el parámetro es llamado *contraste de bandas* (BC); otros usan un indicador similar llamado *calidad de la imagen* (IQ).²³ Un valor relativamente bajo del parámetro BC indica una calidad de indexación pobre, lo que puede asociarse a la presencia de una distorsión importante en la red cristalina. De esta manera, asignando una escala de grises al rango de valores del BC, es posible revelar indirectamente la morfología granular y subgranular, ya que los colores más oscuros –que representan los valores de BC más bajos– tienden a delinear los bordes de grano de alto y bajo ángulo, como así también las distorsiones intragranulares relacionadas con la deformación plástica (Engler y Randle, 2010; Wright et al. , 2011). A su vez, como la calidad de la indexación depende de la propia orientación cristalográfica, granos distintos de una misma fase pueden adquirir tonalidades disímiles. En la Figura 3-10 presentamos los mapas BC de las dos chapas bajo estudio, tanto en una sección longitudinal (plano RD-ND) como transversal (TD-ND).²⁴ La forma y el tamaño de los granos de la matriz rica en Zn se revelan con nitidez. Ambos espesores de chapa presentan un tamaño de grano heterogéneo, con la coexistencia de granos relativamente grandes y otros pequeños de forma equiaxial. La mayor parte de los granos grandes exhiben una forma alargada en la dirección RD, y más uniforme en la TD. La diversidad de tamaños y la relación de aspecto alargada en RD son más notorias en la chapa de 0,65 mm. Como se comentó anteriormente, la fase $TiZn_{16}$ no fue incluida en el barrido EBSD, puesto que el tamaño pequeño de sus partículas y su estructura cristalina compleja dificultan su indexación. No obstante, su presencia puede inferirse por las bandas oscuras aproximadamente paralelas a la RD, ya que al tratarse de puntos no indexados sus valores de BC son nulos.

²³ En nuestro caso, el equipo FEI QUANTA 200 usa el parámetro IQ, pero por simplicidad nos referiremos en todos los casos al parámetro como “BC”.

²⁴ Por completitud, en la Figura 5-1 puede encontrarse un mapa del plano RD-TD de la chapa de 0,65 mm.

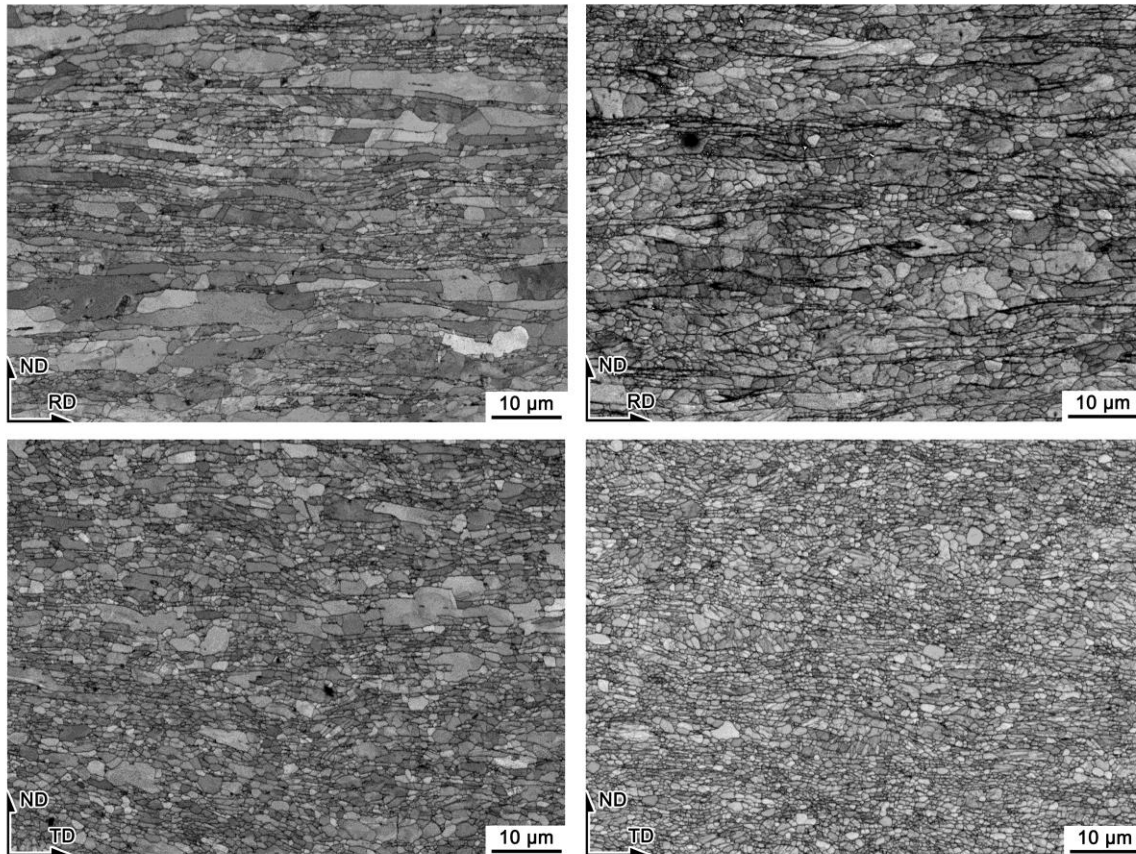


Figura 3-10: Mapas de contraste de bandas (BC) de las chapas Zn-Cu-Ti de 0,65 mm (izq.) y 0,80 mm (der.), en las secciones longitudinal (arriba) y transversal (abajo).

Mediante el posprocesamiento de los datos obtenidos por EBSD es posible derivar una gran cantidad de aspectos importantes de la microestructura y graficarlos de maneras diversas. En particular, al disponerse de la orientación de cada punto barrido, resultan de gran utilidad los mapas de figura de polos inversas (IPF), los cuales permiten visualizar la orientación en relación a una dada dirección de la muestra asignando un código de colores al triángulo estereográfico unitario de la estructura cristalina del material. Así, es posible visualizar para cada punto del mapa (o para los conjuntos de puntos que conforman un grano) la orientación de la red con respecto al sistema de referencia de la muestra. Por otra parte, a partir de la distribución espacial de las orientaciones se pueden reconstruir los bordes de grano adoptando un determinado umbral de misorientación (ω). En general, se define un borde de grano de ángulo elevado a partir de un valor de misorientación de entre 10° y 15° (Humphreys y Hatherly, 2004; Brewer et al., 2009). En nuestro caso adoptamos un valor de 12° ; mientras que para la identificación de bordes de bajo ángulo tomamos el rango de 2° - 12° .²⁵

La Figura 3-11 incluye los mapas de orientaciones de IPF con respecto a la dirección TD, a los que se les superpusieron los bordes de granos y subgranos calculados para el umbral de $\omega = 12^\circ$ (por

²⁵ Para designar a los bordes de bajo ángulo utilizamos indistintamente el acrónimo LABs (por *low-angle boundaries*) y los términos *sub-bordes* o *bordes de subgranos*. Para los bordes de alto ángulo usamos el acrónimo HABs (*high-angle boundaries*).

claridad, se seleccionó un fragmento de los mapas presentados arriba). Para la reconstrucción de los bordes se descartaron los puntos no indexados y se despreciaron los granos con menos de 10 píxeles. La gran proporción de tonos azules y verdes refleja la marcada textura del material, indicando una mayoría de granos con las direcciones $\langle hki0 \rangle$ alineadas con la TD. Agregando un mapa de IPF con la dirección de referencia ND (Figura 3-12) podemos completar la descripción global de la microestructura al identificar una gran cantidad de orientaciones con el plano basal (0001) relativamente paralelo al plano de la chapa. Esto puede confirmarse de manera más fehaciente mediante las mediciones de textura por difracción de rayos X (sección 3.1.3).

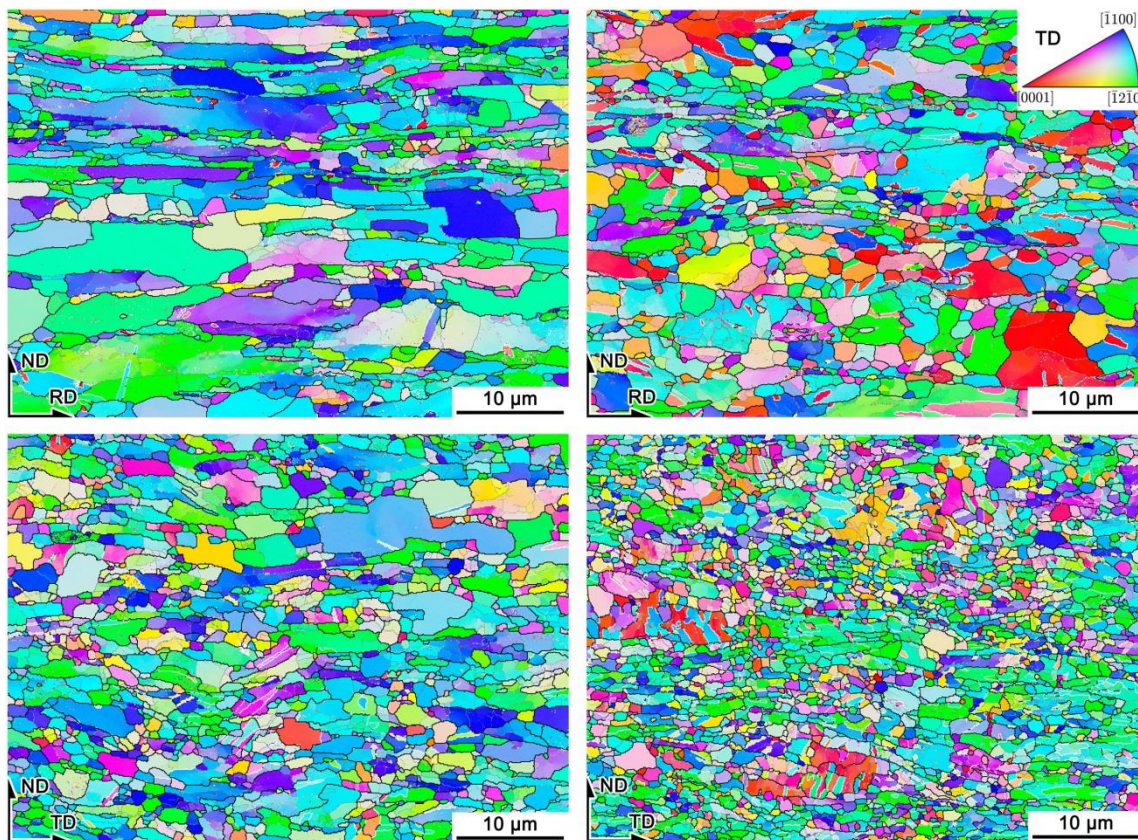


Figura 3-11: Bordes de grano graficados sobre los mapas de orientaciones correspondientes a la IPF en la dirección TD. Líneas negras: HABs ($\omega > 12^\circ$); líneas grises: LABs ($2^\circ < \omega \leq 12^\circ$); líneas blancas: bordes de maclas $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$.

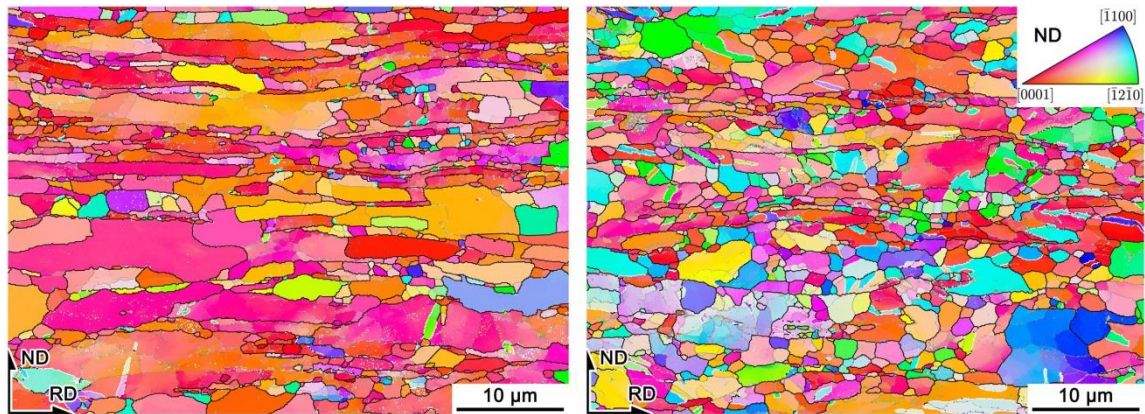


Figura 3-12: Mapas de orientaciones correspondientes a la IPF en la dirección ND. Líneas negras: HABs ($\omega > 12^\circ$); líneas grises: LABs ($2^\circ < \omega \leq 12^\circ$); líneas blancas: bordes de maclas $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$.

Los bordes de grano reconstruidos confirman la descripción preliminar de los mapas de BC respecto de la morfología elongada y la distribución de tamaños relativamente bimodal (granos grandes coexistiendo con granos pequeños). En la Figura 3-13 se grafican los histogramas de la distribución de tamaños de grano para cada chapa, empleando la reconstrucción de HABs de los mapas RD-ND. El criterio del diámetro equivalente (Flipon et al., 2021) se calcula considerando el diámetro de un círculo con el área igual a la del polígono de cada grano reconstruido (este enfoque basado en área permite capturar el efecto de forma cuando los granos no son equiaxiales). El tamaño de grano promedio en las chapas de 0,65 y 0,80 mm es 1,5 μm y 1,4 μm , respectivamente, pero la dispersión es grande, sobre todo para la chapa más fina que exhibe granos de hasta $\sim 12 \mu\text{m}$. Esta diferencia no resulta aparente de manera directa en los mapas, ya que el mayor tamaño de los granos de la chapa de 0,65 mm se correlaciona con su mayor relación de aspecto. A propósito de la relación de aspecto, MTEX permite aproximar cada grano como una elipse y calcular la orientación y dimensión de sus ejes principales. Empleando los mapas longitudinales y transversales, y asumiendo que los ejes de las elipses están alineados con las direcciones principales de ortotropía (RD:TD:ND), tenemos que la chapa de 0,65 mm posee una relación de aspecto media de 2,4:1,4:1; mientras que la correspondiente a la chapa de 0,80 es de 2:1,7:1 (es decir que la chapa más delgada posee una relación de aspecto en la dirección RD 46% mayor).

Aunque la mayor superficie relativa del mapa es cubierta por granos pequeños, ambas chapas presentan una cantidad apreciable de granos significativamente mayores ($> 5 \mu\text{m}$). Dichos granos grandes exhiben en su interior gradientes de orientación y sub-bordes (LABs), sugiriendo la preexistencia de un proceso parcial de fragmentación que se estudiará con más detalle en el Capítulo 5. La proporción de LABs y HABs puede cuantificarse con mayor rigor estadístico graficando las distribuciones de ángulos de misorientación para todos los bordes del mapa, como se muestra en la Figura 3-14. En ambos casos se observa una distribución relativamente pareja de bordes en todo el rango de misorientación, pero esto no debe confundirse con una distribución aleatoria de orientaciones, ya que un material HCP no texturado presentaría una distribución como la de la curva

mostrada en línea de trazos (Morawiec, 1995). Ambas microestructuras exhiben una cantidad importante de LABs ($2^\circ < \omega \leq 12^\circ$), confirmando la presencia de subgranos dentro de los granos grandes. La diferencia más notoria entre ambos materiales es el pico de frecuencia que aparece cerca de los 90° en la chapa de 0,80 mm. Esto se asocia a la presencia de bordes de macla, cuyo método de identificación se explica a continuación.

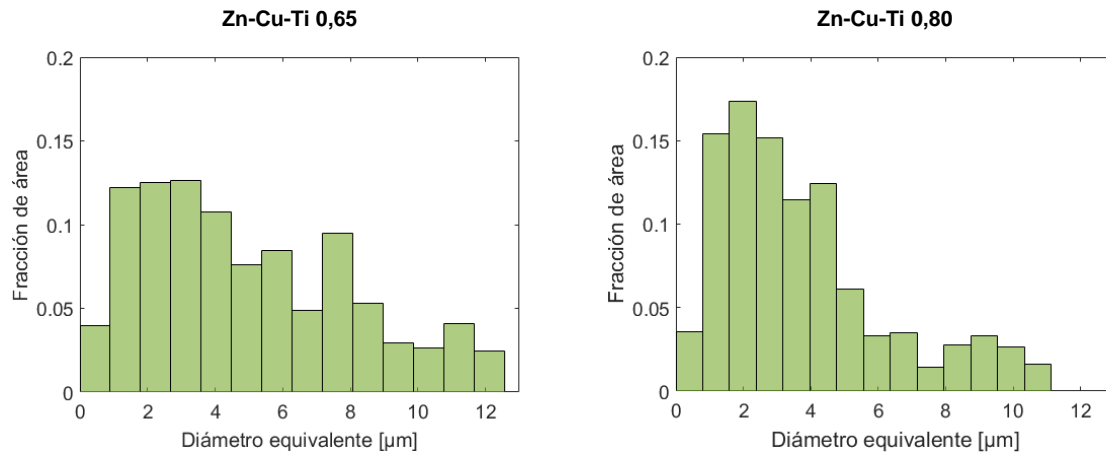


Figura 3-13: Distribución de tamaños de grano en relación a la superficie de los mapas. Sólo se consideran los bordes de alto ángulo ($\omega > 12^\circ$). Izq.: chapa Zn-Cu-Ti 0,65 mm; der.: chapa 0,80 mm.

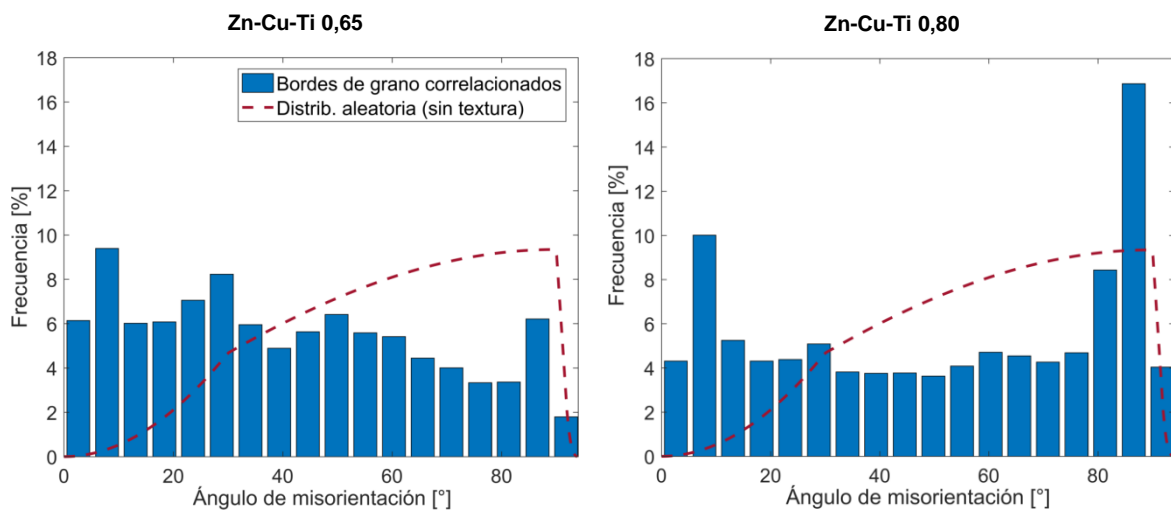


Figura 3-14: Distribución de ángulos de bordes de grano y subgranos ($\omega > 2^\circ$). Izq.: chapa 0,65 mm; der.: chapa 0,80 mm. Se incluye la distribución aleatoria de referencia.

Los bordes de macla pueden detectarse en el mapeo de orientaciones considerando los ejes y ángulos de misorientación característicos de cada sistema de maclado. En el caso del Zn, el sistema predominante es el $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}\bar{1}\rangle$ (maclado de compresión, sección 2.3), el cual se caracteriza por una rotación de $86,03^\circ$ sobre el eje $\langle 11\bar{2}0\rangle$. Con esta información, y considerando una tolerancia de $\pm 5^\circ$, se detectaron los bordes de macla indicados en blanco en la Figura 3-11. La densidad de bordes de macla

para cada espesor de chapa se reporta en la Tabla 3-2; este valor es calculado dividiendo la longitud total de los bordes por el área superficial del mapa. En la Tabla, además, se incluyen las densidades correspondientes a los bordes de grano (HABs) y de subgranos (LABs). La chapa de 0,80 presenta una densidad de bordes de macla significativamente mayor, consistente con el pico de misorientación en 86° en la distribución angular de la Figura 3-14. Esta diferencia podría explicarse por variaciones en la composición química entre ambos materiales, ya que –como observan Faur y Cosmeleață (2006)– un aumento leve de composición en esta aleación (particularmente de Ti) tiende a disminuir la actividad del maclado mecánico. No obstante, la diferencia de reducción en el proceso de laminado también podría influir en el desarrollo disímil de la microestructura. En efecto, la mayor densidad (y proporción) de LABs en la chapa más fina en detrimento de las HABs es compatible con una fragmentación más desarrollada debida a la reducción por laminado más severa.

		Chapa 0,65 mm		Chapa 0,80 mm	
		Densidad de bordes [$\mu\text{m}/\mu\text{m}^2$]	Fracción de la dens. total [%]*	Densidad de bordes [$\mu\text{m}/\mu\text{m}^2$]	Fracción de la dens. total [%]*
LABs ($2^\circ < \omega \leq 12^\circ$)		0,329	19,9	0,313	17,6
HABs ($\omega > 12^\circ$)	Total:	1,320	80,1	1,460	82,4
	Maclas:	0,079	5,9	0,244	16,7

Tabla 3-2: Cuantificación de sub-bordes (LABs) y bordes de grano y de maclas (HABs).

*La fracción de bordes de maclas refiere al total de HABs.

3.1.3. Textura cristalográfica por difracción de rayos X

Las mediciones de textura se llevaron a cabo mediante la técnica de difracción de rayos X (XRD) en geometría de reflexión, empleando un equipo Philips X'Pert Pro-MPD con radiación $\text{CuK}\alpha$. El difractómetro está equipado con lente de rayos X, placas paralelas y un goniómetro para texturas (cuna de Euler). Las muestras para difracción se seleccionaron de forma tal de realizar la medición sobre el plano RD-TD de la chapa con suficiente estadística. Las probetas fueron lijadas y pulidas con la misma metodología empleada para microscopía, hasta alcanzar aproximadamente una profundidad de la cuarta parte del espesor total de cada chapa.

En primer lugar, se midieron diagramas de difracción en el rango $30^\circ < 2\theta < 80^\circ$ usando un paso angular de $0,02^\circ$ y un tiempo de medición por paso de 1s. En la Figura 3-15 se muestra el difractograma de la chapa de espesor 0,80 mm, donde se destacan claramente los picos de difracción correspondientes a los planos cristalinos indicados. El primer pico detectado corresponde al plano (0002), el cual, a pesar de su menor multiplicidad respecto de los planos prismáticos de 1^{er}, 2^o y 3^{er} orden ($\{10\bar{1}0\}$, $\{10\bar{1}1\}$ y $\{10\bar{1}2\}$), exhibe una intensidad muy marcada debido a la textura fuerte del material (Schlosser et al., 2017). La intensidad levemente superior a la medición de fondo que puede encontrarse entre los picos $\{10\bar{1}0\}$ y $\{10\bar{1}1\}$ se debe a la difracción de la fase intermetálica TiZn_{16} . En el

trabajo de Schlosser et al. (2017) puede consultarse el método de identificación del intermetálico mediante refinamiento Rietveld. También en dicho artículo, para el cual se utilizó la chapa Zn-Cu-Ti de 0,65 mm, puede verse que el difractograma de la misma es prácticamente análogo al reportado aquí para la de 0,80 mm. La medición de las figuras de polo (PF) se realizó en valores de 2θ de 36,37°, 39,00°, 43,26° y 54,39° correspondientes a los cuatro primeros picos de difracción. Cada PF se midió variando el ángulo polar ψ de 0° a 85° con pasos de 5°, y rotando la probeta en cada paso de ψ una vuelta completa alrededor de la ND (ángulo azimutal $\varphi = 0^\circ\text{--}360^\circ$) de a 5° por paso. Se adoptó un tamaño del haz de 3×3 mm y un tiempo de recolección por paso de 2 s, haciendo oscilar la probeta una distancia de ± 5 mm para aumentar la estadística de muestreo. Cabe destacar que, para minimizar ambigüedades en la determinación de la función de distribución de orientaciones (ODF), se midió una PF para el plano $\{11\bar{2}2\}$ ²⁶ a 82,15°, pero no hubo diferencias apreciables en el resultado. A las PFs incompletas se les aplicaron correcciones de fondo y desenfoco (Engler y Randle, 2010). Para determinar la ODF y luego recalcular las PFs se empleó el programa MTEX (Hielscher y Schaeben, 2008; Bachman et al., 2010), asumiendo la estructura cristalina hexagonal $6/mmm$ y no imponiendo simetría de muestra. Se adoptó para el cálculo la función núcleo de la Vallée Poussin con un ancho medio de 5°.²⁷ Para el sistema de referencia cristalino asociado a la estructura HCP se usó la convención: $x \parallel a_1^* \equiv [10\bar{1}0]$, $y \parallel a_1 \equiv [\bar{1}2\bar{1}0]$ y $z \parallel c \equiv [0001]$. La ODF en metales hexagonales puede representarse, según la simetría exhibida por la muestra, mediante secciones de $\varphi_1 = c\text{cte.}$ o de $\varphi_2 = c\text{cte.}$ (Engler y Randle, 2010; Wang y Huang, 2003). En este trabajo se optó por las secciones de φ_1 , ya utilizadas en otros trabajos de aleaciones de Zn laminadas (Philippe et al., 1994; Zhang et al., 2004).²⁸

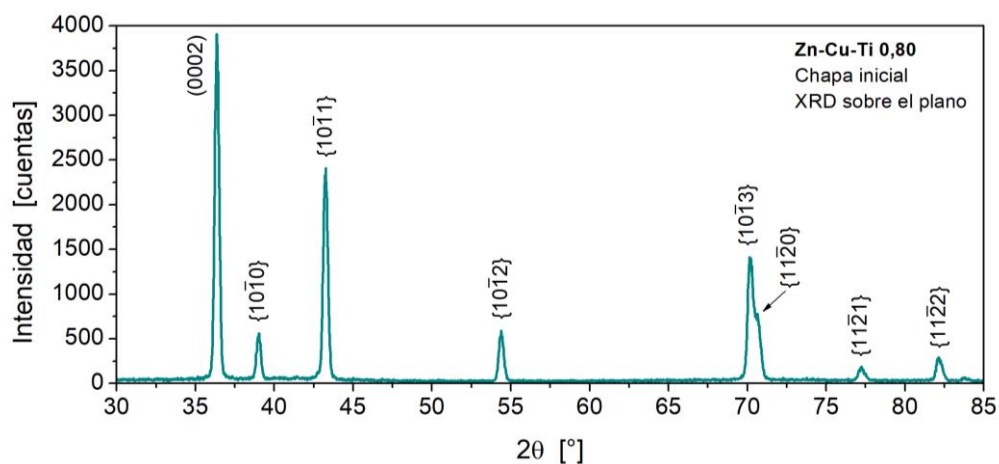


Figura 3-15: Difractograma de la chapa Zn-Cu-Ti de espesor 0,80 mm. Se indican los índices de Miller correspondientes a los picos de difracción del Zn.

²⁶ Los planos $\{10\bar{1}3\}$ y $\{11\bar{2}0\}$ no se utilizaron por tener sus picos de difracción solapados; mientras que el polo $\{11\bar{2}1\}$ presenta una intensidad muy baja.

²⁷ El núcleo de la Vallée Poussin es el usado por defecto en MTEX. El ancho medio de 5° surge de equiparar dicho valor con la resolución angular de las PFs experimentales, lo que también es una recomendación del programa dadas las características del algoritmo de resolución de la inversión de la ODF (Hielscher y Schaeben, 2008).

²⁸ Una alternativa es la de las secciones de $\varphi_2 = 0^\circ$ y 30° , con $\varphi_1 = 0^\circ\text{--}90^\circ$ y $\Phi = 0^\circ\text{--}90^\circ$ (Schlosser et al., 2017).

En la Figura 3-16 se presentan las figuras de polos recalculadas de la chapa de 0,65 mm para los planos de difracción (0001) , $\{10\bar{1}0\}$ y $\{11\bar{2}0\}$. La característica más notable de la textura es la importante cantidad de polos basales $[0001]$ contenidos en el plano RD-ND, con máximos de intensidad a $\sim\pm 21^\circ$ de la dirección ND (la estimación de este ángulo se efectuó calculando la orientación de los máximos de la ODF). Esta es la textura de laminado típica de metales HCP con $c/a > 1,63$ (sección 2.4); PFs similares han sido reportadas para chapas de Zn puro o de baja aleación en ciertos rangos de reducción por laminado (por ejemplo: Naziri y Pearce, 1969b; Rogers y Roberts, 1968; Philippe et al., 1994). La distribución de polos prismáticos de 1^{er} y 2^o orden ($\langle 10\bar{1}0 \rangle$ y $\langle 11\bar{2}0 \rangle$) es relativamente uniforme alrededor de la dirección ND, con una concentración levemente mayor de $\langle 10\bar{1}0 \rangle \parallel$ TD. Por otra parte, pueden detectarse algunas componentes menores en la periferia de la PF basal indicando ejes $[0001]$ alineados con la RD y la TD (en el caso de la TD, con una dispersión $\pm 45^\circ$ alrededor de la ND).

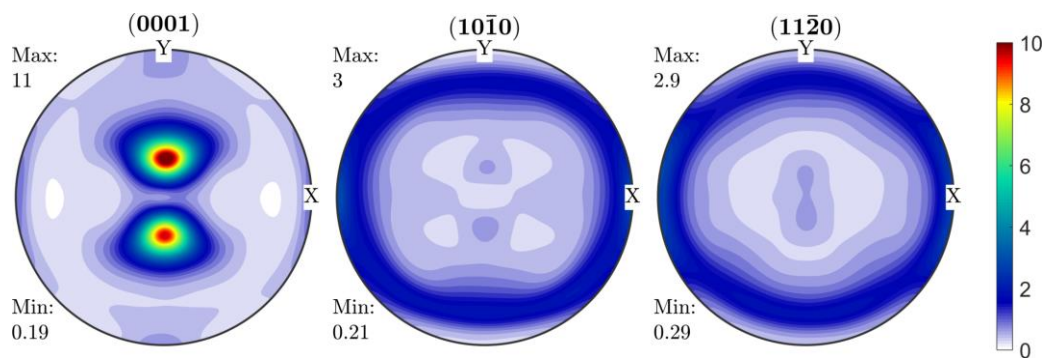


Figura 3-16: Figuras de polos experimentales de la chapa Zn-Cu-Ti de 0,65 mm de espesor, recalculadas a partir de la ODF. Los ejes X e Y se corresponden con las direcciones TD y RD de la chapa (Z \parallel ND y normal al plano del papel).

En la Figura 3-17 se presentan las secciones de ODF correspondientes a la chapa de 0,65 mm, para valores de $\varphi_1 = 0^\circ - 330^\circ$ cada 30° . La fibra basal se refleja en la ODF por la banda de intensidad homogénea a lo largo de φ_2 en las secciones de $\varphi_1 = 0^\circ$ y 180° y para $\Phi \sim 21^\circ$. Partiendo de $\varphi_1 = 0^\circ$, la fibra se va difuminando en las secciones de φ_1 creciente hasta volver a intensificarse para $\varphi_1 \sim 150^\circ$ y recuperar la intensidad máxima en $\varphi_1 = 180^\circ$, reflejando la simetría ortotrópica de la chapa. Por otro lado, en $\varphi_1 = 0^\circ$ (y 180°) y $\Phi = 90^\circ$ se observan dos componentes menores para valores de $\varphi_2 = 0^\circ$ y 60° , correspondientes a orientaciones con polos basales alineados con la RD y polos $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ paralelos a la ND. La sección $\varphi_1 = 90^\circ$ en $\Phi = 90^\circ$ (que se repite en $\varphi_1 = 270^\circ$) revela la porción minoritaria de polos basales apuntando hacia TD, con dos máximos locales en $\varphi_2 \sim 12^\circ$ y 48° . Ambas componentes de planos (0001) normales al plano de la chapa son compatibles con las orientaciones $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ cercanas a la ND en la tercera PF (no obstante, su intensidad es muy leve).

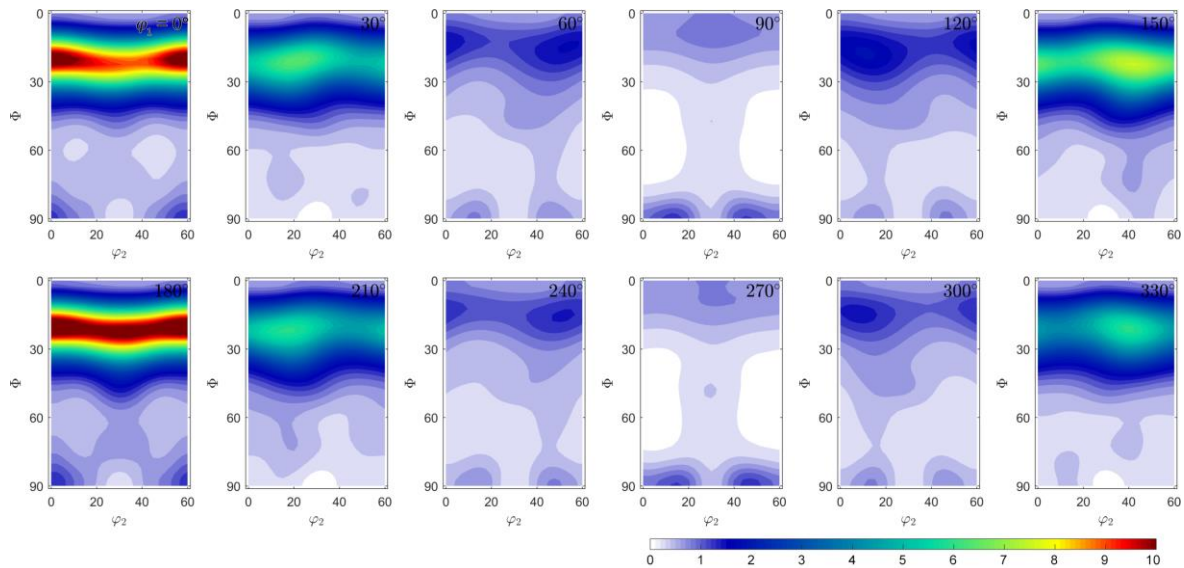


Figura 3-17: Función distribución de orientaciones (ODF) para la chapa Zn-Cu-Ti 0,65, representada por secciones de φ_1 cada 30° .

Finalmente, para completar las formas usuales de representación de la textura, presentamos las figuras de polos inversas (IPFs) en la Figura 3-18. La componente principal se visualiza en la IPF de la dirección ND, con la gran concentración de polos basales inclinados $\pm 21^\circ$ de la ND. La corona que aparece en la periferia de la IPF-TD completa la visualización de la fibra al mostrar que los cristales de la componente mencionada tienen sus ejes $\langle hki0 \rangle$ paralelos a la TD (la leve diferencia de color confirma que una pequeña mayoría de estos cristales presentan la $(10\bar{1}0) \parallel TD$). Por último, las componentes menores de polos basales alineados con la TD y la RD quedan reveladas por los máximos locales de intensidad de las IPFs respectivas en el vértice $[0001]$.

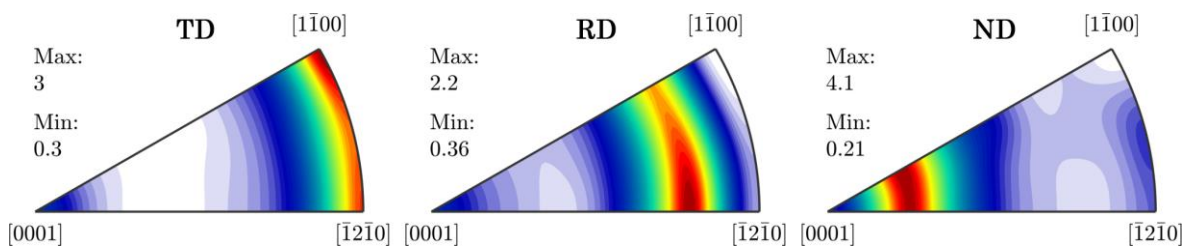


Figura 3-18: Figuras de polos inversas (IPF) para la chapa Zn-Cu-Ti de 0,65 con respecto a las direcciones de muestra TD, RD y ND. Escala de colores única para cada IPF en el rango de intensidades indicado.

La textura cristalográfica de la chapa de espesor 0,80 mm se presenta a continuación. Las PFs (Figura 3-19) son muy similares a las de la chapa de 0,65, con una intensidad levemente menor y una ubicación de la componente principal ligeramente distinta, ya que el máximo de polos basales está a $\pm 22^\circ$ de la ND (es decir, con sólo 1° más de inclinación hacia la RD). La diferencia más notable entre las chapas es que, en este caso, la mayor cantidad de polos basales paralelos al plano de la chapa se

encuentran alineados con la RD. Esto puede confirmarse observando las secciones $\varphi_1=0^\circ$ y 180° de la ODF para $\Phi=90^\circ$ (Figura 3-20) y el vértice de la IPF-RD (Figura 3-21). Asimismo, la sección $\varphi_1=90^\circ$ (y 270°) confirma la casi nula fracción de polos $[0001]$ alineados con la TD. Por otra parte, la distribución de direcciones $\langle hki0 \rangle$ también aquí es bastante uniforme alrededor de la componente principal, pero en la IPF-TD puede deducirse que hay una mayor proporción de polos $\langle 11\bar{2}0 \rangle \parallel$ TD. Con respecto a los cristales cuyos polos basales se encuentran alineados con la RD, sus direcciones $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ aparecen relativamente paralelas a la ND, pero con una leve dispersión hacia TD (véase la tercera PF y la sección de la ODF $\varphi_1=0^\circ$ en $\Phi=90^\circ$, como así también el vértice $[\bar{1}2\bar{1}0]$ en la IPF-ND).

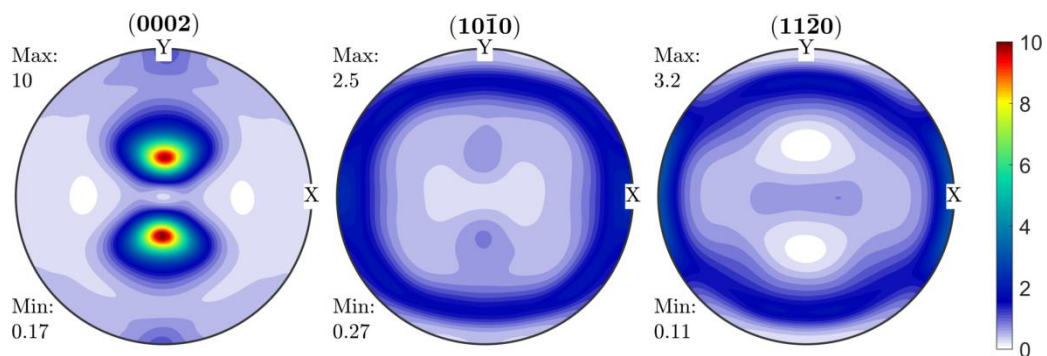


Figura 3-19: Figuras de polos experimentales de la chapa Zn-Cu-Ti de 0,80 mm, recalculadas a partir de la ODF. Los ejes X e Y se corresponden con las direcciones TD y RD de la chapa (Z \parallel ND y normal al plano del papel).

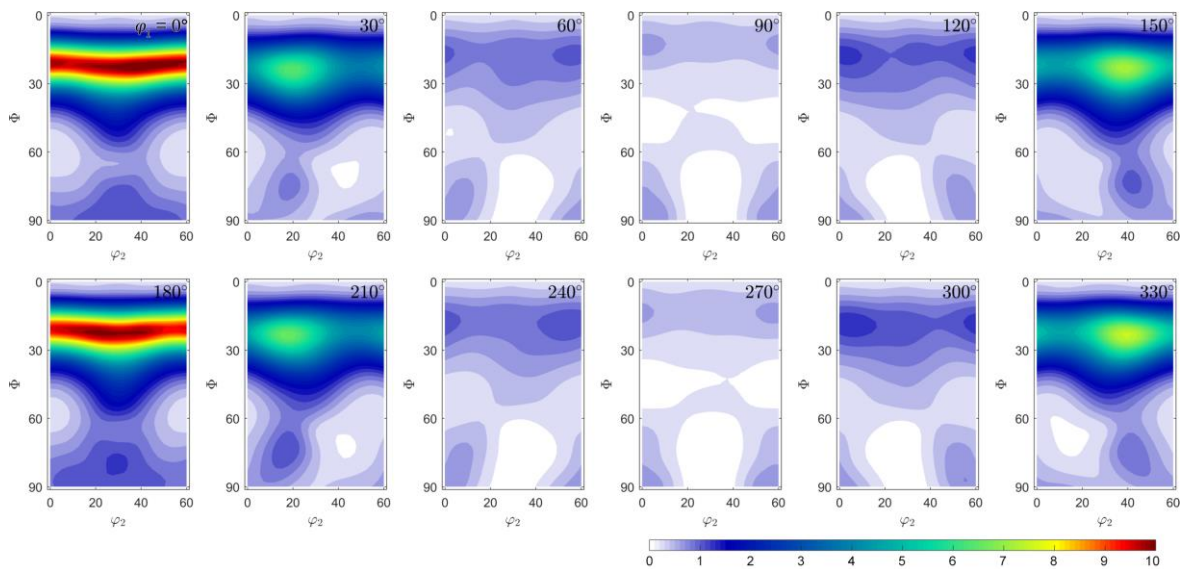


Figura 3-20: Función distribución de orientaciones (ODF) para la chapa Zn-Cu-Ti 0,80, representada por secciones de φ_1 cada 30° .

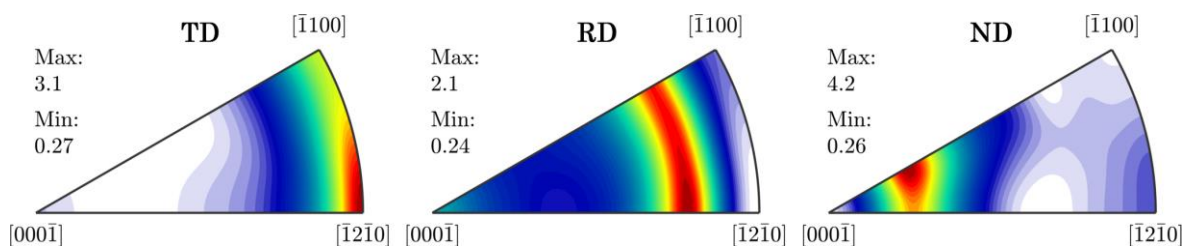


Figura 3-21: Figuras de polos inversas (IPF) para la chapa Zn-Cu-Ti de 0,80 con respecto a las direcciones de muestra TD, RD y ND. Escala de colores única para cada IPF en el rango de intensidades indicado.

Resumiendo, las texturas cristalográficas de los materiales bajo estudio presentan características típicas del Zn laminado en frío, excepto por una dispersión mayor de las direcciones $\langle hki0 \rangle$ alrededor de la componente basal principal, ya que en trabajos previos se ha reportado una tendencia más fuerte de los polos prismáticos $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ a alinearse con la TD (Roger y Roberts, 1969; Philippe et al., 1994). Con respecto a los cristales con el eje $[0001] \parallel$ RD, esta componente suele explicarse por la actividad de maclado durante la laminación sin recristalización (Philippe et al., 1994). En efecto, al comparar las texturas de las dos chapas analizadas y considerar los mapas de EBSD, la presencia de bordes de macla en la microestructura de la chapa 0,80 es sensiblemente mayor que en la de 0,65 mm, lo cual se condice con la menor proporción de polos basales alineados a la RD de esta última. Cabe aclarar que, con el fin de verificar la presencia de la componente menor $[0001] \parallel$ RD en la chapa de 0,80 mm, se realizó una medición de textura por XRD en una muestra preparada de forma tal de aplicar el barrido sobre la sección transversal del material (plano RD-ND), logrando así que dicha componente aparezca para un ángulo polar próximo a 0° . El resultado obtenido confirmó los hallados previamente; por lo que puede concluirse, además, que la técnica de cálculo de la ODF mediante las PFs experimentales y las correcciones correspondientes es efectiva.

Por último, dado que resulta de interés disponer de la descripción de la textura mediante datos de EBSD, en la Figura 3-22 se muestran las PFs recalculadas a partir de las orientaciones discretas medidas para la chapa de 0,65 mm. Para aumentar la estadística se utilizó la información combinada de los mapas de EBSD tomados sobre los planos RD-ND (Figura 3-12, izq.) y RD-TD (Figura 5-1). En este caso, para la función núcleo de MTEX se usó un ancho medio de 10° .²⁹ La representación de textura así obtenida es muy similar a la textura macro medida con XRD (Figura 3-16), lo cual es interesante debido a la deficiencia estadística que implica el análisis de un volumen de material marcadamente menor en el caso del EBSD (Engler y Randle, 2010). La diferencia principal entre ambos conjuntos de PFs está dada por la intensidad de la componente basal (el máximo de la PF de EBSD es $\sim 18\%$ menor) y su desviación angular (en este caso los cristales tienen el polo $[0001]$ a $\pm 23^\circ$ de la ND,

²⁹ Se probaron distintos valores del ancho medio (entre 1° y 20°) y se calculó el error entre la ODF obtenida por XRD y las recalculadas desde las orientaciones discretas de EBSD con ancho medio variable. El error se minimiza para el ancho medio de 10° , obteniendo PFs "ruidosas" para los valores más bajos y demasiado suavizadas para los mayores. No obstante, la semejanza cualitativa entre las ODF calculadas por EBSD usando valores de ancho medio de entre 5° y 12° con respecto a la ODF de XRD permite concluir que la estadística de la muestra es suficiente, y que el ajuste adoptado por ancho medio de 10° solo cumple la función de representar gráficamente las PFs de EBSD de manera óptima.

es decir $\sim 2^\circ$ más inclinado hacia la RD). Además, aquí prácticamente no se aprecian orientaciones con el eje c paralelo al plano de la chapa, lo cual es compatible con la escasa densidad de maclas halladas en los mapas de EBSD de este material. No obstante, tal como se describió antes, la intensidad de dichas orientaciones en las texturas medidas por XRD es muy baja. Por otra parte, la cantidad de granos abarcados por los mapas combinados es superior a 4000 (8500 si además consideramos los subgranos), cantidad considerada más que suficiente para capturar con fidelidad una textura relativamente intensa como la de nuestro material (Engler y Randle, 2010). En conclusión, la técnica de medición de la textura cristalográfica mediante EBSD, para el material bajo estudio y los tamaños de mapa adoptados, arroja resultados equivalentes a los obtenidos por XRD, lo cual resulta útil para la cuantificación de textura en probetas de tamaño reducido (cf. sección 5.2)³⁰.

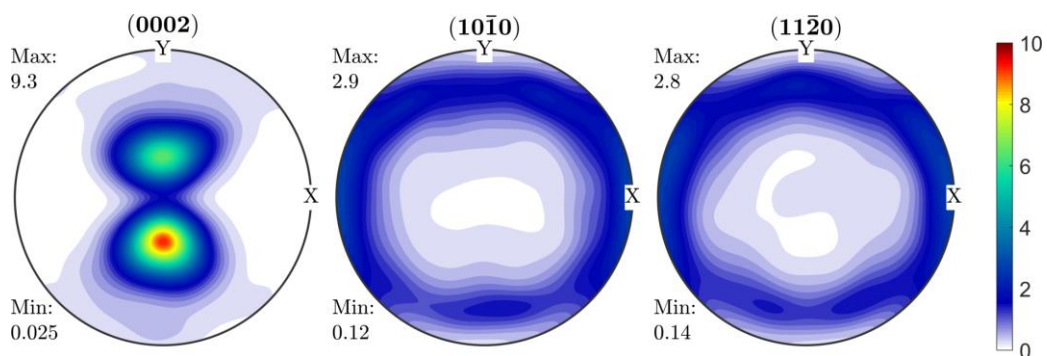


Figura 3-22: Figuras de polos de la chapa Zn-Cu-Ti 0,65 obtenidas a partir del mapeo de EBSD. Los ejes X e Y se corresponden con las direcciones TD y RD de la chapa (Z \parallel ND y normal al plano del papel).

3.2. Caracterización mecánica

Se realizaron ensayos de tracción uniaxial (UAT) a temperatura ambiente ($\sim 21 \pm 2$ °C) y velocidad de deformación constante mediante un equipo de ensayo universal Instron 3382 (100 kN de carga máxima). El tamaño y geometría de las probetas se adoptó de acuerdo a la norma ISO 6892-1 (ISO, 2016), aunque para algunos ensayos específicos se emplearon también la probeta reducida (*subsize*) de la norma ASTM E 8M (ASTM, 2004) y otras geometrías no estándar (Figura 3-23). La velocidad de deformación ingenieril se fijó manteniendo un valor constante del desplazamiento del barril. Los valores de fuerza se midieron mediante la celda de carga del equipo Instron, adquiridos por el software BlueHill cada 0,1 s.

³⁰ Los mapas de material deformado que se analizarán en dicha sección incluyen una cantidad de granos cercana o superior a la de los mapas combinados de la chapa inicial aquí presentados.

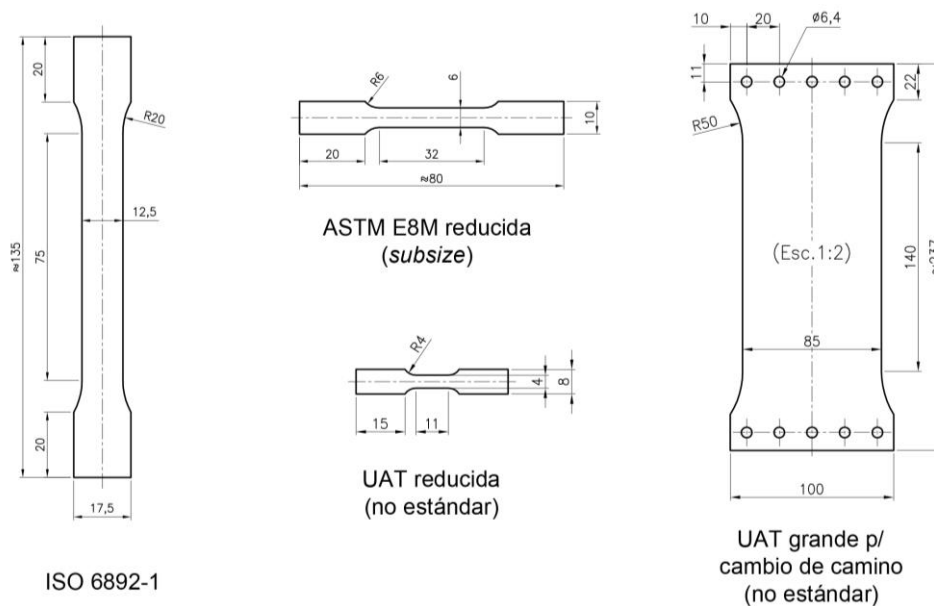


Figura 3-23: Probetas utilizadas para los ensayos de tracción uniaxial (UAT). La escala de la probeta grande (derecha) corresponde a la mitad de la escala de las demás.

La medición de la deformación se efectuó mediante la técnica de correlación de imágenes digitales (DIC) (Sutton et al., 2009). Esta técnica es un método óptico de campo completo, el cual consiste en tomar una secuencia de imágenes fotográficas de la probeta desde su estado inicial –el estado de referencia– hasta su falla –el estado deformado–. El algoritmo DIC calcula el campo de desplazamientos de la zona deformada de la probeta, a partir del cual se determina el campo de deformaciones. Antes del ensayo, se aplica sobre la superficie de la muestra una capa de pintura blanca flexible, seguido de la aplicación de una dispersión aleatoria de manchas negras (patrón de *speckle*). El uso de manchas negras sobre un fondo uniformemente blanco otorga el mayor contraste posible. El programa DIC divide la región de referencia a analizar en subregiones, llamadas *subsets*, y el algoritmo de correlación busca los *subsets* de la imagen de referencia en las imágenes deformadas, determinando así el campo de desplazamientos de cada *subset*. A continuación, mediante diferenciación numérica, el programa calcula el campo de deformaciones, usando alguna de las definiciones de deformación tensorial disponibles (ingenieril, verdadera, euleriana, etc.). Existe una técnica DIC bidimensional (2D) y otra tridimensional (3D), dependiendo de las dimensiones del campo de desplazamientos que se requiere evaluar. Para ensayos en los que la superficie de la probeta permanece plana –como en los ensayos UAT– el método 2D es suficiente, y una única imagen del estado deformado alcanza para conocer los desplazamientos y deformaciones. En cambio, los ensayos que implican un desplazamiento de la chapa fuera del plano –por ejemplo, acopado hidráulico o estirado por punzón– requieren dos imágenes para cada estado deformado y un algoritmo DIC 3D. Para los ensayos UAT del presente capítulo, la deformación instantánea se midió en todos los casos con DIC 2D, tomando una fotografía por segundo mediante una cámara Nikon D3300 (24,2 Mpx) con lente AF-S DX Nikkor 18-55mm (para las probetas pequeñas de la Figura 3-23 se empleó la lente Micro-Nikkor 85mm f/3.5G). El procesamiento de las imágenes se realizó por medio del programa de código abierto Ncorr v1.2

(Blaber et al., 2015). La calibración del método DIC se hizo comparando con los valores de deformación medidos con extensómetro (Instron 2630-106) en el rango de bajas deformaciones, abarcando el período elástico y parte del período de plasticidad uniforme.

3.2.1. Curvas tensión-deformación uniaxiales

Los ensayos UAT para las chapas de ambos espesores se realizaron aplicando la carga en distintas direcciones respecto de la de laminación (ángulos $\theta = 0^\circ, 45^\circ$ y 90° ; correspondientes a RD, DD y TD, respectivamente). Las velocidades de deformación ingenieril adoptadas fueron de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ para la chapa de 0,65 mm y $8,4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ para la de 0,80 mm, las cuales se corresponden con una velocidad del barral constante de 2,25 y 3,80 mm/min, respectivamente, empleando la probeta ISO 6892-1.³¹ La diferencia entre ambas velocidades no invalida completamente la comparación entre ambos materiales ya que se conserva el mismo orden de magnitud (cf. sección 3.2.2). El resto de las condiciones de ensayo coincide con las detalladas previamente. En la Figura 3-24 se presentan las curvas de tensión-deformación ingenieriles y verdaderas, para los espesores de 0,65 y 0,80 mm. Para la construcción de las curvas se toman los datos de carga del equipo Instron y la deformación verdadera (ε) medida por DIC, promediando el campo de deformación principal longitudinal sobre la región calibrada de la probeta. La tensión ingenieril (S) se calcula dividiendo la carga por la sección transversal inicial de la probeta, mientras que la deformación ingenieril (e) y la tensión verdadera (σ) se determinan a partir de la deformación verdadera mediante las siguientes expresiones:

$$e = \exp(\varepsilon) - 1, \quad (3-1)$$

$$\sigma = S \cdot \exp(\varepsilon). \quad (3-2)$$

Cabe aclarar que estas expresiones son estrictamente válidas sólo mientras la deformación se mantiene uniforme en todo el volumen de la probeta (Marciniak et al., 2002). Como se explicará en la subsección 3.2.1.2, para este material podemos considerar que las curvas de fluencia así determinadas son razonablemente válidas hasta el máximo de la tensión verdadera (σ_u), a pesar de la baja deformación para la cual se alcanza la tensión ingenieril máxima (es decir, la resistencia a la tracción S_u , o UTS según sus siglas en inglés).

En la Figura 3-24 se muestran tres réplicas de cada ensayo UAT, de modo tal de reflejar la variabilidad estadística de la respuesta mecánica del material. En la Tabla 3-3 se presentan valores promedio de los parámetros mecánicos de interés tecnológico derivados de las curvas de fluencia. (El método empleado para evaluar la tensión de fluencia será discutido en la sección siguiente.)

³¹ La velocidad de deformación ingenieril o convencional resulta de dividir la velocidad de desplazamiento del barral por la longitud calibrada inicial de la probeta: $\dot{e} = v/L_0$ (Dieter, 1962).

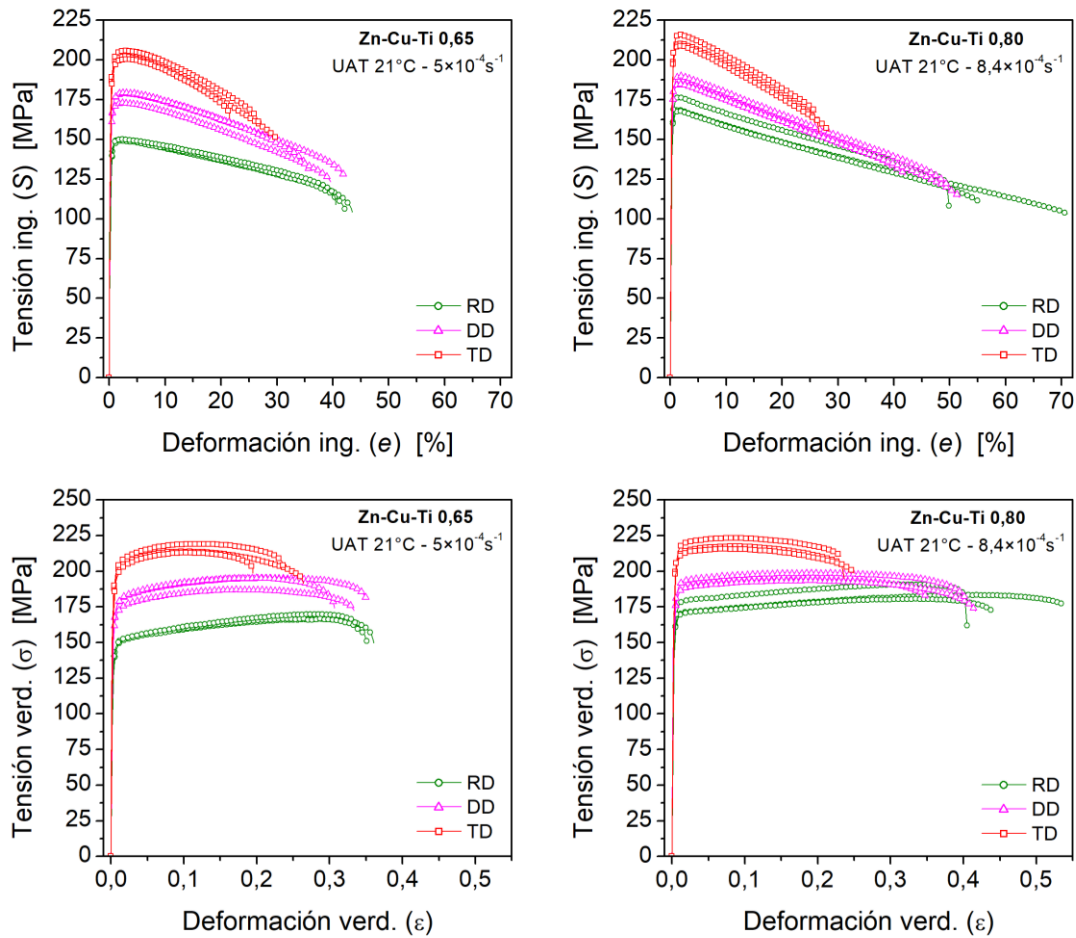


Figura 3-24: Curvas tensión-deformación ingenieril (arriba) y verdadera (abajo) para las chapas de Zn-Cu-Ti a distintas direcciones de sollicitación, para los espesores 0,65 mm (izq.) y 0,80 mm (der.).

Espesor [mm]	Dirección de carga	Ángulo θ [°]	Tensión de fluencia $S_{0,2\%}$ [MPa]	Tensión ing. máx. S_u [MPa]	Elong. total ϵ_{tot} [%]	Tensión verd. máx σ_u [MPa]	Def. verd. a tensión máx. ϵ_u
0,65	RD	0	125,7	149,7	42,0	167,7	0,27
	DD	45	150,9	177,3	38,3	192,3	0,20
	TD	90	174,2	203,0	27,0	215,3	0,11
0,80	RD	0	146,6	170,9	54,7	184,9	0,36
	DD	45	158,5	186,5	46,0	195,3	0,19
	TD	90	178,6	211,6	26,3	218,7	0,09

Tabla 3-3: Propiedades mecánicas en tracción de las chapas Zn-Cu-Ti bajo estudio a diferentes direcciones de sollicitación (valores promedio extraídos de las curvas UAT correspondientes).

Las curvas reflejan claramente la anisotropía plástica del material, tanto en tensión como en la ductilidad. Resultados similares fueron reportados en trabajos previos para este tipo de aleaciones de zinc (Fundenberger et al., 1997; Jansen et al., 2013; Philippe et al., 1994; Schlosser et al., 2017). La tensión de fluencia para las sollicitaciones en DD y TD del espesor 0,65 mm es aproximadamente 20% y 40% mayor, respectivamente, que para el caso RD. Mientras que, para la chapa de 0,80 mm, la curva RD se aproxima más a la DD (difieren entre ellas ~8%) manteniéndose la distancia entre TD y DD. Estas diferencias por anisotropía son prácticamente equivalentes si se considera la resistencia a la tracción (S_u), pero se reducen levemente al considerar la tensión verdadera máxima (σ_u). En efecto, la σ_u en DD y TD es ~15% y ~30% mayor que en RD, respectivamente, para el espesor 0,65 mm; y ~6% y ~18% mayor para el espesor 0,80 mm. La ductilidad de ambos materiales sigue una tendencia inversa a la tensión: a mayor desvío de la dirección de la carga respecto de la RD, menor la ductilidad, como puede cuantificarse observando los valores de elongación total y deformación a tensión verdadera máxima. Este último parámetro en DD y TD es ~27% y ~60% más bajo que en el caso RD para la chapa de 0,65 mm; mientras que para la de 0,80 la diferencia es aún más notable (~48% y ~77% menor ductilidad que en RD, en promedio). Si consideramos la elongación total (deformación ingenieril a rotura), las tendencias se confirman pero con una dispersión algo mayor, lo cual puede explicarse por la mayor sensibilidad de este parámetro a pequeñas variaciones en la composición química y/o en el procesamiento termomecánico previo (Milesi et al., 2017).

Las diferencias observadas en tensión entre ambos espesores de chapa pueden deberse tanto a diferencias propias de la microestructura como a la velocidad de deformación disímil empleada en los ensayos. La principal diferencia se registra para los ensayos en RD, donde la chapa de 0,80 mm presenta valores promedio de S_u 15% y σ_u 10% mayores, aproximadamente. En las direcciones DD y TD estos desvíos se reducen, respectivamente, a 5% en S_u y 2% en σ_u . Dado que la sensibilidad a la velocidad de deformación es algo más alta en la dirección transversal (ver sección 3.2.2), cabría esperar que la mayor discrepancia entre las curvas UAT de una y otra chapa se diera para los ensayos en TD, y no en RD. Con esto en mente, y considerando además que las velocidades entre ambos espesores tienen el mismo orden de magnitud, se infiere que las leves diferencias en la tensión se deben a aspectos microestructurales, los cuales –como hemos visto– son sutiles pero no despreciables.

Por último, cabe destacar que el material de 0,65 mm exhibe en general una mayor capacidad de endurecimiento por deformación que el de 0,80 en términos de la evolución de la tensión verdadera. En lo que respecta a la anisotropía, las curvas de fluencia del espesor 0,65 presentan prácticamente la misma forma en las tres direcciones de sollicitación dentro del rango de deformación uniforme (pendiente de la curva constante). Esto refleja un comportamiento de endurecimiento relativamente isótropo sobre el plano de la chapa, más allá de que a mayor apartamiento de la dirección RD el nivel de deformación uniforme se reduce. Para la chapa de 0,80 mm, en cambio, la pendiente de las curvas disminuye rápidamente una vez superada la tensión de fluencia, lo que indica una capacidad de endurecimiento por deformación menor. No obstante, esta tendencia cambia levemente con la orientación, sobre todo para la sollicitación en RD, puesto que las curvas correspondientes exhiben una pendiente mayor que las de las otras dos direcciones.

3.2.1.1. Módulo elástico y tensión de fluencia

Como se comentó en la sección 2.3, la transición elastoplástica del Zn suele ser gradual debido a las tensiones residuales típicamente presentes en el material y, en consecuencia, la región elástica lineal es estrecha. Por otro lado, debido a la anisotropía dada por la red HCP y la textura cristalográfica del agregado policristalino, la elasticidad del material será diferente según la dirección de sollicitación considerada. Por lo tanto, para determinar el módulo elástico (o módulo de Young) en cada dirección de interés, conviene emplear las constantes elásticas del monocristal y “promediar” sobre el volumen del policristal considerando su distribución de orientaciones. Para ello existen varios enfoques de homogeneización posibles (Vel et al., 2016). En este trabajo se adoptó el método autoconsistente aprovechando las herramientas disponibles en el código VPSC (Capítulo 6). Ingresando la textura del material inicial y las constantes elásticas correspondientes al Zn monocristalino (Tabla 3-4), se calcula la matriz de cedencia elástica (*compliance*, S_{ii}) autoconsistente en los ejes principales de la muestra empleando el formalismo de homogeneización de la inclusión elipsoidal en un medio efectivo homogéneo (ver sección 2.6.1 y Apéndice A).

C_{11}	C_{33}	C_{44}	C_{12}	C_{13}	C_{66}
163	60,3	39,4	30,6	48,1	65,9

Tabla 3-4: Coeficientes de rigidez elástica del Zn monocristalino a temperatura ambiente en la notación matricial de Voigt [GPa] (Ledbetter, 1977).

La ley de Hooke generalizada para el caso de un ensayo de tracción uniaxial en las dos direcciones principales de anisotropía sobre el plano de la chapa (RD y TD) se reduce a:

$$\begin{aligned}\varepsilon_1^{RD} &= S_{11}\sigma_1^{RD}, \\ \varepsilon_1^{TD} &= S_{22}\sigma_1^{TD},\end{aligned}\tag{3-3}$$

donde los subíndices de la deformación y la tensión refieren a la dirección principal de sollicitación en un ensayo UAT y las S_{ii} son las constantes de cedencia elástica del agregado policristalino en la notación matricial de Voigt. Así, los módulos de Young en las direcciones principales de anisotropía de la chapa son:

$$\begin{aligned}E_{RD} &= 1/S_{11}, \\ E_{TD} &= 1/S_{22}.\end{aligned}\tag{3-4}$$

En la Tabla 3-5 se reportan los valores calculados de las constantes de cedencia elástica y del módulo de Young para los dos materiales (espesores) considerados.

Espesor	S_{11}	S_{22}	E_{RD}	E_{TD}
0,65	$9,37 \times 10^{-3}$	$8,21 \times 10^{-3}$	106,72	121,74
0,80	$9,12 \times 10^{-3}$	$8,10 \times 10^{-3}$	109,59	123,46

Tabla 3-5: Constantes de cedencia elástica del policristal aplicando homogeneización autoconsistente [GPa⁻¹] y módulos de Young en las direcciones principales de la chapa [GPa].

Podemos notar que los valores calculados no difieren demasiado entre ambas chapas. Cabe aclarar que el cálculo autoconsistente fue realizado considerando una forma de grano equiaxial (inclusión esférica). Resultados obtenidos adoptando una forma elipsoidal alargada como la que se empleará en las simulaciones del Capítulo 6 (elipsoide 3:1:0,1 según RD:TD:ND) arrojan diferencias menores al ~2% de los valores correspondientes al grano equiaxial. La mayor discrepancia entre los módulos de Young viene dada por la anisotropía del material, es decir entre las sollicitaciones en RD y en TD. No obstante, se trata de una diferencia de ~12,5%, un valor relativamente bajo que no influye decisivamente en la determinación de la tensión de fluencia convencional, como se verá luego. Esto puede explicarse analizando más en detalle la anisotropía elástica del Zn monocristalino y la textura de la chapa policristalina. La estructura HCP, por su simetría inherente, presenta isotropía elástica transversal, lo que significa que las constantes elásticas son invariantes ante rotaciones alrededor del eje c (Ledbetter, 1977). Esto implica que el módulo de Young monocristalino es isótropo sobre cualquier plano perpendicular al eje c . Por otra parte, la textura cristalográfica del material policristalino bajo estudio presenta una importante concentración de planos basales relativamente paralelos al plano de la chapa (Figura 3-16 y Figura 3-19). Por lo tanto, dado que las sollicitaciones en tracción se aplican en direcciones contenidas en el plano de la chapa, es razonable que la respuesta elástica no difiera significativamente (lo que sí podría esperarse de una carga aplicada normal al plano de la chapa).

Debido al carácter gradual del comportamiento elastoplástico, para determinar la tensión de fluencia debe tomarse el criterio *convencional* o de la *carga de prueba* (Dieter, 1962; Marciniak et al., 2002), el cual consiste en medir la tensión correspondiente a un nivel de deformación permanente pequeño (usualmente 0,2%, que será el adoptado en este caso). Así, mediante los módulos de Young calculados, trazamos en el gráfico de tensión–deformación ingenieril una recta desplazada horizontalmente 0,2 unidades desde el origen, y la intersección de la recta con la curva determina la tensión de fluencia correspondiente a cada orientación. El cambio de pendiente de las rectas debido a las diferencias en los módulos elásticos no implica una variación importante en el valor de tensión de fluencia; se trata, de hecho, de desviaciones menores a las que corresponden a la variabilidad experimental. No obstante, el método descrito se basa en un criterio objetivo que es conveniente aplicar para lograr validez en la comparación de valores de E y $S_{0,2\%}$ entre aleaciones de Zn o espesores de chapa distintos.

3.2.1.2. Heterogeneidad de la deformación: estricción difusa vs. local

Las relaciones planteadas en las ecuaciones (3-1) y (3-2) entre las variables verdaderas e ingenieriles requieren de una discusión más detallada, debido a que presuponen una deformación que se conserva homogénea en todo el volumen de material ensayado. Es sabido que a partir de la tensión ingenieril máxima, que se corresponde con el máximo de carga de tracción, la deformación en una probeta de chapa comienza a localizarse en una región menor a la correspondiente a la longitud calibrada inicial. Esta heterogeneidad, denominada *estricción difusa*, se inicia cuando el endurecimiento por deformación del material no es capaz de compensar el ablandamiento geométrico debido a la reducción de la sección (Hart, 1967; Backofen, 1972). A partir de ese momento, la deformación prosigue concentrada en dicha región, y eventualmente se desarrolla una banda estrecha de deformación en el espesor con cero elongación, llamada *estricción local*. Usualmente, la reducción del espesor en la banda local es tan abrupta que la fractura de la chapa deviene rápidamente en dicha región. No obstante, el incremento local de la velocidad de deformación en la zona de la estricción difusa suele inducir un endurecimiento adicional, el cual –dependiendo de la sensibilidad a la velocidad del material– puede retrasar en mayor o menor medida el inicio de la estricción local. A pesar de que el flujo plástico en el régimen de la estricción difusa es sólo cuasi-estable por naturaleza, es prácticamente uniforme (se lo suele llamar *post-uniforme*) y, por ende, técnicamente útil (Ghosh, 1977). De ahí que los materiales con gran sensibilidad a la velocidad suelen presentar una elongación post-uniforme prolongada, lo cual resulta provechoso para disponer de mayor formabilidad.

Analizando los campos de deformaciones obtenidos por DIC pudimos comprobar que la estricción difusa en las chapas de la aleación Zn-Cu-Ti se desarrolla por un período bastante prolongado, retrasando sensiblemente el inicio de la estricción local. Esto se asocia directamente con el largo período de deformación post-uniforme observado en las curvas de fluencia entre el máximo de tensión ingenieril y la tensión verdadera máxima. En la Figura 3-25 se analiza el campo de deformación mayor de dos probetas tomadas de la chapa de 0,80 mm, sometidas a tracción uniaxial en las direcciones RD y TD. En las partes (a) y (b) de la figura se incluyen las correspondientes curvas de fluencia ingenieriles y verdaderas, indicando tres instantes en los que se analizó el campo de deformaciones con DIC (puntos I, II y III). El análisis DIC se ejemplifica para el caso TD en la parte (c), donde podemos ver la evolución del campo de deformación mayor (longitudinal) en la región de la probeta sobre la que se desarrolló la estricción local y la subsiguiente fractura. Allí puede notarse que la deformación se mantiene relativamente uniforme en etapas posteriores al punto I, particularmente hasta el máximo de la curva verdadera (punto II). Para cuantificar la heterogeneidad de la deformación, en las partes (d) y (e) se grafican los valores de ϵ medidos sobre los píxeles contenidos en un segmento trazado sobre la región de análisis para las tres imágenes correspondientes a los instantes I, II y III (segmento AB para la probeta TD). En el perfil del instante II existe una desviación máxima de la deformación del 6,6% respecto del promedio. El desvío máximo del caso RD en el instante II es del 8,5%; mientras que un análisis análogo aplicado a un ensayo DD arrojó un 5%. Estas

discrepancias pueden considerarse menores, lo que confirma que, si bien la carga se reduce en etapas tempranas del ensayo, la estricción local comienza recién a desarrollarse aproximadamente a partir del valor máximo de tensión verdadera. Resulta interesante, además, destacar que el proceso de localización de la mayoría de las probetas ensayadas exhibe el desarrollo de múltiples bandas sobre una parte considerable de la región de estricción difusa (lo cual es visible en el campo DIC de la probeta TD en el instante III).

Evidentemente, la moderadamente alta sensibilidad a la velocidad de deformación de esta aleación en las presentes condiciones de ensayo (ver sección siguiente), colabora en sostener una relativa homogeneidad de la deformación en casi todo el volumen de la estricción difusa, y ésta se prolonga durante un largo período de elongación. Estas conclusiones son compatibles con reportes preexistentes de autores que analizaron el comportamiento plástico en tracción de chapas de Zn de baja aleación (Ghosh, 1977; Wagoner, 1981, 1984). Consideramos que aquí el análisis se ve enriquecido gracias al uso de la técnica DIC, que permite un estudio detallado del campo completo de deformaciones.

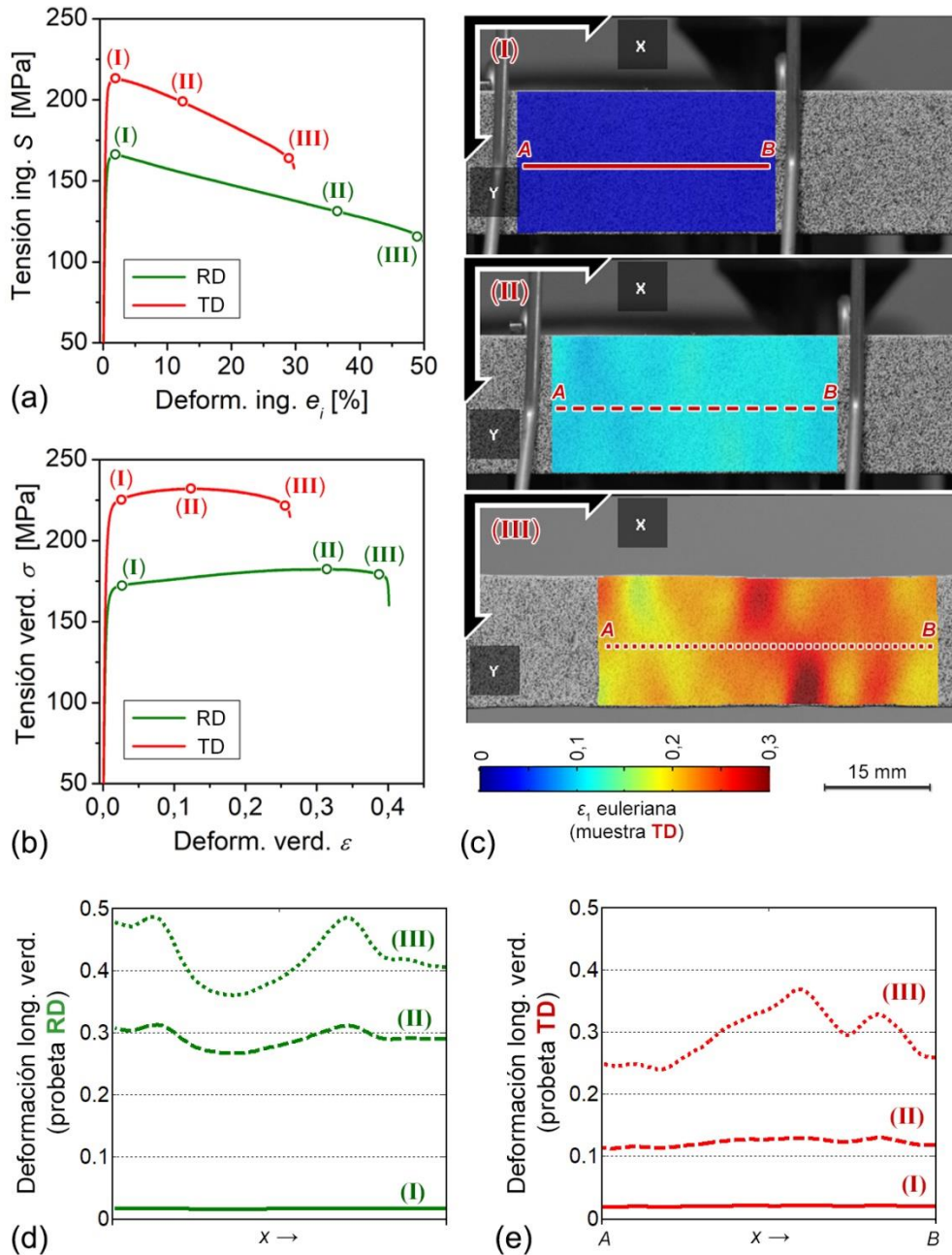


Figura 3-25: Análisis de la heterogeneidad en la deformación de probetas UAT (chapa Zn-Cu-Ti 0,80 mm). (a) Curvas de fluencia ingenieril y (b) verdadera en RD y TD. (c) Campos de deformación euleriana mayor sobre la probeta TD en las tres etapas indicadas. (d) y (e) Perfiles de deformación verdadera mayor sobre una recta AB en el campo de cada probeta.

3.2.2. Sensibilidad a la velocidad de deformación

Dado que la deformación plástica ocurre por fenómenos atómicos de naturaleza cinética, la resistencia al flujo plástico de un material depende no solamente del nivel de deformación acumulado sino también de la temperatura y de la velocidad en la que se aplica la deformación (Frost y Ashby, 1982; Hosford y Caddell, 2011). La mayoría de los metales policristalinos trabajados en frío, en los rangos de velocidades típicos, no exhiben una fuerte dependencia de la velocidad de deformación. Sin

embargo, al deformar a temperaturas crecientes, la tensión de fluencia tiende a hacerse más sensible a los cambios de velocidad (Dieter, 1962). En general, un incremento en la velocidad de deformación implica un aumento de la tensión requerida para producir el flujo plástico (aunque algunos materiales exhiben un efecto inverso). Si bien la sensibilidad a la velocidad de deformación depende de la temperatura y de la propia deformación, a valores aproximadamente constantes de dichas variables la dependencia de la tensión con la velocidad puede expresarse con la siguiente relación exponencial:

$$\sigma = C\dot{\epsilon}^m, \quad (3-5)$$

donde C es una constante que depende del material, la deformación y la temperatura, y m es el exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación. Este parámetro, además, puede variar con la propia velocidad; no obstante, expresado como

$$m = \frac{d \log \sigma}{d \log \dot{\epsilon}} \quad (3-6)$$

resulta siempre un buen indicador de la influencia de la velocidad sobre la tensión de fluencia (Backofen, 1972). En la práctica, el valor de m se calcula a partir de ensayos de tracción en los que se varía la velocidad de deformación y se miden los correspondientes cambios en la tensión de fluencia:

$$m \cong \frac{\Delta \log \sigma}{\Delta \log \dot{\epsilon}} = \frac{\log \sigma_2 - \log \sigma_1}{\log \dot{\epsilon}_2 - \log \dot{\epsilon}_1} = \frac{\log(\sigma_2/\sigma_1)}{\log(\dot{\epsilon}_2/\dot{\epsilon}_1)}, \quad (3-7)$$

donde los subíndices 1 y 2 corresponden a dos velocidades distintas (Hosford, 2010). Para la mayoría de los metales a baja temperatura, m es relativamente pequeño (0-0,03). Sin embargo, cuando las diferencias de velocidad son de varios órdenes de magnitud (como ocurre entre un ensayo de laboratorio y los procesos industriales reales) el efecto sobre la tensión puede resultar importante. Por otra parte, al trabajar a temperaturas homólogas cercanas o superiores a $\sim 0,5T_f$, la sensibilidad a la velocidad se incrementa ostensiblemente. En ciertos materiales, además, la deformación a dicho nivel de temperatura puede exhibir *superplasticidad*, comportamiento que se caracteriza por elongaciones post-uniformes altísimas (>400%), las cuales –como se discutió en la sección precedente– se fundan en una elevada sensibilidad a la velocidad de deformación.

Como hemos visto, el Zn tiene un bajo punto de fusión y la temperatura ambiente corresponde a $0,42T_f$. Por ende, resulta relevante evaluar la sensibilidad a la velocidad de deformación de la aleación Zn-Cu-Ti bajo estudio. Para ello se realizaron ensayos UAT sobre ambos espesores de chapa variando la velocidad de deformación en cada probeta en varios órdenes de magnitud (entre 1×10^{-4} y $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$). Se adoptó la técnica de cambiar la velocidad abruptamente sobre una misma probeta (y no la de comparar entre ensayos continuos a velocidades diversas) ya que así se minimiza el riesgo de comparar materiales con microestructuras disímiles, y se tiene la ventaja extra de poder evaluar m con una menor cantidad de probetas (Hosford y Caddell, 2011). Se ensayaron entre dos y tres réplicas válidas por cada espesor de chapa y sobre las direcciones RD y TD. Todos los ensayos se realizaron a temperatura ambiente (20-21 °C) empleando las probetas estándar de la norma ISO 6892-1. Los

cambios de velocidad se impusieron variando la velocidad del barral del equipo de tracción luego de los niveles de deformación ingenieril que se indican en la Tabla 3-6. Dado que el análisis de sensibilidad se realiza mediante las magnitudes verdaderas –ecuación (3-7)–, cada nivel de velocidad fue corregido con el valor de deformación acumulado al momento de aplicarse el salto. Como se ve en la Tabla, para los ensayos en TD no se aplicó la velocidad más alta (10^{-1} s^{-1}) ya que la estricción temprana en dicha orientación lo dificulta. Por simplicidad, las curvas tensión-deformación verdadera se construyeron a partir de los datos de carga y desplazamiento del barral registrados por la máquina Instron.

Etapa	Deform. ingenieril e [%]	Veloc. de deform. $\dot{\epsilon}$ [s^{-1}]	Veloc. del barral, v [mm/min]	Sensibilidad a la velocidad (m)			
				0,65 mm		0,80 mm	
				RD	TD	RD	TD
I	0-2,5	1×10^{-4}	0,4539	0,075	0,088	0,086	0,103
II	2,5-5	1×10^{-3}	4,652	0,063	0,074	0,068	0,081
III	5-10	1×10^{-2}	47,66	0,055	-	0,057	-
IV	> 10	1×10^{-1}	499,3				

Tabla 3-6: Medición del exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación (m) mediante ensayos UAT con cambios abruptos de velocidad en tres y cuatro etapas.

En la Figura 3-26 se muestran las curvas de fluencia obtenidas en los ensayos con cambios de velocidad. Por claridad visual se incluye sólo una curva por cada espesor y orientación, pero la variación en tensión hallada entre réplicas no supera el $\sim 5\%$ (los valores de la Tabla 3-6 se obtuvieron del promedio entre réplicas). Podemos notar que la respuesta entre ambos espesores es similar, aunque hay algunas diferencias sutiles que se registran entre los valores del exponente m reportados en la Tabla 3-6. Independientemente de la orientación, la chapa de 0,80 mm presenta un valor de m más alto que la de 0,65 mm, sobre todo para el primer cambio de velocidad (entre 10^{-4} s^{-1} y 10^{-3} s^{-1}). Por otro lado, la anisotropía plástica del Zn vuelve a ponerse de manifiesto al comparar el comportamiento en RD y TD: a las velocidades bajas, los valores de m para las chapas de 0,65 y 0,80 son, respectivamente, $\sim 17\%$ y 20% más altos para la carga en TD respecto de la RD. Para las velocidades intermedias la diferencia se reduce, pero el material sigue siendo más sensible a la velocidad en la sollicitación transversal.

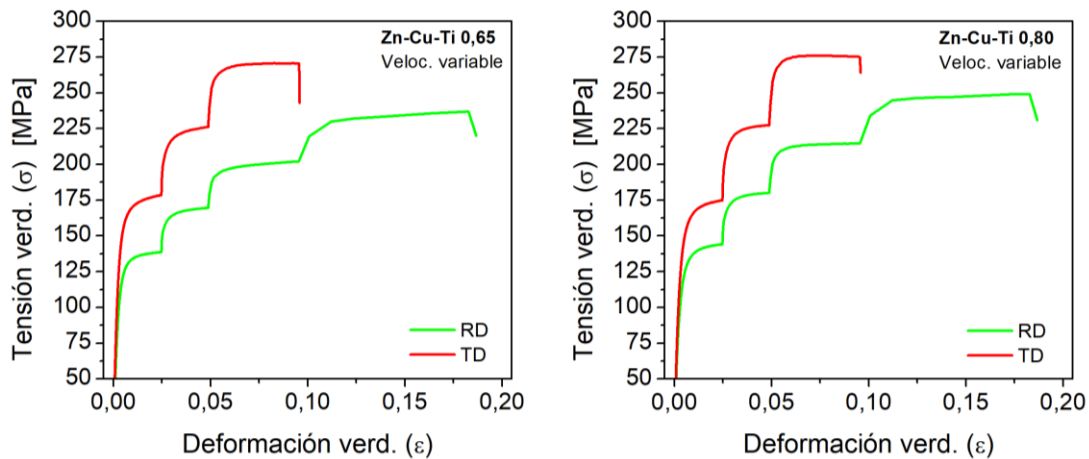


Figura 3-26: Ensayos UAT con cambios de velocidad de deformación para evaluar el exponente de sensibilidad m de las chapas Zn-Cu-Ti de 0,65 mm (izquierda) y 0,80 mm (derecha). Para cada espesor se muestra el comportamiento en las direcciones RD y TD de las chapas.

Con el fin de analizar más claramente las mediciones de sensibilidad efectuadas, en la Figura 3-27 se muestran los valores de m en función de la velocidad de deformación. Dado que cada valor de m se determina entre dos niveles de velocidad, para la ubicación en la abscisa se tomó el promedio entre cada par de velocidades. Los valores de m encontrados (todos mayores a $\sim 0,055$) resultan relativamente altos para un metal deformado a temperatura ambiente. Incluso considerando que con el Zn estamos en una temperatura homóloga $\sim 0,4T_f$, es interesante notar que el valor de $\sim 0,1$ del caso 0,80 en TD está cercano al rango de valores de m de aleaciones convencionales trabajando a $\sim 0,7-0,8T_f$ (Hosford y Caddell, 2011). En la Figura 3-27 también podemos comprobar la disminución de la sensibilidad a velocidades de ensayo crecientes, para ambos espesores de chapa y ambas direcciones de sollicitación. La dependencia del exponente m con la propia velocidad, con tendencia a reducirse a velocidades mayores, es habitual en la mayoría de los metales a velocidades altas e intermedias, y a temperaturas bajas (Backofen, 1972). En ciertas aleaciones de Zn se ha reportado esta tendencia y con valores de sensibilidad similares (Ghosh, 1977; Wagoner, 1981/1984). Por otra parte, en una aleación Zn-0,4%Al Naziri y Pearce (1969a/1974) encontraron valores de m anisótropos que tienden a converger a velocidades crecientes. No obstante, el comportamiento de su material se encuentra en el régimen superplástico. Es interesante destacar que, en la aleación bajo estudio, la diferencia entre los espesores de chapa analizados se vuelve prácticamente despreciable en el salto de velocidad más alto.

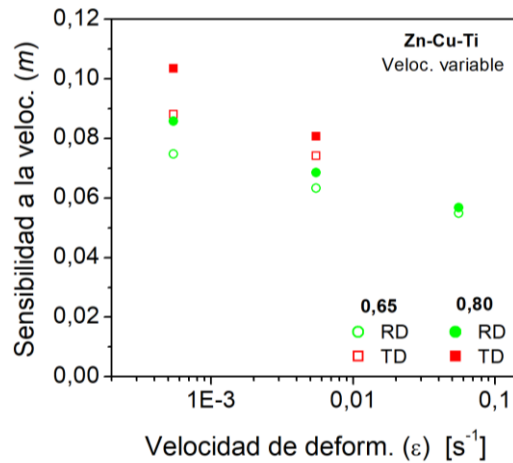


Figura 3-27: Variación del exponente de sensibilidad (m) con la velocidad de deformación ($\dot{\epsilon}$) para ambos espesores de chapa considerados y en las direcciones RD y TD.

Más recientemente, Quintana Hernández et al. (2016) midieron valores similares del exponente m para una chapa Zn-Cu-Ti de 0,7 mm, con una composición cercana a la nuestra aunque con una historia termomecánica levemente distinta. El valor de m medido paralelamente a la RD es algo menor que el valor transversal (0,07 vs. 0,08, respectivamente). En un trabajo reciente del grupo (Bertinetti et al., 2021) estudiamos el efecto de la sensibilidad a la velocidad relativamente alta en la formabilidad de las chapas Zn-Cu-Ti, comparando con otros dos metales típicamente empleados para procesos de conformado con sensibilidades disímiles (acero de bajo C para embutido, $m \sim 0,015$, y aluminio AA6061-T4, $m \sim 0$). Por un lado, se pudo comprobar empíricamente que el material bajo estudio posee una gran capacidad de tolerar deformaciones elevadas a pesar de su baja capacidad de endurecimiento por deformación. En efecto, la estricción difusa se prolonga sensiblemente para todos los estados de deformación del FLD, incluso para la carga equi-biaxial. Por otro lado, esta estricción difusa prolongada implica diferencias importantes entre las deformaciones límite medidas por el método tradicional (norma ISO 12004-2, basado en Bragard et al., 1972) y por las técnicas temporales más novedosas (Leonard et al., 2018; Roatta et al., 2020). Esta diferencia se debe a que el método tradicional calcula el valor límite a partir de los datos medidos por fuera de la estricción, mientras que los métodos temporales utilizan las deformaciones contenidas dentro de la zona inestable. Cuando la deformación post-uniforme es grande –como en el Zn-Cu-Ti, gracias a su alto valor de m – las técnicas temporales tienden a dar valores límite más altos que el método estándar; y es posible aprovechar esta diferencia para definir una *banda límite de conformado* entre dos curvas: una inferior dada por el método de la norma, y otra superior determinada mediante el método temporal.

La deformación a velocidades elevadas tiende a provocar autocalentamiento en el material, ya que el tiempo para la disipación de la energía térmica asociada a la plasticidad no es suficiente. Este calentamiento adiabático, a su vez, puede inducir cambios microestructurales adicionales a los que están actuando durante la deformación (activación de sistemas de deslizamiento diversos, recristalización dinámica o post-dinámica, crecimiento de grano, etc.). Por ende, resulta importante

analizar si las altas velocidades de deformación aplicadas a la aleación Zn-Cu-Ti provocaron un autocalentamiento sensible. Para ello, se registró la temperatura mediante una cámara termográfica³² en algunas de las muestras ensayadas, y también en ciertas probetas y ensayos diferentes a los presentados en este apartado. En particular, en la Figura 3-28 se muestran las curvas tensión-deformación de dos ensayos continuos a velocidades distintas (probetas ISO-C-01 a $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ e ISO-C-02 a 5×10^{-3}) y otro ensayo continuo (SUB-C-01) de velocidad 10^{-2} s^{-1} pero realizado con una probeta de menor tamaño (ASTM *subsize*). Además, se incluyen dos ensayos discontinuos sobre probetas ISO aplicando varios cambios de velocidad abruptos, tanto de manera creciente-decreciente (ISO-D-01) como decreciente-creciente (ISO-D-02). Todas las probetas incluidas corresponden a la chapa de 0,80 mm y fueron cortadas en la dirección RD.

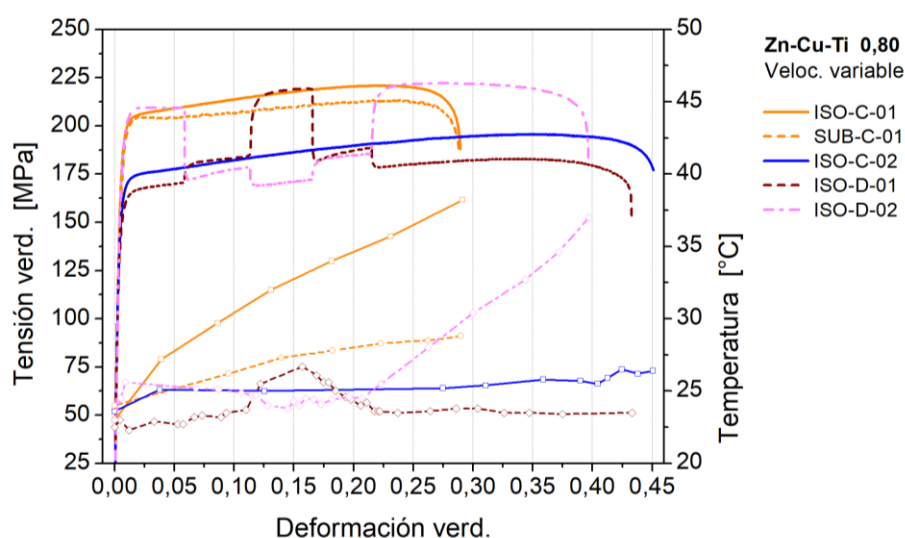


Figura 3-28: Evolución de la temperatura en los ensayos UAT con cambios de velocidad. Las curvas con símbolos corresponden a la temperatura (eje derecho). Todos los ensayos corresponden a la chapa Zn-Cu-Ti de 0,80 mm y fueron realizados en la dirección RD.

Para las velocidades bajas, tanto en los ensayos continuos como en los tramos lentos de los ensayos discontinuos, puede notarse que la temperatura se mantiene cercana a la ambiente. Por el contrario, el ensayo continuo con probeta ISO a alta velocidad (ISO-C-01) sufrió un autocalentamiento que provocó un aumento de temperatura apreciable, cercana a los 40 °C. Una temperatura similar fue alcanzada al final del ensayo discontinuo con saltos decrecientes-crecientes (ISO-D-02). Sin embargo, la probeta con cambios crecientes-decrecientes (ISO-D-01), con la velocidad máxima aplicada en el tramo intermedio y durante un período corto, no sufrió un calentamiento tan alto. Es interesante destacar que el ensayo continuo a 10^{-2} s^{-1} con probeta reducida (SUB-C-01) exhibe un autocalentamiento sensiblemente menor al equivalente de la probeta ISO, con una temperatura

³² Marca Testo 875-1.

máxima que no superó los 29 °C. Evidentemente, el menor tamaño de la muestra ayuda a disipar el calor más rápidamente.

3.2.3. Anisotropía plástica

Para completar el análisis del comportamiento plástico del material bajo estudio, en la Figura 3-29 se presenta la evolución de los coeficientes de Lankford (o coeficientes r) obtenidos mediante los ensayos de tracción en las distintas direcciones de sollicitación. Se trata de los valores de r instantáneos calculados mediante la ecuación (2-6), empleando los incrementos de las deformaciones verdaderas principales longitudinal y lateral.³³

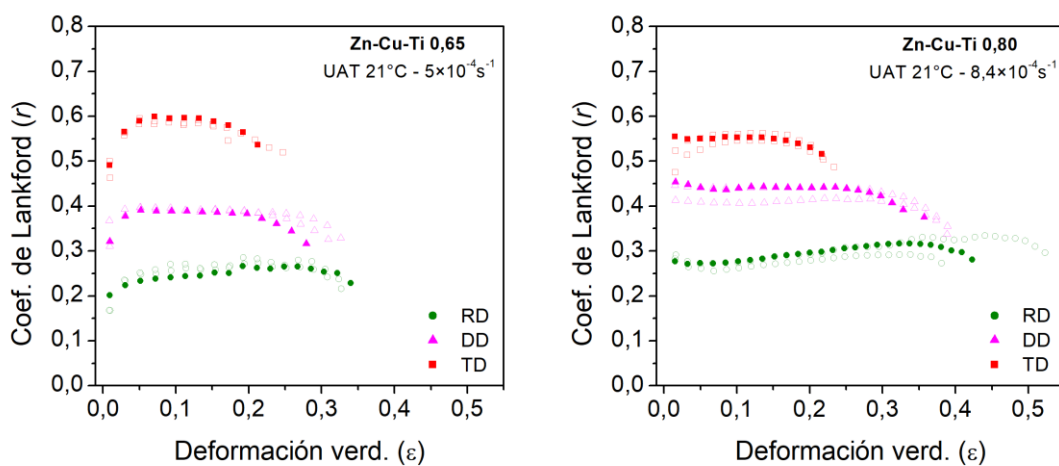


Figura 3-29: Coeficientes de anisotropía plástica (Lankford) de las chapas de Zn-Cu-Ti a distintas direcciones de sollicitación, para los espesores 0,65 mm (izq.) y 0,80 mm (der.). En símbolos llenos se destaca una réplica por cada dirección.

En primer término se confirma la importante anisotropía plástica de esta aleación de Zn, tanto en lo que respecta a la anisotropía normal ($r < 1$ en todas los casos) como a la planar ($r_{\theta} \neq cte$), en línea con lo reportado en trabajos anteriores (Fundenberger et al., 1997; Jansen et al., 2013). Valores de r menores que la unidad, recordemos, implican una menor capacidad de contracción lateral de la chapa respecto del adelgazamiento del espesor, lo que suele asociarse a una reducida embutibilidad. La variación de r en el plano de la chapa implica que pueden desarrollarse orejas en las piezas embutidas (cf. sección 2.4). En promedio, los valores de r en DD resultan $\sim 52\%$ y $\sim 59\%$ más altos que en RD para las chapas de 0,65 y 0,80 mm, respectivamente; mientras que las diferencias entre la sollicitación en TD y la RD son de $\sim 130\%$ y $\sim 105\%$. La evolución de r con la deformación, aunque no despreciable, no es tan notoria como suele observarse en otras aleaciones HCP. Los cambios más importantes se

³³ En un ensayo de tracción uniaxial, durante el período homogéneo, las deformaciones longitudinal y laterales coinciden con las deformaciones principales. En este caso, para contemplar cualquier desalineación de las imágenes, en el pos-procesamiento por DIC se calcularon las deformaciones principales a partir del promedio de los campos de deformación longitudinal y lateral.

registran para los primeros pasos de la deformación plástica, en donde llamativamente el material de 0,65 exhibe un incremento brusco de r hasta su valor “estable”, mientras que el de 0,80 comienza a deformarse con un valor de r prácticamente constante (o, incluso, levemente superior). No obstante, para el rango de deformaciones desde $\sim 0,05$ hasta el límite de deformación homogénea de cada orientación, los coeficientes de Lankford son relativamente constantes para los casos DD y TD. La sollicitación RD muestra un leve incremento de r en dicho rango, lo cual puede explicarse por la evolución de textura del material (se discutirá en la sección 6.1.2). La caída abrupta que se observa en todos los casos al final de cada ensayo se debe a la localización de la deformación, ya que la estricción local implica un adelgazamiento fuerte del espesor.

Dada la poca variabilidad del coeficiente durante el período de deformación uniforme, a efectos del posterior modelado de la plasticidad se tomarán los valores de r correspondientes a la deformación de 0,10, promediando los valores de cada ensayo ($r_{\theta}^{0,1}$). En la Tabla 3-7 se resumen dichos valores y se agregan además los parámetros promedio de anisotropía normal ($r_m^{0,1}$) y planar ($\Delta r^{0,1}$). Posiblemente, para la chapa de 0,80 mm, el valor de r_m algo más alto y de Δr más bajo que en la de 0,65 mm se deba a la textura levemente más suave de la primera.

Espesor [mm]	Dirección de carga	Ángulo θ [°]	$r_{\theta}^{0,1}$	$r_m^{0,1}$	$\Delta r^{0,1}$
0,65	RD	0	0,256	0,407	0,033
	DD	45	0,390		
	TD	90	0,591		
0,80	RD	0	0,270	0,420	0,016
	DD	45	0,428		
	TD	90	0,553		

Tabla 3-7: Coeficientes de anisotropía plástica (Lankford) de las chapas Zn-Cu-Ti para una deformación verdadera de 0,10 (valores promedio calculados desde la Figura 3-29).

La textura de la chapa y los sistemas de deslizamiento disponibles son los responsables de los valores de r menores que la unidad. Como se mencionó previamente (Sección 2.4.2), los metales hexagonales con c/a cercano (Mg) o menor al ideal (Ti, Zr) presentan valores de Lankford a temperatura ambiente mayores que uno. Ambos grupos se caracterizan por una actividad no despreciable del sistema de deslizamiento prismático $\langle a \rangle$, acompañado de deslizamiento basal $\langle a \rangle$. En el caso del Mg, el sistema basal predomina, mientras que en Ti y Zr el prismático es el dominante. Si bien las texturas de laminado difieren considerablemente entre los distintos materiales HCP, a grandes rasgos éstas tienen en común una componente relativamente intensa de polos basales cercanos a la dirección ND. Para esta condición, la actividad de los sistemas prismático y basal ante una carga de tracción paralela al plano de la chapa facilita la contracción lateral y, a la vez, dificulta la deformación a

través del espesor; es decir que la relación entre ambas contracciones (el valor de r) será mayor que uno.

Por otra parte, en el Zn, el deslizamiento basal (a) es el más fácilmente activable, y suele ser acompañado por deslizamiento no compacto de tipo piramidal-II ($c + a$). El modo prismático (a) rara vez ha sido detectado a temperatura ambiente. La capacidad del modo piramidal-II de acomodar deformación a lo largo del eje c es entonces la principal causa de que las chapas policristalinas de Zn en tracción tiendan a contraerse más en el espesor que lateralmente ($r < 1$). No obstante, resta explicar por qué el valor de Lankford aumenta cuando la dirección de sollicitación rota desde RD hacia TD. Observando la textura inicial de la chapa, es evidente que la mayoría de los cristales ven dificultada la actividad del modo basal cuando el eje de carga se alinea con la TD ya que la tensión resuelta tiende a quedar perpendicular al eje c (lo que implica un factor de Schmid nulo para el deslizamiento basal). Esto hace que la tensión aplicada se incremente, y por lo tanto que la tensión resuelta sobre el sistema piramidal-II pueda superar la tensión de corte crítica relativamente alta de dicho modo de deslizamiento. Es así que, para la tracción en TD, la deformación macro tiende a ser acomodada por una mayor actividad de deslizamiento piramidal-II que en el caso RD. De todos modos, a escala cristalina, el sistema piramidal-II no solamente acomoda deformación a lo largo del eje c sino también lateralmente, por lo que el aumento de actividad de este sistema redundaría en un incremento leve del valor de r .

Simulaciones mediante el modelo VPSC permiten confirmar cualitativamente estas afirmaciones respecto de la anisotropía plástica de las chapas de Zn-Cu-Ti. Empleando parámetros de simulación similares a los que se presentarán en la sección 6.2³⁴, y permitiendo la activación de los modos basal, prismático y piramidal-II con tensiones críticas ajustadas a partir de las curvas de fluencia, se obtiene la predicción de las actividades relativas de cada sistema que muestra la Figura 3-30. Allí se observa el incremento de actividad piramidal a medida que el eje de tracción tiende a TD, llegando incluso a superar al modo basal. Por otra parte, aun habiendo impuesto una tensión crítica del modo prismático alta, la actividad de éste deja de ser despreciable en TD, lo cual también induciría un incremento en el coeficiente de Lankford. Para discernir la influencia relativa sobre r entre los modos piramidal-II y prismático, se desactivó este último (actividades finales señaladas con símbolos llenos) y se encontró una leve disminución de r . No obstante, esta disminución no llega al punto de equiparar el coeficiente de Lankford en TD con el de RD, por lo que se confirma el efecto del modo piramidal-II para producir deformaciones laterales más compensadas.

³⁴ Parámetros adoptados: linealización afín, forma de grano esférica, contrastes de las CRSS: $\tau_c^{pris} / \tau_c^{bas} = 17$ y $\tau_c^{pirII} / \tau_c^{bas} = 8$; $m = 0,1$; esquema SRE con $N = 3$. Se adoptaron condiciones simplificadas para realizar este estudio preliminar cualitativo; de todos modos, como podrá verse en la sección 6.2, los resultados de las actividades son muy similares.

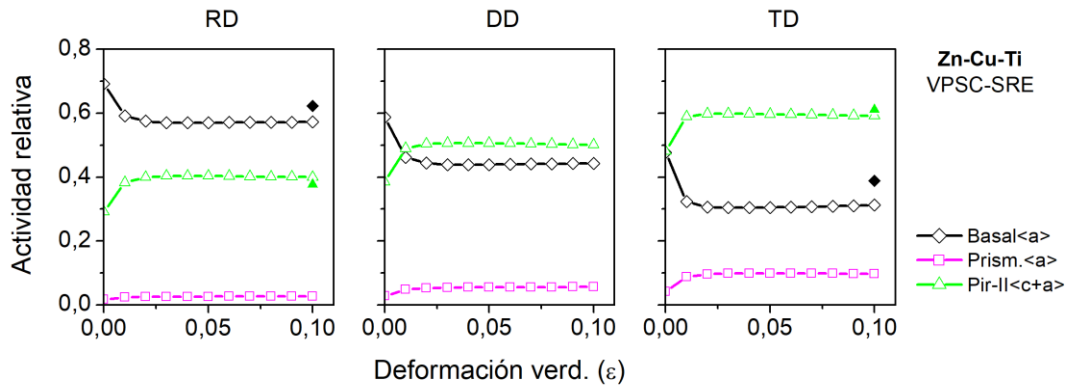


Figura 3-30: Actividades relativas de los sistemas de deslizamiento según la dirección de sollicitación, calculadas mediante el modelo VPSC-SRE. Símbolos llenos: actividades basal y piramidal-II desactivando el sistema prismático en RD y TD.

3.3. Conclusiones

En este capítulo se presentó un estudio experimental mecánico y microestructural de dos chapas comerciales de la aleación Zn-Cu-Ti, una de espesor 0,65 mm y la otra de 0,80 mm. Resumidamente, la microestructura de ambos materiales se caracteriza por un tamaño de grano relativamente fino de la fase primaria (Zn con Cu en solución sólida), acompañado de partículas submicrométricas del compuesto intermetálico $TiZn_{16}$ alineadas preferencialmente en la dirección de laminado. La distribución de tamaños de grano es aproximadamente bimodal, con granos equiaxiados pequeños conviviendo con granos relativamente grandes y oblongos a lo largo de la RD. La chapa más fina posee una relación de aspecto de los granos grandes más esbelta, como así también una mayor fracción de bordes de grano de ángulo bajo o intermedio. Ambos materiales exhiben un desarrollo profuso de subgranos y gradientes de misorientación al interior de los granos grandes. Los bordes de macla detectados son minoritarios en la chapa de 0,65 mm, pero algo más abundantes en la de 0,80 mm.

Dicha caracterización pudo realizarse principalmente a través de microscopía electrónica de barrido, empleando las técnicas de barrido de electrones secundarios y la cartografía de orientaciones por EBSD. La observación mediante microscopía óptica resulta insuficiente para lograr una buena descripción de la microestructura del material, debido al tamaño de grano fino y la fuerte orientación preferencial de su estructura cristalina. No obstante, las micrografías ópticas permiten caracterizar satisfactoriamente la distribución topológica de la fase intermetálica en regiones de la chapa mayores que las que pueden analizarse mediante SEM/EBSD.

La textura cristalográfica de ambas chapas presenta la distribución de orientaciones típica de aleaciones hexagonales con elevada relación axial c/a . Existe una componente principal de polos basales a $\sim\pm 21-23^\circ$ de la dirección ND con una distribución relativamente uniforme de polos prismáticos alrededor de dicha componente basal. Además, se observa una componente menor de ejes basales alineados con la RD, sobre todo en la chapa de 0,80 mm, compatible con la mayor presencia de

maclas en la microestructura. La otra diferencia destacable entre ambos espesores es una intensidad levemente superior de la textura basal en la chapa de 0,65 mm. La determinación de la ODF por medio del mapeo de orientaciones con EBSD resultó equivalente a la medición mediante rayos X.

En lo que respecta a la respuesta mecánica, las curvas de tracción uniaxial muestran una importante anisotropía en términos de tensión de fluencia y elongación total, registrándose un aumento considerable de la tensión y una disminución de ductilidad cuando la dirección de carga se aparta de la RD hacia la TD. La chapa de 0,80 mm presenta una resistencia levemente mayor a la de 0,65 mm, principalmente en la sollicitación RD; pero la chapa más fina exhibe una capacidad de endurecimiento por deformación algo mayor. Un aspecto interesante a destacar, relevante para la formabilidad, es el prolongado período de elongación post-uniforme que desarrollan ambos materiales, relacionado con su elevada sensibilidad a la velocidad de deformación. Este fenómeno posibilita que la estricción difusa se extienda significativamente cuando se supera la resistencia a la tracción máxima (tensión ingenieril), retrasando el desarrollo de la estricción local y permitiendo el surgimiento de bandas de inestabilidad múltiples antes de la fractura. La sensibilidad a la velocidad resultó relativamente alta en las dos chapas analizadas, con una diferencia leve a favor de la de mayor espesor.

La anisotropía plástica, evaluada en términos del coeficiente de Lankford, resultó menor que la unidad en las tres direcciones de sollicitación ensayadas, reflejando el efecto combinado de la fuerte textura inicial y la escasa disponibilidad de sistemas de deslizamiento de esta aleación hexagonal. Asimismo, la variación del coeficiente r sobre el plano de la chapa también da cuenta de la marcada textura cristalográfica, con un incremento de la capacidad del material de deformarse lateralmente a medida que la carga de tracción se desalinea respecto de la RD, posiblemente gracias a una mayor actividad del deslizamiento piramidal-II. Finalmente, la anisotropía planar se pone también de manifiesto en una variación del exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación, el cual resulta moderadamente más alto en los ensayos TD.

Capítulo 4

Conformabilidad de chapas de zinc

Este Capítulo³⁵ extiende el estudio del comportamiento mecánico de las chapas de Zn-Cu-Ti a su respuesta ante procesos de conformado. La formabilidad de chapas metálicas es frecuentemente caracterizada mediante la curva límite de conformado (FLC, por sus siglas en inglés), la cual se determina aplicando trayectorias de deformación proporcionales hasta el inicio de la estricción. Sin embargo, los procesos industriales de conformado usualmente involucran cambios de camino de deformación que pueden afectar las deformaciones límite. El objetivo del presente capítulo consiste en estudiar el efecto de los cambios de camino de deformación en la conformabilidad de la chapa de Zn-Cu-Ti de 0,65 mm de espesor, por medio de ensayos de trayectorias proporcionales efectuados en dos etapas (ensayos bilineales). Para este propósito, se determinaron deformaciones límite de tracción por deformación uniaxial en probetas predeformadas biaxialmente. La FLC fue determinada inicialmente para seis trayectorias lineales de deformación, producidas mediante ensayos uniaxiales y de acopado hidráulico con diversas geometrías de muestra. Los resultados son analizados en términos de la interdependencia entre la conformabilidad del material, la historia de deformación y la evolución de la microestructura.

4.1. Introducción

La formabilidad de los metales de estructura hexagonal compacta (HCP) es, en general, significativamente diferente a la de los metales con estructuras cúbicas. Los metales hexagonales han sido estudiados por diversos autores, pero la mayoría se enfocan principalmente en magnesio o titanio. El control de textura para las aleaciones de Mg –como se comentó en la sección 2.4.2– ha sido objeto de mucha atención debido a su potencial para mejorar la formabilidad, que es normalmente pobre a causa del fuerte alineamiento de los planos basales con el plano de la chapa durante el laminado. La tendencia general es que el debilitamiento de la textura basal –conseguida tanto por aleación con tierras raras como por procesamiento termomecánico específico– ayuda a aumentar la formabilidad de las aleaciones de Mg (Griffiths, 2015). En lo que respecta al Ti, Badr et al. (2015) investigaron experimentalmente una aleación Ti-6Al-4V a temperatura ambiente y concluyeron que su formabilidad

³⁵ El capítulo consiste en una reproducción del artículo: Schlosser F., Signorelli J., **Leonard M.E.**, Roatta A., Milesi M., Bozzolo N., *Influence of the strain path changes on the formability of a zinc sheet*, Journal of Materials Processing Technology. Vol. 271 (2019) pp. 101–110. La introducción del capítulo se complementa con el estado del arte del tema presentado en las secciones 2.2 y 2.4.2.

es muy limitada, sin desarrollo de estricción. Ma et al., (2016) encontraron grandes diferencias en la FLC (principalmente en su lado derecho) de una aleación de Ti TA15 a altas temperaturas, y hallaron que el aumento de temperatura afecta positivamente la formabilidad.

En el caso de las chapas de zinc, existen muy pocos estudios en la literatura. Es conocido desde hace tiempo que su formabilidad es altamente anisótropa (Porter, 1991), principalmente a causa de una textura cristalográfica intensa combinada con la anisotropía cristalina asociada a la escasez de sistemas de deslizamiento y maclado disponibles. En este sentido, Jansen et al. (2013) y Milesi et al. (2014) determinaron la FLC de una chapa de Zn de baja aleación en las direcciones RD y TD, y encontraron una gran dependencia de las deformaciones límite con la dirección de sollicitación. También mostraron que el material presenta un comportamiento inusual en el lado derecho del FLD cuando la deformación mayor está alineada con la RD. En dicha condición, se registró un incremento notable de formabilidad seguido de una caída abrupta cerca del estado de estirado biaxial equilibrado (EBA). Adicionalmente, los autores propusieron un criterio basado en tensión que les permitió predecir adecuadamente las deformaciones límite en un proceso industrial de conformado. Más recientemente, Milesi et al. (2017) determinaron la dispersión en el FLD de una chapa de Zn-Cu-Ti, como resultado del seguimiento de 24 bobinas desde el proceso de laminado en caliente hasta su transformación aguas debajo de todo el proceso de manufactura de la chapa comercial. Sus resultados muestran una variabilidad no despreciable de las deformaciones límite entre bobinas, especialmente para los caminos de deformación de estirado positivo paralelo a la RD ($\rho = \varepsilon_{22}/\varepsilon_{11} > 0,5$). Schwindt et al. (2015) determinaron la FLC experimental de una chapa Zn-Cu-Ti en las direcciones RD, DD y TD, complementando su estudio con la aplicación del modelo VPSC acoplado al modelo de Marciniak-Kuczynski (MK-VPSC) para predecir la FLC. Se encontraron resultados similares a los reportados por Milesi et al. (2014) para las direcciones DD y TD. Sin embargo, sus predicciones subestiman las deformaciones límite del lado derecho de la FLC en RD, especialmente en la zona en la que se observa el comportamiento inusual mencionado antes.

El conformado industrial de piezas de chapa usualmente involucra cambios de camino de deformación cuando la chapa fluye dentro de la estampa, o bien cuando es transferida de una etapa de conformado hacia otra. En general, estudiar experimentalmente los efectos de los cambios de trayectoria en la formabilidad es una tarea compleja. Los trabajos pioneros sobre el conformado de chapas de acero, como el de Nakazima et al. (1968), ya establecían la importancia de las variaciones en los caminos de deformación. Analizando experimentalmente combinaciones de trayectorias bilineales diversas, la tendencia general que se encontró fue que una predeformación de tracción uniaxial seguida de un estirado biaxial permite deformaciones límite mayores que las obtenidas por una trayectoria biaxial única. A la inversa, una operación de estirado inicial seguida de una sollicitación uniaxial reduce la formabilidad a niveles más bajos que los de los procesos monótonos. Estas tendencias fueron confirmadas posteriormente para diversos tipos de acero (Laukonis y Ghosh, 1978; Ranta-Eskola, 1980) y, como reseña Banabic (2010), tales efectos suelen ser aprovechados en la industria para aplicar operaciones de estirado después de deformaciones compresivas ($\rho < 0$). En lo que respecta a aleaciones FCC, Graf y Hosford (1993, 1994) publicaron estudios sobre la influencia de

cambios de camino abruptos en chapas de aleaciones de aluminio (AA2008 y AA611-T4). En esos trabajos, el material fue predeformado por tracción uniaxial (UAT), deformación plana (PS) y estirado equibiaxial (EBA). Sus resultados muestran que una predeformación EBA generalmente disminuye la formabilidad subsiguiente; y que una predeformación UAT incrementa la formabilidad cuando la dirección de las deformaciones principales se mantiene pero la reduce cuando éstas se invierten. Finalmente, una predeformación PS aumenta levemente la formabilidad cuando las direcciones principales se conservan, pero cuando rotan ocurre una reducción notable de formabilidad. Basándose en el dispositivo de tracción biaxial con probeta cruciforme, Leotoing y Guines (2015) desarrollaron un innovador procedimiento de deformación bilineal en una etapa. Sus resultados para una chapa de aleación de Al AA5086 muestran que las deformaciones límite son fuertemente influenciadas por cambios bruscos de camino de deformación, los cuales pueden tanto mejorar como empeorar la formabilidad del material. Para una chapa de AA5754-O, Dhara et al. (2016) analizaron el efecto de predeformación uniaxial en la formabilidad. En este caso, nuevamente se registran aumentos o caídas de formabilidad dependiendo de la dirección de la sollicitación inicial. Para materiales HCP no existen muchos trabajos de esta índole en la literatura. Por ejemplo, Wang et al. (2011) estudiaron numéricamente la influencia de predeformaciones UAT, PS y EBA en una chapa de la aleación de Mg AZ31B. Los autores concluyeron que las predeformaciones uniaxiales desplazan la FLC hacia arriba y a la izquierda del diagrama; la PS tiene poco efecto; y la predeformación equibiaxial mueve la FLD hacia la derecha y levemente hacia abajo, reduciéndose así la formabilidad. También para una chapa de aleación de Mg (ZEK100-O), Abedini et al. (2018) estudiaron experimentalmente su comportamiento en fractura bajo condiciones de carga no proporcionales, y encontraron que las deformaciones de fractura por cizallamiento son similares tanto con predeformaciones uniaxiales o biaxiales, como sin ellas. Desde un enfoque más general, Song et al. (2015) desarrollaron un modelo constitutivo para metales HCP sometidos a caminos de deformación no proporcionales, logrando una simulación exitosa de la deformación por flexión de una chapa de titanio TA1. La propuesta de los autores considera la fluencia asimétrica y anisótropa típica de materiales HCP mediante la combinación de dos modelos fenomenológicos (Yld2000-18p y CPB06) con un esquema de endurecimiento cinemático. Finalmente, para nuestro conocimiento, el único trabajo que trata sobre cambios de camino en chapas de Zn es el de Borodachenkova et al. (2015). Incorporando una ley de endurecimiento basada en dislocaciones en el modelo VPSC, los autores simulaban adecuadamente una predeformación de corte simple seguida de una reversión de la dirección de cizallamiento en términos de la respuesta mecánica y la evolución de textura. No obstante, no incluyeron ningún análisis experimental ni numérico de la formabilidad.

El propósito de este capítulo, como se planteó al comienzo, consiste en evaluar la formabilidad de una chapa comercial de Zn-Cu-Ti bajo sollicitaciones dadas por caminos de deformación tanto lineales como bilineales. En particular, las deformaciones límite y la FLC convencional fueron determinadas para diversos caminos de deformación lineales. Luego, distintos niveles de predeformación equibiaxial seguidos de ensayos UAT en varias direcciones generaron sendos FLDs bilineales. El foco de la discusión estará puesto en las diferencias de formabilidad encontradas entre

las trayectorias lineales y bilineales. La ductilidad extendida inesperada que se mostrará para los caminos bilineales será analizada preliminarmente en términos de la evolución de microestructura.

4.2. Material y procedimiento experimental

El material analizado corresponde a la chapa de Zn-Cu-Ti de 0,65 mm de espesor caracterizada en el capítulo precedente. A continuación se explican las técnicas que se utilizaron para caracterizar la formabilidad, tanto para determinar las CLC bajo solicitaciones monótonas como para analizar el efecto de los caminos de deformación bilineales.

4.2.1. Determinación de las deformaciones límite

Actualmente existen numerosos métodos experimentales para determinar el FLD, los cuales incluyen el empleo de una variedad de herramientas y geometrías de muestra capaces de inducir deformación proporcional en caminos de deformación diversos (Banabic, 2010). Estos caminos van desde el estado UAT ($\rho < 0$) hasta EBA ($\rho = 1$), con PS ($\rho = 0$) y tracción biaxial no equilibrada (BA, $0 < \rho < 1$) entre ambos extremos. En este estudio, los datos del FLD lineal para los caminos UAT y PS fueron obtenidos mediante ensayos de tracción, mientras que los caminos de la parte derecha del diagrama fueron realizados mediante ensayos de acopado hidráulico. Contemplando la anisotropía del material, se determinaron los FLDs a 0° , 45° y 90° respecto de la RD (orientaciones RD, DD y TD, respectivamente). Todos los experimentos se efectuaron a temperatura ambiente.

Los ensayos de tracción, realizados mediante un equipo Instron 5989 de 150 kN de capacidad, involucraron dos geometrías de muestra que producen deformaciones UAT y PS. Los ensayos UAT se llevaron a cabo a una velocidad de deformación constante de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Para los ensayos PS, la velocidad del barral del equipo de ensayo se fijó en 0,5 mm/s, lo que otorga una velocidad de deformación inicial de $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ en la línea central de la región entallada. Vale aclarar que la probeta de entalla pequeña usada aquí para medir la formabilidad en PS no es la misma que la utilizada en un FLD reportado previamente para este mismo material (Schwindt et al., 2015); no obstante, el valor FLD_0 correspondiente es prácticamente el mismo para ambas geometrías (esto se mostrará en la Figura 4-5, caso RD).

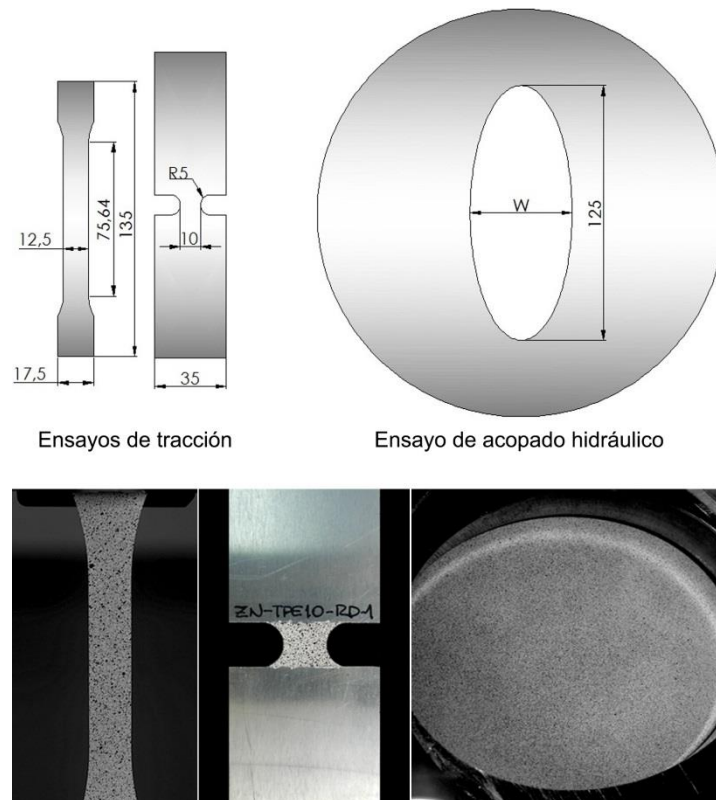


Figura 4-1: Dimensiones y fotografías de las probetas utilizadas para determinar el FLD lineal.

El ensayo de acopado hidráulico es ampliamente reconocido en el campo de los estudios de formabilidad por su capacidad de producir estados de tracción biaxiales (o estirado), y es utilizado para ensayar chapas de pequeño espesor ya que las tensiones de flexión pueden ser despreciadas. El procedimiento del ensayo consiste en sujetar un disco de chapa entre dos matrices anulares y, a través de una de ellas, inyectar un fluido para deformarla por presión hidrostática hasta provocar la estricción local o la fractura. De esta manera, se genera en la probeta un domo o copa que, dependiendo de la geometría del anillo prensachapas (Figura 4-1), puede tener forma hemisférica (deformación EBA) o semielíptica (deformación BA). En este trabajo se utilizaron probetas circulares de 200 mm de diámetro y, además de la máscara prensachapas circular ($\rho = 1$), se emplearon tres máscaras elípticas para imponer deformaciones BA de $\rho = 0,2, 0,5$ y $0,65$. La velocidad de deformación experimentada por el material está dada por el caudal de la bomba hidráulica; en nuestro caso se obtuvo un valor promedio de $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. El sistema de acopado hidráulico fue empleado antes de manera exitosa por Schwindt et al. (2015) y Milesi et al. (2017); más detalles pueden consultarse en dichos artículos.

La medición de los desplazamientos y el cálculo de las deformaciones fueron efectuados por medio de la técnica DIC, para lo cual las probetas fueron pintadas con un patrón de *speckle* aleatorio (ver Figura 4-4). La técnica DIC 2D (sección 3.2) fue suficiente para los ensayos de tracción –tanto UAT como PS–, adoptando un *subset* de 21 píxeles y un espaciado entre *subsets* de 5 píxeles. En cambio, los campos de deformación de los ensayos de acopado hidráulico fueron evaluados mediante un

algoritmo DIC tridimensional acoplado a dos cámaras CCD (programa *VIC-3D*³⁶), empleando los mismos parámetros mencionados. Las deformaciones límite de cada ensayo fueron determinadas siguiendo una metodología similar a la propuesta por Bragard (Bragard et al., 1972), la que luego fue perfeccionada al incluirse en la norma ISO 12004-2 (2008). Este método se basa en ajustar con una parábola invertida la distribución de deformaciones principales sobre una línea perpendicular a la fractura o a la estricción local. En nuestro trabajo, seguimos la norma ISO 12004-2 para definir el tamaño de la ventana de ajuste; esto es, la ubicación del borde interno de cada ventana corresponde al máximo local de la segunda derivada espacial de la deformación (Figura 4-2). Por consistencia con la metodología adoptada previamente para una chapa de Zn-Cu-Ti (Schwindt et al., 2015), aquí utilizamos un polinomio de cuarto orden para ajustar las distribuciones de las deformaciones mayor y menor. Ya que la norma ISO recomienda el ajuste mediante una parábola invertida, verificamos que las deformaciones límite obtenidas mediante ambas funciones no difieren en más del 10% en todos los ensayos. Los datos ubicados dentro de la banda de estricción local o la fractura son descartados para el ajuste, y el máximo de la función polinomial determina el valor de la deformación límite mayor. La abscisa correspondiente a dicho máximo es luego usada para evaluar la deformación límite menor (Figura 4-2).

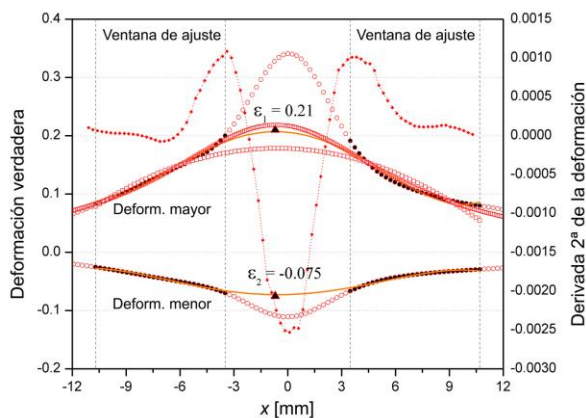


Figura 4-2: Método empleado para determinar las deformaciones límite. El ejemplo corresponde a UAT-TD.

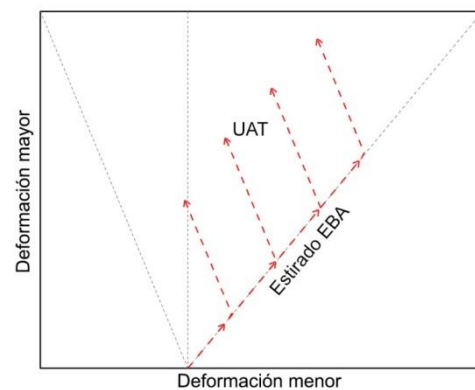


Figura 4-3: Representación esquemática de los caminos de deformación bilineales en el FLD.

4.2.2. Trayectorias de deformación bilineales

La influencia de las variaciones de los caminos de deformación en la formabilidad de la chapa de Zn-Cu-Ti fue estudiada usando un experimento de dos etapas, compuesto de una predeformación inicial de expansión EBA seguida de una deformación UAT, como se esquematiza en la Figura 4-3. La predeformación EBA fue ejecutada mediante el ensayo M-K (Marciniak y Kuczyński, 1967) sobre probetas circulares de 200 mm de diámetro. El dispositivo de ensayo M-K empleado (basado en la norma ISO 12004:2) consiste en punzón plano de 100 mm de diámetro que estira a la chapa dentro de

³⁶ <https://www.correlatedsolutions.com/vic-3d/>

una matriz de 119 mm de diámetro, provocando deformación biaxial en la probeta con tensión despreciable en el espesor. Entre la probeta y el punzón se coloca una máscara o arandela de acero de bajo C para embutido, de espesor 0,9 mm y con un orificio central de 32 mm; esto elimina la fricción en la región central de la probeta y a la vez permite que el punzón la estire desde la periferia por medio del arrastre de la máscara. El dispositivo fue montado en una prensa hidráulica Adabor de 120 toneladas de capacidad. El éxito del ensayo M-K depende fuertemente del rozamiento en las interfaces punzón-máscara y máscara-probeta. La fricción entre el punzón y la máscara debe ser mínima, lo cual se logró en este caso aplicando una fina capa de lubricante a base de MoS_2 y un disco de politetrafluoretileno (PTFE) de 0,7 mm de espesor. Por otro lado, entre la máscara y la probeta no se usó lubricación ya que el rozamiento allí debe ser máximo. Tanto los ensayos UAT como la predeformación EBA fueron realizados a temperatura ambiente y con una velocidad de deformación de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

De cada probeta predeformada por ensayo M-K, las probetas de tracción *subsize* fueron extraídas mediante corte por electroerosión (EDM) en las tres direcciones estudiadas del plano de la chapa (ensayos UAT-RD, DD y TD). Esto permitió evaluar la anisotropía en la formabilidad luego de la predeformación equibiaxial. La Figura 4-4 muestra la ubicación de las probetas UAT sobre la superficie de una probeta M-K predeformada (izquierda), y el campo de deformaciones mayores medidas por DIC para dicha probeta (derecha). Puede observarse que la distribución de deformaciones dentro de la región calibrada de las probetas UAT es relativamente homogénea, con una desviación máxima del 3%. El nivel de predeformación reportado para cada muestra UAT corresponde al promedio de las deformaciones medidas por DIC en la región destacada con líneas de puntos en la Figura 4-4. Los ensayos UAT fueron efectuados hasta el desarrollo de la estricción local o la fractura, y las deformaciones límite fueron determinadas mediante la metodología descrita más arriba.

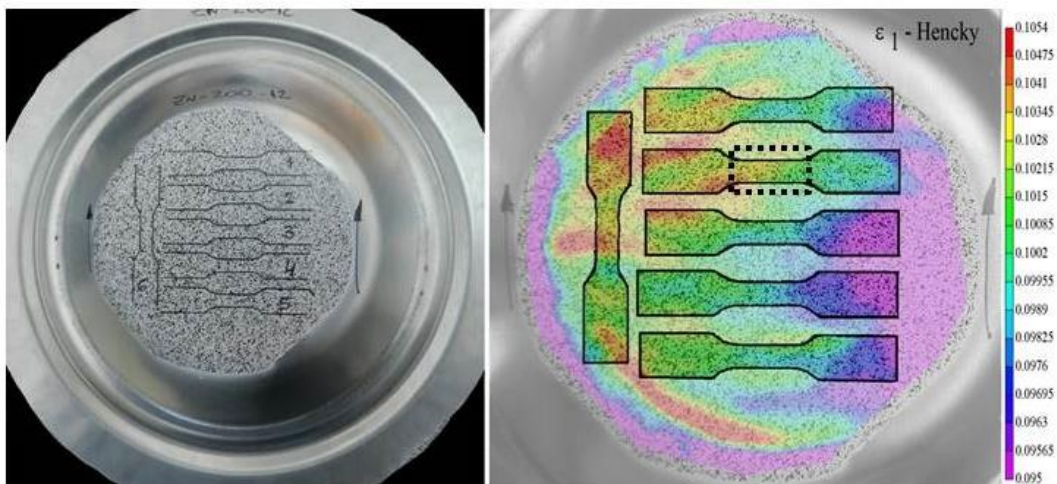


Figura 4-4: Probetas usadas para la determinación del FLD bilineal. Izquierda: ubicación de las probetas UAT *subsize* sobre la región de la muestra M-K predeformada. Derecha: distribución de deformaciones mayores sobre la probeta M-K con el contorno de las probetas UAT superpuesto. El rectángulo en línea de puntos indica la zona de evaluación del nivel de predeformación para cada probeta UAT.

4.3. Resultados y discusión

4.3.1. Formabilidad para trayectorias proporcionales

Los FLDs experimentales, obtenidos para los caminos de deformación lineales en las orientaciones RD, DD y TD, se presentan en la Figura 4-5. Los ejes horizontales corresponden a las deformaciones principales menores, y los ejes verticales a las deformaciones principales mayores (en ambos casos usando la deformación verdadera o de Hencky). Los símbolos indican las deformaciones límite, delineando la posición de la FLC en el diagrama. Como puede verse en la figura, la formabilidad de la chapa de zinc es muy anisótropa, con una deformación límite mayor para FLD₀ en RD 50% y 67% más alta que en DD y TD, respectivamente. Además de la mayor formabilidad en RD, la forma de las FLCs es diferente; en particular, la FLC del caso RD en el lado derecho del diagrama es inusual. En efecto, la formabilidad aumenta rápidamente para caminos de deformación entre $\rho = 0$ y $\rho = 0,5$, alcanzando un máximo de $\varepsilon_1 \sim 0,57$ para $\rho = 0,5$, y luego bruscamente decae cerca del camino EBA, en particular para $\rho > 0,65$. Los valores mínimos de formabilidad se dan para los casos PS y EBA ($\varepsilon_1 \sim 0,29$ y $0,28$, respectivamente). Las deformaciones límite correspondientes a la orientación DD exhiben un mínimo de $\varepsilon_1 \sim 0,19$ cerca del estado PS, y un máximo de $\varepsilon_1 \sim 0,46$ para UAT. Para el caso TD, la formabilidad es la menor de las tres orientaciones, con un valor mínimo de $\varepsilon_1 \sim 0,17$ alrededor de PS y un máximo de $\varepsilon_1 \sim 0,33$ para UAT. Cabe destacar que el posprocesamiento de los campos de deformación medidos por DIC permiten evaluar la relación entre las deformaciones mayores y menores durante los ensayos. Esta información es particularmente útil para el lado derecho del FLD para verificar la proporcionalidad de la trayectoria de deformación, como así también el modo no-proporcional de localización (esto es, modo PS). Los caminos de deformación registrados en este trabajo son similares a los reportados anteriormente por Jansen et al. (2013). Por este motivo, para evitar sobrecargar la Figura 4-5 se incluyen únicamente las deformaciones límite y las FLCs. Las FLCs en las tres orientaciones muestran un buen acuerdo con resultados previos obtenidos por Jansen et al. (2013) y Milesi et al. (2014; 2017) para la misma aleación, aunque los valores que dichos autores reportan son algo mayores que los aquí presentados. Esta diferencia puede surgir a partir de dos fuentes, una relacionada con la dispersión conocida de la producción de chapas de Zn (esto es, pequeñas variaciones en la composición incluso dentro de la norma); y la segunda referida a la diferencia entre los métodos empleados para evaluar las deformaciones límite (promedio directo sobre una región alrededor de la deformación máxima vs. análisis tipo Braggard). En lo que respecta a la variabilidad metalúrgica, a diferencia del trabajo de Milesi et al. (2017), cuyo objetivo consistió en cuantificar la dispersión de la formabilidad para lotes diversos de la aleación, en nuestro caso se usaron sólo dos o tres probetas válidas en la determinación de la FLC. A modo de referencia, el FLD para el caso RD de la Figura 4-6 muestra los valores individuales de las deformaciones límite medidas para cada probeta y trayectoria. En general, las variaciones encontradas en dichos valores caen dentro del rango de variabilidad reportado por Milesi et al. (2017). Asimismo, es interesante notar que el valor de formabilidad en la condición EBA es cercano al obtenido en Schwindt et al. (2015) usando un dispositivo M-K; como así también para la condición PS, la que en dicho trabajo previo fue ejecutada mediante una probeta entallada de un ancho mayor (ver símbolos estrella en el FLD-RD de la Figura

4-5). Es importante aclarar, además, que se tuvo el cuidado de que todas las probetas ensayadas para determinar los FLDs lineales fueran extraídas de la misma bobina de chapa; lo mismo vale para la determinación de la formabilidad con trayectorias bilineales (aunque no pudo asegurarse de que las bobinas entre ambos tipos de ensayos fueran las mismas).

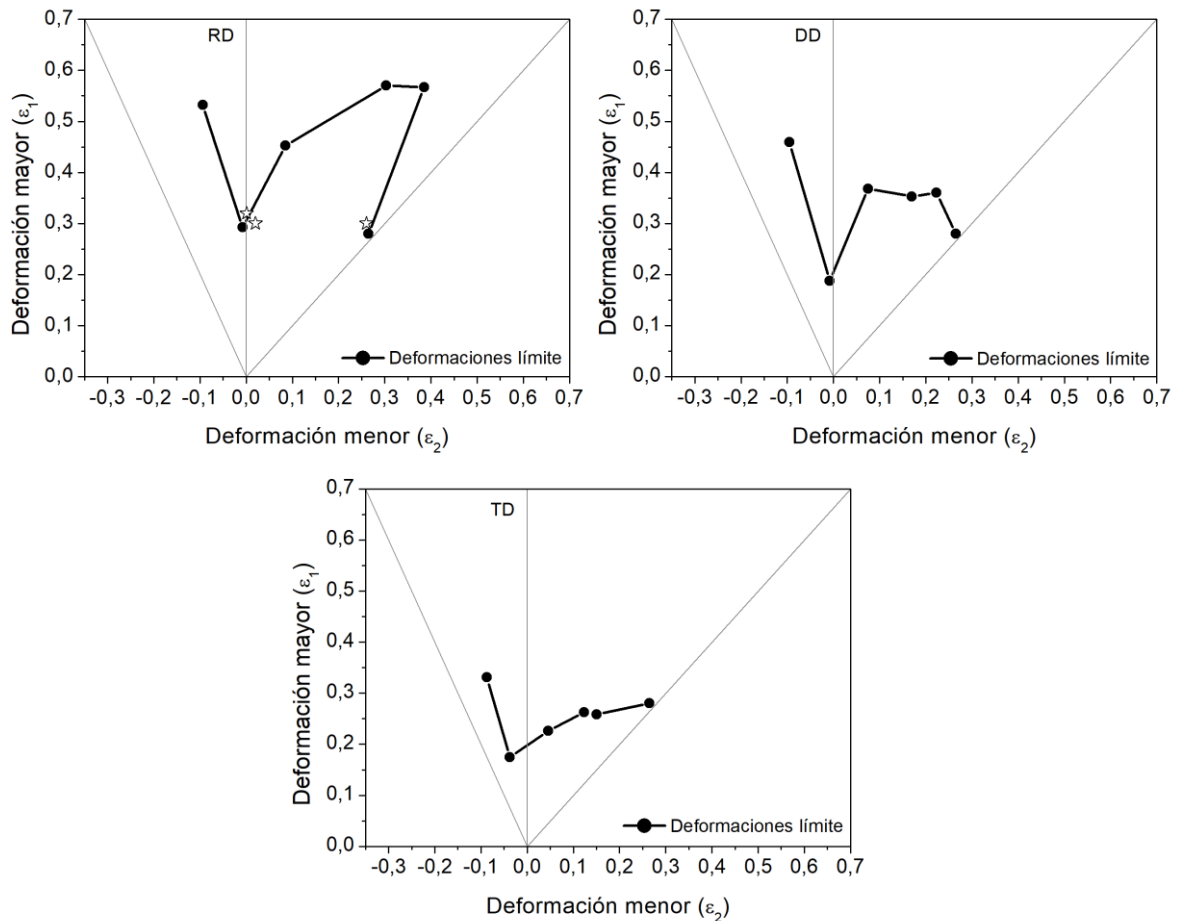


Figura 4-5: FLDs para caminos de deformación lineales en las direcciones RD, DD y TD, obtenidos mediante el ensayo de acopado hidráulico. Como referencia, los valores indicados con estrellas corresponden a las deformaciones límite obtenidas usando el ensayo M-K (caso EBA) y la probeta de tracción entallada de mayor ancho (caso PS; Schwindt et al., 2015).

Vale la pena explorar en detalle el comportamiento inusual de la FLC en RD. Jansen et al. (2013) reportaron que la caída de formabilidad exhibe una correlación con el cambio en la orientación de la fractura desde TD hacia RD, debido a una relación de tensiones mayor que 1 (esto es, $\sigma_1^{TD} > \sigma_1^{RD}$ a pesar de que el camino de deformación implique $\epsilon_1^{RD} > \epsilon_1^{TD}$). En este sentido, para los ensayos biaxiales actuales también se hallaron cambios en las orientaciones de las fisuras. Sin embargo, las tendencias no son claras ya que, por ejemplo, para los ensayos en la trayectoria $\rho = 0,65$ las deformaciones límite no variaron a pesar de las diferencias en las orientaciones de la fractura. En el FLD de la Figura 4-6 se muestran las deformaciones límite para dicha trayectoria, indicadas con los números 1, 2 y 3 junto con

las fotografías de las probetas fracturadas correspondientes. Claramente podemos notar que la orientación de las fisuras cambia respecto de los ejes principales de anisotropía, pero los valores de las deformaciones límite son muy cercanos entre sí independientemente de dicha orientación.

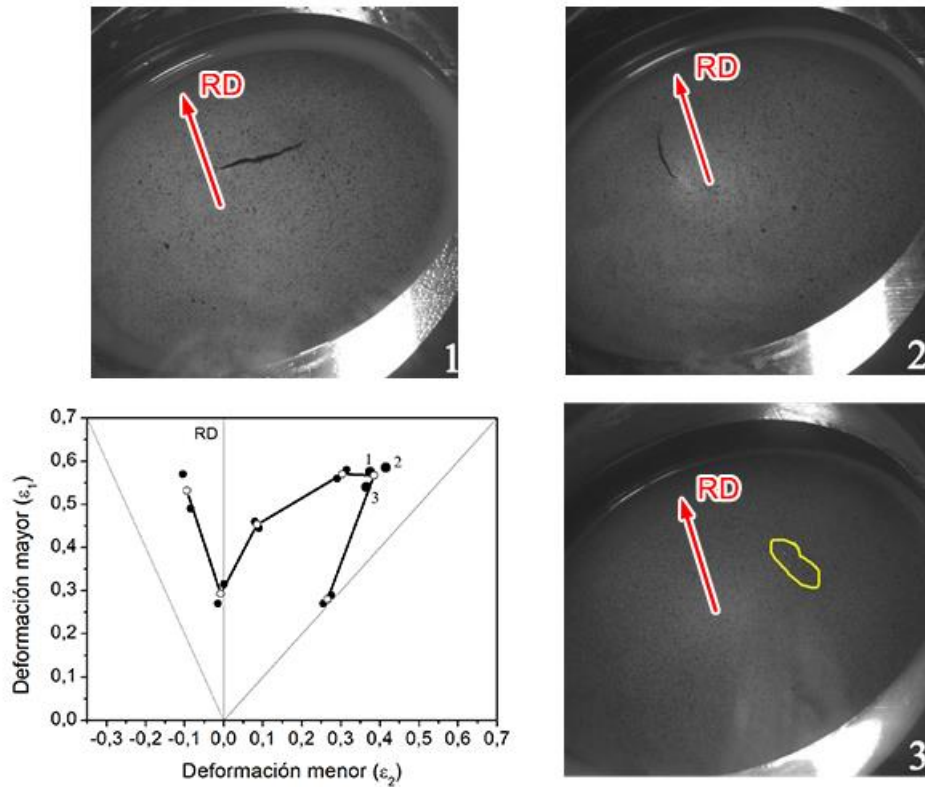


Figura 4-6: Orientación de las fisuras para los cuatro puntos negros de la trayectoria $\rho = 0,65$ (etiquetados como 1, 2 y 3). Los círculos llenos corresponden a ensayos independientes; los círculos abiertos indican el valor promedio para camino de deformación.

4.3.2. Formabilidad para trayectorias bilineales

Como se resume en la Tabla 4-1, a las probetas M-K se les aplicaron distintos niveles de predeformación equibiaxial: $\epsilon_1 \sim 0,05-0,32$ para RD; y $\epsilon_1 \sim 0,05-0,25$ para DD y TD. En la Figura 4-4 se dio un ejemplo, mostrando la distribución de deformación mayor en la superficie de una probeta M-K y la ubicación de las probetas para UAT que se ensayaron luego.

Predeformación EBA (ϵ_1)	UAT-RD		UAT-DD		UAT-TD	
	ϵ_1	ϵ_2	ϵ_1	ϵ_2	ϵ_1	ϵ_2
0	0,53	-0,09	0,46	-0,10	0,33	-0,09
0,05	0,46	-0,09	0,43	-0,12	0,43	-0,13
0,12	0,48	-0,10	0,46	-0,13	0,37	-0,11
0,15	0,42	-0,08	0,49	-0,14	0,28	-0,08
0,25	-	-	0,42	-0,11	0,26	-0,07
0,32	0,46	-0,10	-	-	-	-

Tabla 4-1: Valores promedio de las deformaciones límite principales para cada ensayo bilineal y orientación. Los valores correspondientes a los caminos UAT lineales (predeformación $\epsilon_1=0$) son incluidos a modo de referencia.

La Figura 4-7 presenta los FLDs bilineales, indicando los valores de deformación límite para los ensayos UAT obtenidos luego de la predeformación EBA. Puede observarse que la sollicitación de tracción provee una mejora significativa de la formabilidad del material con respecto a los caminos de deformación lineales, cuando la chapa es predeformada equi-biaxialmente. Independientemente de la orientación, las deformaciones límite de las trayectorias bilineales son más altas que las de los caminos lineales. Para la menor de las predeformaciones EBA ($\sim 0,05$), las deformaciones límite UAT lineal y bilineal son cercanas entre sí, como puede esperarse. No obstante, para niveles mayores de predeformación EBA puede notarse que las deformaciones límite son superiores ya que los ensayos UAT alcanzan niveles de elongación total casi constantes, más allá de la cantidad de predeformación aplicada. También debemos notar que una predeformación de 0,32 es mayor que la deformación límite medida en la trayectoria EBA lineal. Esta aparente contradicción puede explicarse por la dispersión en la formabilidad reportada por Milesi et al. (2017) como consecuencia de la variabilidad en la producción industrial de las chapas de Zn, como se comentó anteriormente (esto es, no pudo garantizarse que la serie de probetas para ensayos lineales y bilineales proviniesen de la misma bobina).

La Tabla 4-1 resume los valores promedio de las deformaciones límite para los caminos bilineales. Se informan las deformaciones principales alcanzadas en cada ensayo UAT, es decir, no se incluye la deformación total resultante de la suma de la predeformación EBA y UAT. Es interesante observar que la predeformación biaxial en general disminuye la anisotropía en la formabilidad para el camino UAT. Con una predeformación pequeña de 0,05, la deformación límite mayor en RD es sólo 6% y 5,5% más alta que las correspondientes a DD y TD, respectivamente. Cuando la predeformación es 0,12, la diferencia entre RD y DD se reduce al 4%; sin embargo, esta diferencia aumenta al 31% con respecto a TD. Para una predeformación de 0,15 la deformación límite mayor en RD es 14% más baja que en DD y 49% más alta que la que corresponde al caso TD.

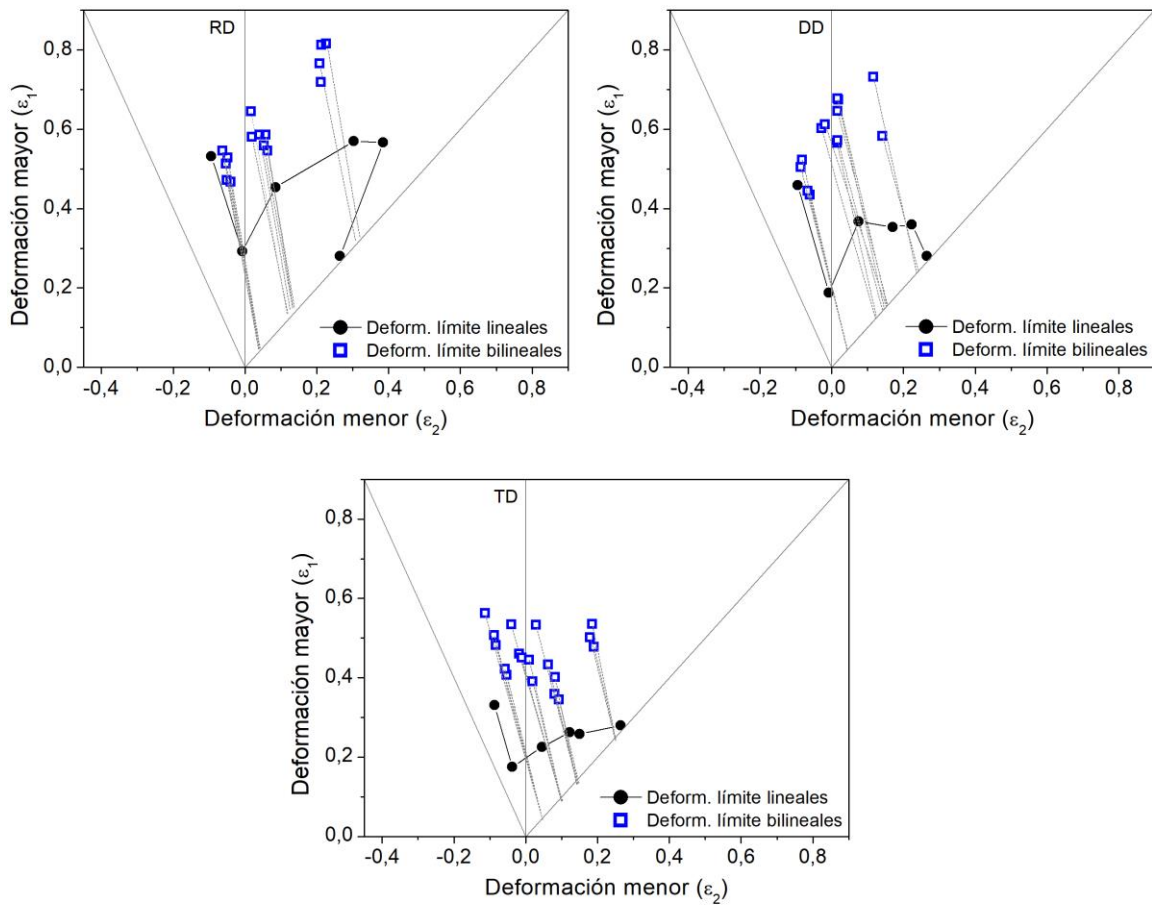


Figura 4-7: Deformaciones límite UAT en las direcciones RD, DD y TD luego de aplicar predeformación EBA. Las líneas de trazos indican el nivel de predeformación para el cual se realizó cada ensayo UAT.

A pesar de la mayor formabilidad generalizada exhibida por las deformaciones bilineales, algunas diferencias entre las direcciones de la sollicitación UAT pueden destacarse con claridad. La Figura 4-8 muestra, para cada orientación, las deformaciones límite UAT en función de la predeformación EBA. Para las probetas TD se encuentra el comportamiento esperado, es decir, la formabilidad decrece en tanto la predeformación aumenta. No obstante, para los casos RD y DD las deformaciones límite en tracción muestran poca o ninguna correlación con el nivel de predeformación. Vale destacar que, luego de la predeformación de 0,05 (deformación efectiva de von Mises de 0,10), se obtuvieron deformaciones límite prácticamente iguales para las tres orientaciones. Esto es particularmente notable teniendo en cuenta que para los ensayos UAT convencionales las deformaciones límite difieren mucho entre sí. Esta pérdida de anisotropía en la respuesta límite asociada a una predeformación biaxial indica que, más allá de los efectos anisotrópicos típicamente inducidos por la textura en los metales HCP, algún efecto debido a cambios microestructurales puede estar influenciando el comportamiento del material y no debería ser pasado por alto.

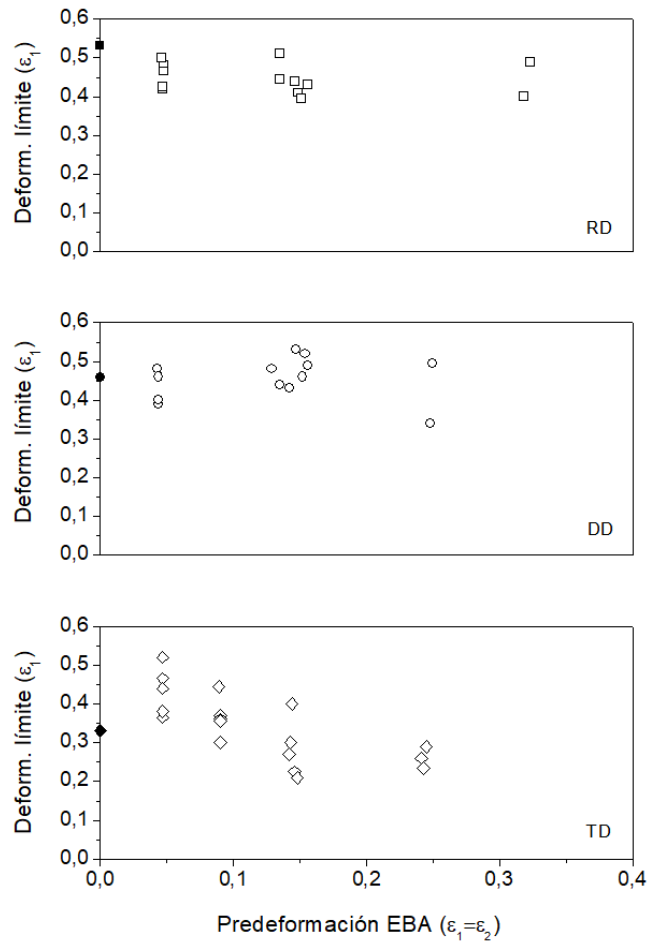


Figura 4-8: Deformaciones límite (deformación verdadera mayor) de las probetas UAT en función de la predeformación EBA (símbolos abiertos). Los símbolos sólidos indican las deformaciones límite de los ensayos UAT lineales, como referencia.

4.3.3. Comentarios adicionales

Diferentes factores podrían contribuir a la formabilidad extendida inesperada encontrada en esta chapa de Zn-Cu-Ti sometida a tracción uniaxial luego de una predeformación biaxial. Un primer aspecto a mencionar tiene que ver con una modificación apreciable de la microestructura registrada durante el proceso de deformación bilineal. En la Figura 4-9 se muestran los mapas de contraste de bandas (BC) obtenidos por EBSD en la chapa predeformada por estirado EBA (a) y luego de la segunda etapa UAT en la dirección RD (b). Recordemos que la microestructura inicial (sección 3.1.2) consiste en una distribución granular aproximadamente bimodal, con una población dividida entre granos relativamente pequeños y granos grandes. Luego de la deformación biaxial podemos notar una reducción apreciable del tamaño de grano promedio, junto con una tendencia de la microestructura a volverse más homogénea (Figura 4-9a y c). Este proceso, que podría asociarse a la recrystalización dinámica (DRX), parece estabilizarse durante la deformación por tracción subsiguiente (Figura 4-9b). Las distribuciones de tamaños de grano correspondientes se presentan en la parte media de la Figura

4-9. En la segunda etapa de deformación, la cantidad de granos sigue aumentando y la gran mayoría posee un tamaño pequeño, debido a la fragmentación de los granos inicialmente grandes. Además, el análisis de los bordes de grano indica que la deformación induce una disminución de la fracción de bordes de ángulo pequeño (LABs con $2^\circ < \omega \leq 5^\circ$) a la par de un incremento de los bordes de ángulo intermedio (LABs con $5^\circ < \omega \leq 15^\circ$) y ángulo elevado (HABs, $\omega > 15^\circ$).

Por otro lado, la textura cristalográfica luego del estirado EBA muestra la evolución esperada de los planos basales, los cuales tienden a alinearse con el plano de la chapa (Figura 4-9e; comparar con Figura 3-22). Los máximos de la distribución basal pasan de un ángulo de $\sim 23^\circ$ (material inicial) a $\sim 21,3^\circ$ respecto de la ND. No obstante, podemos notar que la intensidad de esta componente principal tiende a disminuir con respecto al estado inicial del material laminado, a pesar de que el efecto del deslizamiento cristalino debería tender a aumentarla. La alineación de los polos basales con la ND aumenta levemente con el ensayo UAT secundario (Figura 4-9f), como así también su intensidad (lo cual puede explicarse por la dirección puramente uniaxial de la segunda deformación). Esta evolución global de la textura difícilmente pueda ser la causa de la plasticidad extendida observada. Sin embargo, la rotación de la componente central junto con su simultánea atenuación podría dar cuenta de un efecto combinado de acomodamiento de la deformación por deslizamiento y recristalización dinámica, posiblemente de tipo continuo (CDRX) (Martin y Jonas, 2010).

En resumen, los aspectos comentados sobre la evolución de la textura, junto con el afinamiento del tamaño de grano y los cambios en las distribuciones angulares de sus bordes, sugieren que la formabilidad extendida encontrada podría ser consecuencia de un proceso de fragmentación granular por CDRX y/o recuperación dinámica (DRV).

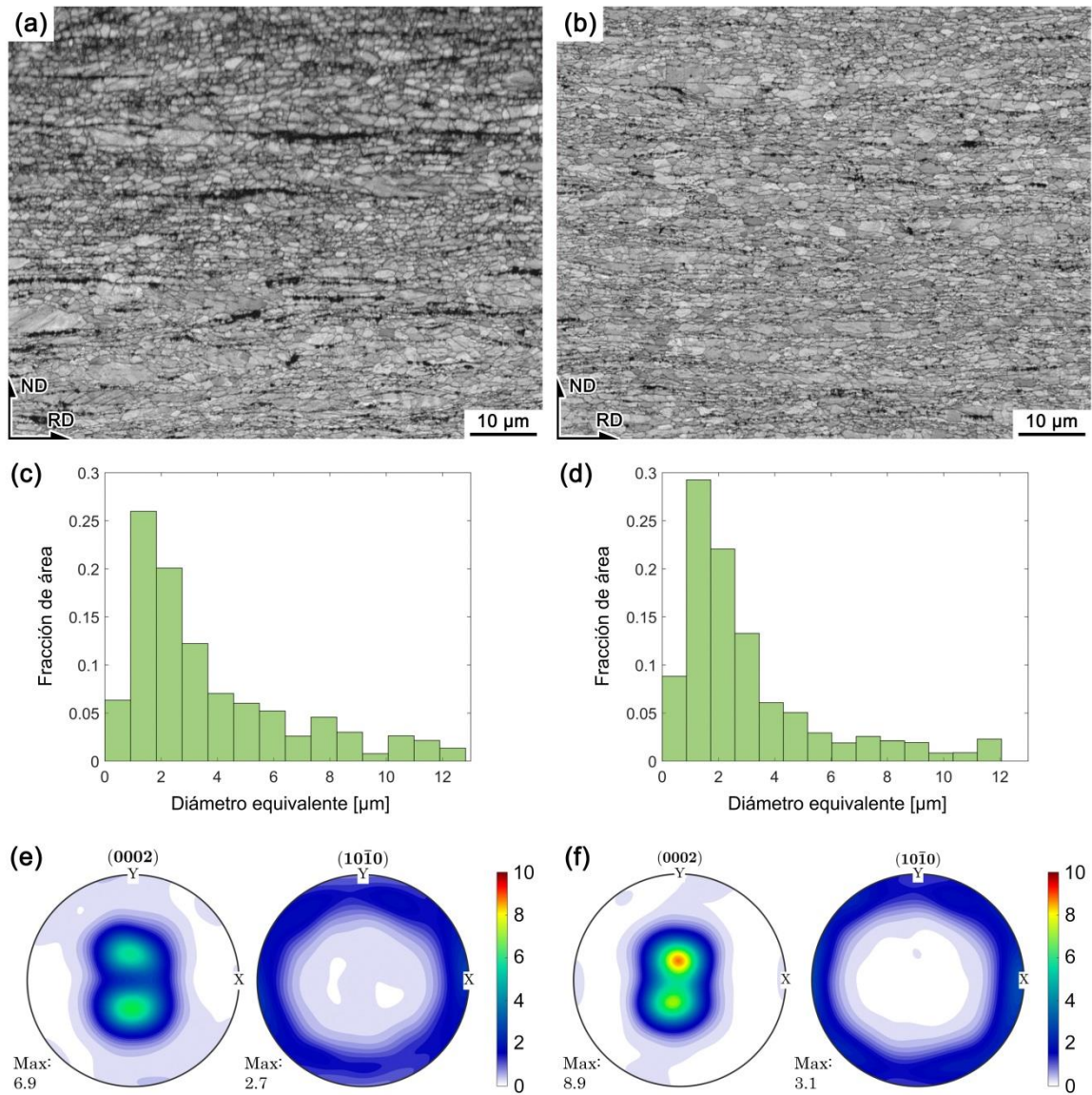


Figura 4-9: Análisis por EBSD de la microestructura de la chapa Zn-Cu-Ti de 0,65 mm deformada bilinealmente. Izquierda: predeformación EBA ($\epsilon_1 \sim 0,32$); derecha: deformación UAT en RD ($\epsilon_1 \sim 0,32 + 0,46$). (a) y (b): mapas BC en la sección RD-ND de la chapa; (c) y (d): distribución de tamaños de grano; (e) y (f): figuras de polo basal y prismáticas de las orientaciones medidas por EBSD (X // TD, Y // RD y Z // ND).

4.4. Conclusiones

La formabilidad de la chapa comercial de Zn-Cu-Ti ensayada bajo solicitaciones proporcionales es altamente anisótropa, lo cual se relaciona con la textura cristalográfica y la presencia de partículas de segunda fase alineadas con la RD. La existencia de una inusual caída de formabilidad cerca del estado EBA en RD se ha confirmado, aunque la dependencia de esta caída con la orientación de las fisuras no pudo ser observada.

El uso de un camino de deformación bilineal –expansión equibiaxial seguida de tracción uniaxial– produce un incremento sustancial de la formabilidad en el material analizado. No obstante,

las deformaciones límite más altas son menos sensibles a la orientación de la chapa en comparación con los caminos de deformación lineales. Las deformaciones límite bilineales en RD y DD son muy similares para todos los niveles de predeformación ensayados, mientras que en el caso TD los valores límite decrecen a medida que la predeformación aumenta.

Tal como comentamos más arriba, diversos factores pueden explicar este comportamiento límite inesperado. Claramente, la actividad de un proceso de recristalización dinámica (continua) podría ser determinante en este sentido, por lo que dicho fenómeno será el tema central del siguiente capítulo.

En lo que respecta al efecto de los cambios de camino en la formabilidad, sería conveniente desarrollar experimentos adicionales con el fin de analizar otras combinaciones de trayectorias bilineales. Por ejemplo, resultados preliminares en probetas predeformadas por UAT en las direcciones RD y TD, y luego recargadas en la dirección contraria, muestran un comportamiento límite extendido similar. Un estudio detallado al respecto está en progreso, siendo parte de un trabajo de tesis doctoral en curso del grupo.

Capítulo 5

Caracterización experimental de la recristalización dinámica en Zn-Cu-Ti

En este capítulo³⁷ se presenta un análisis microestructural de la aleación Zn-Cu-Ti sometida a deformación por tracción uniaxial mediante la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD). El objetivo buscado consiste en revelar las características principales de la evolución de la microestructura del material bajo estudio durante la deformación plástica a temperatura ambiente y baja velocidad de deformación. El afinamiento de la estructura granular se analiza en términos del desarrollo de subgranos dentro de granos inicialmente grandes, los que eventualmente evolucionan en granos con bordes de ángulo alto. Este mecanismo puede caracterizarse como un fenómeno de recristalización dinámica continua (CDRX), y emerge como un factor clave para explicar el proceso de fragmentación sufrido por los granos y la atenuación de la textura cristalográfica observados durante la deformación de esta aleación, como así también su ductilidad extendida bajo ciertas condiciones.

5.1. Introducción

Como se reseñó detalladamente en la sección 2.5, las características microestructurales de la recristalización dinámica (DRX) del Zn de baja aleación, y su relación con la resistencia mecánica y la formabilidad, no están completamente esclarecidos al día de hoy. La mayoría de los antecedentes en la literatura son previos al desarrollo de la técnica EBSD, mientras que la línea más reciente de aleaciones de Zn para aplicaciones biomédicas muestra todavía una cierta dispersión en lo que respecta a la explicación de los mecanismos microscópicos. En base a estos antecedentes, y teniendo en cuenta el efecto de formabilidad extendida descrito en el capítulo precedente, se decidió encarar un método de caracterización microestructural de la DRX de este material.

En las secciones siguientes se investiga, mediante microscopía de orientaciones, la evolución de la microestructura de la chapa de Zn-Cu-Ti de 0,65 mm al someterla a un ensayo de tracción bilineal. Los aspectos principales de esta evolución son analizados en términos de tamaño y morfología de grano, como así también del desarrollo de subestructuras que dan cuenta de un proceso de fragmentación granular que puede clasificarse como CDRX. Los resultados son complementados con

³⁷ El capítulo consiste en una reproducción del artículo: **Leonard M.**, Moussa C., Roatta A., Seret A., Signorelli J.W., *Continuous dynamic recrystallization in a Zn-Cu-Ti sheet subjected to bilinear tensile strain*, Materials Science and Engineering: A. Vol. 789 (2020) pp. 139689. La introducción del capítulo se complementa con el estado del arte del tema presentado en la sección 2.5.

un análisis de la influencia de la orientación en la fragmentación y un estudio del carácter de los bordes de grano y subgrano, junto con la evaluación del efecto de una velocidad de deformación elevada.

5.2. Material y procedimiento experimental

El material consiste en la chapa comercial Zn-Cu-Ti de 0,65 mm de espesor, caracterizada en el capítulo 3. A efectos de lograr una comparación directa entre el estado inicial del material y el deformado, en este capítulo se replica parte de la caracterización de la chapa inicial y se agregan resultados para profundizar su análisis. Al igual que para el estado inicial de este material, el análisis EBSD de las probetas deformadas se llevó a cabo mediante el equipo Bruker Quantax montado en un microscopio FEG-SEM Zeiss Supra40 y operado a 20 keV. Se tomaron mapas de 1200×900 puntos adquiridos sobre una grilla cuadrada con un paso de 94 nm (área total de los mapas: 122,8×84,6 μm^2). El posprocesamiento de los datos de EBSD se efectuó mediante MTEX, adoptando un umbral de misorientación $\omega=12^\circ$ para definir los bordes de grano de ángulo elevado (HABs). Los bordes detectados con una misorientación de entre 2° y 12° fueron considerados de bajo ángulo (LABs). En lo que respecta al análisis de la textura cristalográfica, las figuras de polo directas (PFs) fueron derivadas de la función distribución de orientaciones (ODF) calculada a partir de los datos crudos de EBSD.³⁸

La microestructura de la chapa Zn-Cu-Ti inicial medida por EBSD se presenta en la Figura 5-1, en la que se muestran los mapas de contraste de bandas (BC) correspondientes a la sección longitudinal (RD-ND) y al plano de la chapa (RD-TD). La morfología granular revelada por estos mapas presenta una distribución de tamaños aproximadamente bimodal, con una población de granos grandes alargados (tipo panqueque, ver flechas blancas), y una población diferenciada de granos pequeños con forma más equiaxiada (ver rectángulos en líneas de trazos). Recordemos que, para el rango de composición de esta aleación, el Cu permanece en solución sólida (Porter, 1991; cf. secciones 2.2 y 3.1). La baja solubilidad del Ti en el Zn resulta en la formación del compuesto intermetálico TiZn_{16} (Chen et al., 1995), el cual no es posible distinguir en los mapas BC debido al pequeño tamaño de sus partículas. Éstas se muestran con mayor detalle en la Figura 5-1c mediante una micrografía obtenida por SEM a una magnificación mayor. La fracción en peso de la fase intermetálica en la presente aleación ha sido estimada en $\sim 3\%$ máximo (Schlosser et al., 2017). Podemos notar que las partículas de TiZn_{16} tienen tamaño sub-micrométrico y forman finas bandas a lo largo de ciertos bordes de grano alineados con la RD. Esta es la microestructura de la chapa heredada del proceso de laminación, la que también resulta en la textura cristalográfica mostrada por las figuras de polo basal (0002) y prismática $\{10\bar{1}0\}$ en la Figura 5-1d. Como también se comentó en la sección 3.1, la componente principal de la textura consiste en una mayoría de granos con sus ejes *c* contenidos en el plano ND-RD y apuntando aproximadamente a $\pm 23^\circ$ de la ND. También puede verse que existe una orientación preferencial sutil de los polos prismáticos hacia la TD, aunque la distribución de esta orientación es bastante homogénea alrededor de la componente central.

³⁸ Para más detalles del procedimiento experimental adoptado para la técnica EBSD, remitirse a la sección 3.1.2.

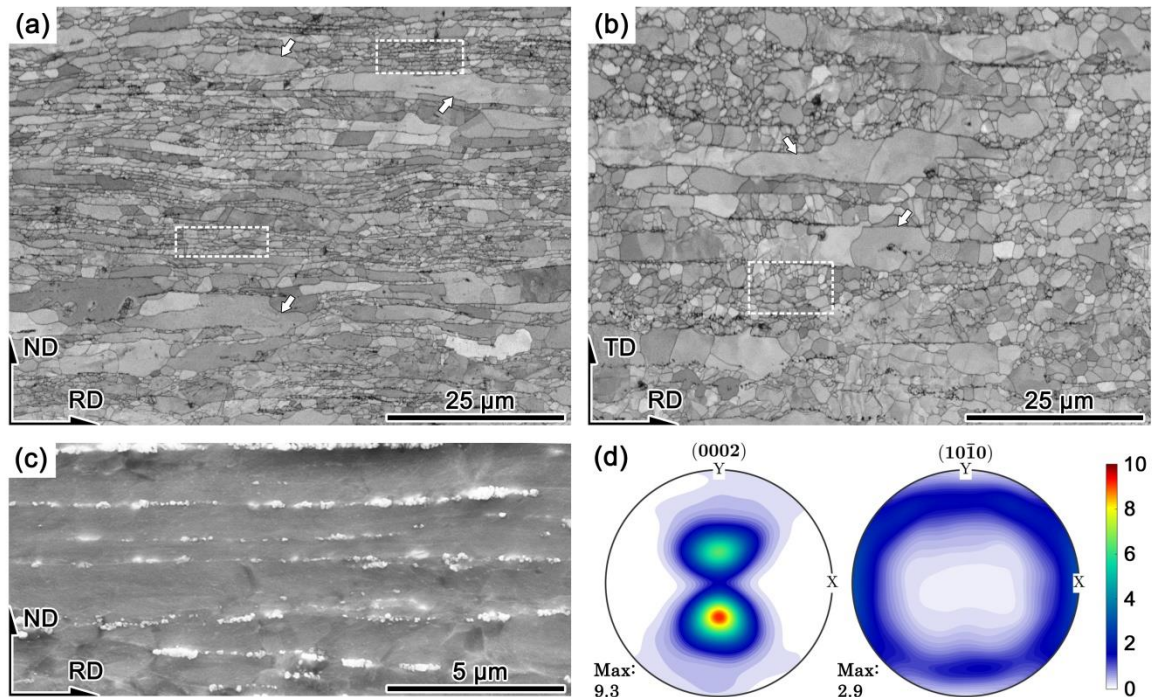


Figura 5-1: Microestructura y textura cristalográfica de la chapa de Zn-Cu-Ti en su condición inicial. (a) y (b): contraste de bandas (BC) de los mapas de EBSD tomados de las secciones RD-ND y RD-TD, respectivamente. (c) Micrografía de electrones secundarios revelando la fase $TiZn_{16}$. (d) Figuras de polos basal y prismática recalculadas de los datos de EBSD (X e Y corresponden a TD y RD, respectivamente).

Con el fin de simplificar el camino de deformación al que se somete al material, el análisis del efecto de la deformación plástica en la microestructura se limita a tracción uniaxial (UAT) a lo largo de la RD en dos pasos. Una probeta no estándar (140×85 mm) fue sometida a carga uniaxial en RD hasta una etapa temprana de la estricción localizada, correspondiente a una deformación verdadera promedio de $\sim 0,35$ (Figura 5-2). Luego, se extrajo una probeta más pequeña (11×4 mm) de una región que localmente había alcanzado una predeformación de $\sim 0,31$, con su eje longitudinal también paralelo a la RD. El segundo ensayo fue ejecutado hasta la fractura; el barrido EBSD se realizó sobre una zona que alcanzó una deformación total acumulada de $\sim 0,66$. Similarmente a lo reportado en el Capítulo 4 para los ensayos bilineales EBA+UAT, este ensayo de tracción bilineal en dos etapas (al cual referimos como UAT+UAT) permite lograr una deformación mayor que con un ensayo de tracción regular, dado que el efecto geométrico de la estricción difusa es eliminado al extraer la probeta menor. La Figura 5-2b muestra las curvas de fluencia del ensayo UAT+UAT. Vale aclarar que ensayos replicados dieron resultados similares, con una diferencia máxima en la segunda etapa de $\sim 10\%$ en tensión y $\sim 25\%$ en la elongación total (la dispersión relativamente grande de esta última propiedad es esperable en este material; Milesi et al., 2017).

Todos los ensayos fueron efectuados mediante un equipo de ensayo universal Instron 3382 a temperatura ambiente (~ 20 °C) y aplicando una velocidad de deformación ingenieril constante de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Para estudiar el efecto de una velocidad de deformación mayor, se ensayó una probeta de la segunda etapa a $5 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (los resultados se muestran y discuten en la sección 5.3.6). La probeta

grande de la primera etapa fue extraída de la chapa inicial por medio de una máquina de corte láser; las probetas pequeñas fueron cortadas mediante electroerosión (EDM). Se verificó que ambos procesos de corte no provocaran calentamiento significativo en el material. Las deformaciones fueron medidas mediante la técnica DIC (cf. sección 3.2). Los mapas de EBSD fueron tomados en la sección longitudinal de las probetas (plano RD-ND), en una región intermedia entre el eje medio de la chapa y su superficie.

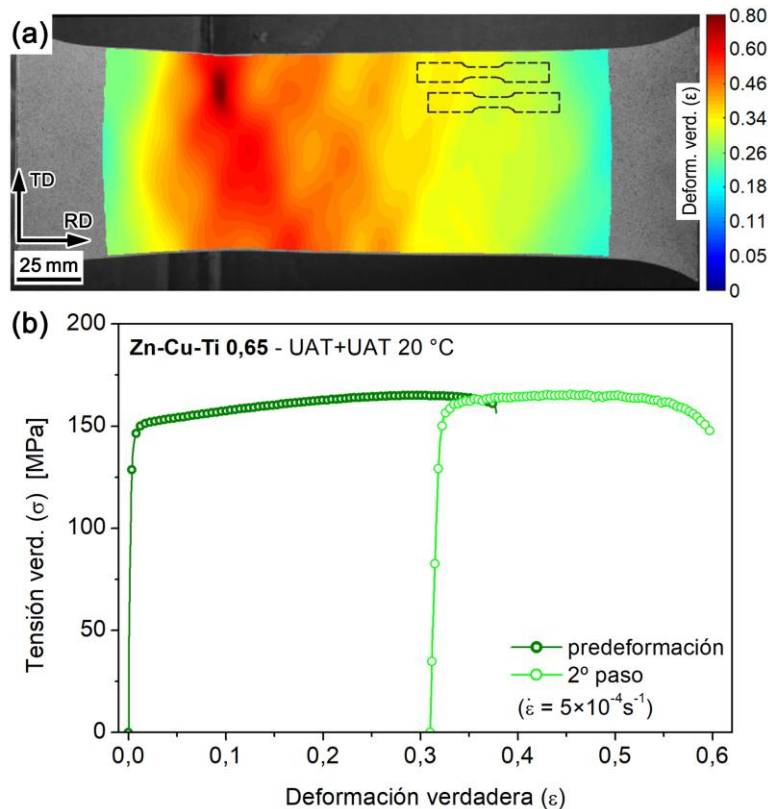


Figura 5-2: Ensayo de tracción bilineal (UAT+UAT) de la chapa Zn-Cu-Ti. (a) Probeta pre-deformada en RD con el campo de deformación verdadera mayor obtenido por DIC. La geometría de las probetas UAT secundarias se muestran en líneas de trazos. (b) Curvas de fluencia correspondientes. El valor de predeformación de la probeta secundaria es $\sim 0,31$.

5.3. Resultados y discusión

5.3.1. Evolución de la morfología granular básica y la textura

Los datos BC de los mapas EBSD fueron tomados como una primera aproximación al estudio de la evolución de la morfología granular (Figura 5-3). A partir de ellos, resulta evidente que el tamaño de grano tiende a reducirse con la deformación. Comparada con la condición inicial, la probeta predeformada en tracción (Figura 5-3a) presenta una menor cantidad de granos grandes. Esta tendencia es aún más evidente para el segundo ensayo de tracción ($\epsilon \sim 0,66$, Figura 5-3b), en cuyo mapa no parece quedar ningún grano con un tamaño del orden de los inicialmente grandes.

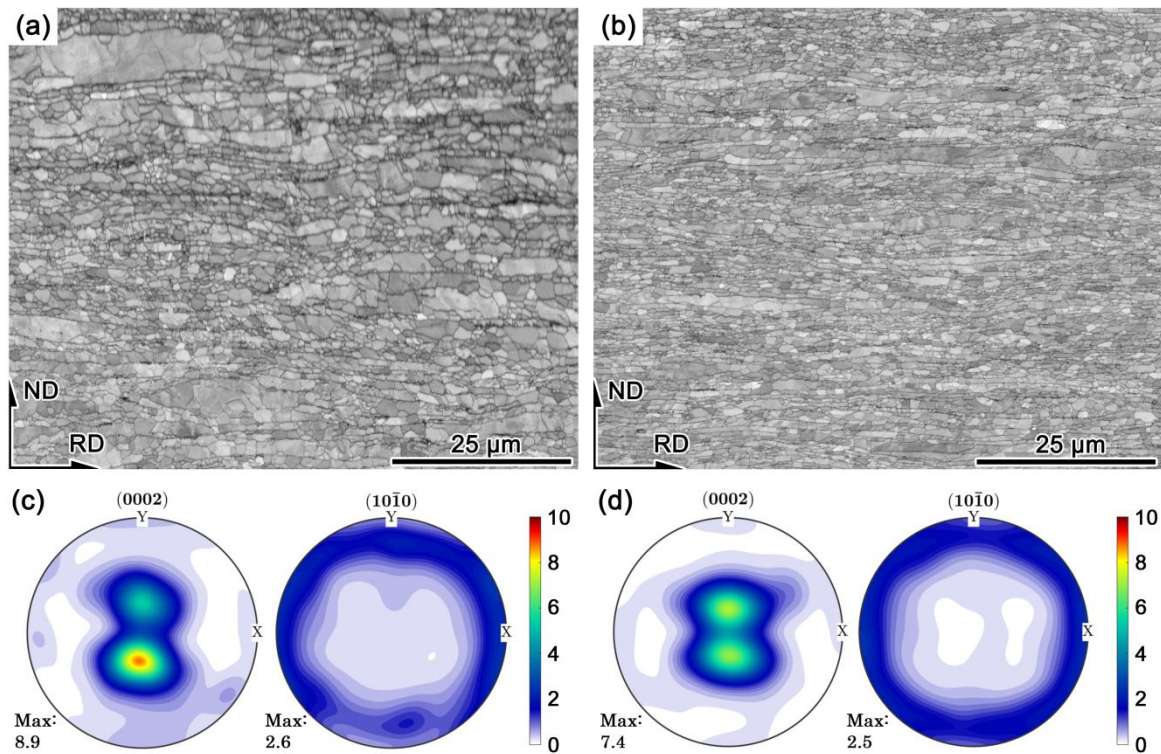


Figura 5-3: Mapas de contraste de bandas y figuras de polos de las probetas de Zn-Cu-Ti deformadas. (a) y (c): predeformación UAT ($\epsilon \sim 0,31$). (b) y (d): deformación UAT secundaria ($\epsilon \sim 0,66$). X e Y corresponden a las direcciones TD y RD, respectivamente.

La textura cristalográfica del material deformado, representado por las PFs basal y prismática (Figura 5-3c y d), muestra un disminución de intensidad moderada junto con una rotación de los ejes c ubicados en el plano RD-ND hacia la dirección ND. El ángulo entre las intensidades máximas y la ND cambia desde los 23° iniciales hasta 20° y 17° para los dos ensayos de tracción sucesivos, respectivamente. Esta evolución puede interpretarse como una alineación gradual de la mayoría de los planos basales con el plano de la chapa como consecuencia del deslizamiento basal, el cual es dominante en el zinc en las condiciones de deformación adoptadas (cf. secciones 2.3 y 2.4). Sin embargo, el debilitamiento de la componente principal de textura también debe ser tenido en cuenta, ya que el deslizamiento basal por sí solo no sería suficiente para explicarlo. Más aun, existe una leve dispersión de los polos prismáticos alrededor de la ND al final del proceso de deformación. La dispersión de la componente principal junto con la rotación de los planos prismáticos alrededor de la ND pueden estar relacionadas con la CDRX, como se discutirá luego.

5.3.2. Evolución del tamaño y la forma de los granos

La Figura 5-4 muestra los bordes de grano reconstruidos a partir de los datos EBSD, graficados sobre los mapas de figura de polo inversa (IPF). Por claridad, solo un detalle representativo de cada

mapa es mostrado. Las líneas negras corresponden a las HABs ($\omega > 12^\circ$) y las grises a las LABs ($2^\circ < \omega \leq 12^\circ$). Solo unas pocas maclas pueden detectarse en la microestructura, correspondientes al sistema de maclado mecánico de compresión $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$ (cf. Sección 3.1.2). La cuantificación de los bordes de macla con una tolerancia de 5° arroja una densidad de 0,060, 0,059 y 0,049 $\mu\text{m}/\mu\text{m}^2$ para cada nivel de deformación, lo que corresponde a solamente 4,5%, 4,1% and 2,5% de la densidad de bordes de grano totales, respectivamente. En la Figura 5-4d se muestra un detalle del mapa IPF inicial con el fin de ilustrar la detección de los bordes de macla (un mapa específico puede consultarse en el material suplementario, sección 5.5.1). Como se comentó previamente, aunque el maclado mecánico es un mecanismo de deformación relevante en los metales HCP, la presencia de Cu y Ti en las aleaciones de Zn tiende a disminuir su actividad (Philippe et al, 1994; Faur y Cosmeleață, 2006).

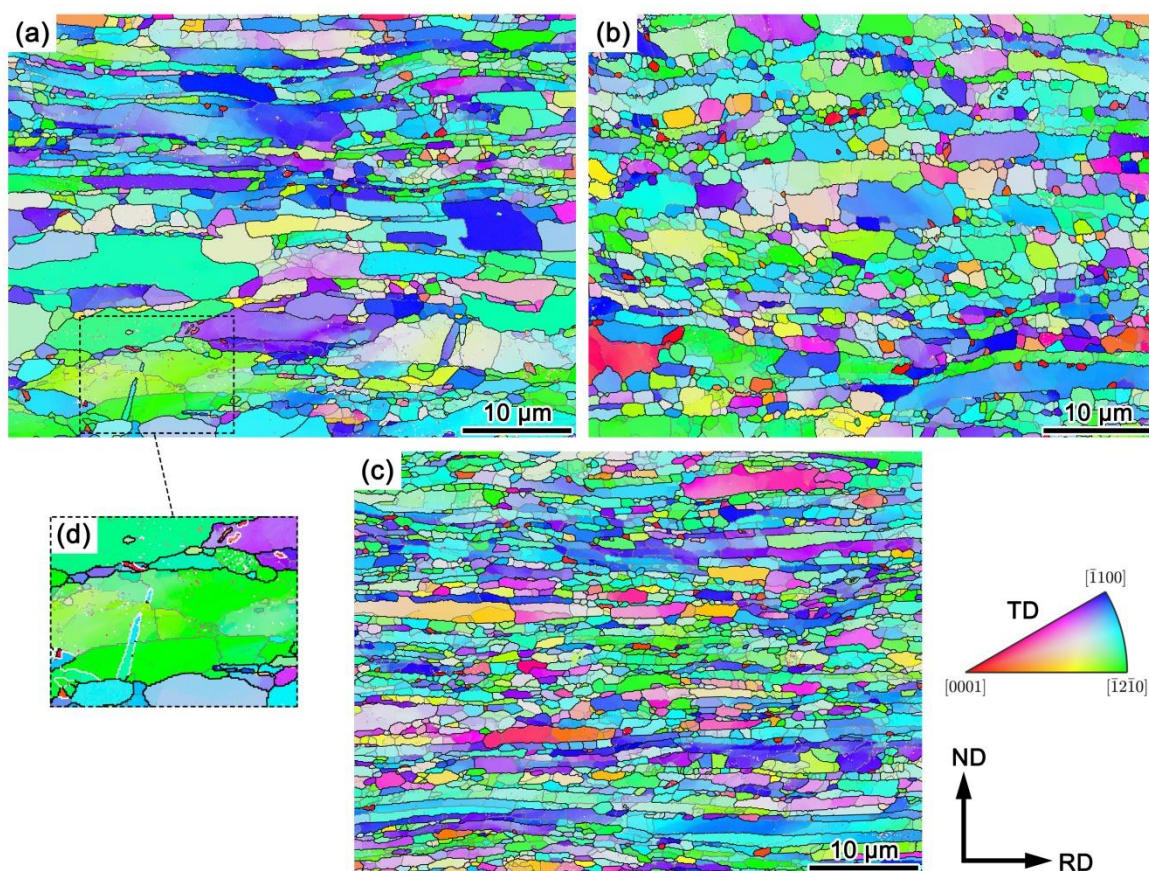


Figura 5-4: Bordes de grano graficados sobre los mapas de orientaciones correspondientes a la IPF en la dirección TD. (a) Chapa inicial; (b) predeformación UAT ($\epsilon \sim 0,31$); (c) deformación UAT secundaria ($\epsilon \sim 0,66$). Líneas negras: HABs ($\omega > 12^\circ$); líneas grises: LABs ($2^\circ < \omega \leq 12^\circ$). (d) Detalle mostrando los bordes de maclas $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$ con líneas blancas.

En la Figura 5-5 se presentan datos estadísticos derivados de la reconstrucción de los bordes de grano. La cantidad de granos se trata en términos de densidad (número de granos/área del mapa) a efectos de independizarla del tamaño de los mapas. El tamaño de grano es reportado mediante el valor del diámetro equivalente (sección 3.1.2). Los granos con un diámetro $\leq 0,33 \mu\text{m}$ (área ≤ 10 puntos

indexados para el paso usado) fueron descartados. Con fines de análisis, y teniendo en cuenta la distribución aproximadamente bimodal en la microestructura inicial, el conjunto de granos de cada muestra fue subdividido en dos poblaciones mediante un criterio de tamaño. Todos los granos con un diámetro equivalente mayor a $3 \mu\text{m}$ fueron designados como *granos grandes*; mientras que el resto fue asignado al conjunto de *granos pequeños*. Los valores de tamaño y relación de aspecto reportados en la Figura 5-5b y 5-5c corresponden al promedio aritmético de cada subpoblación, mientras que las barras de error corresponden al desvío estándar.

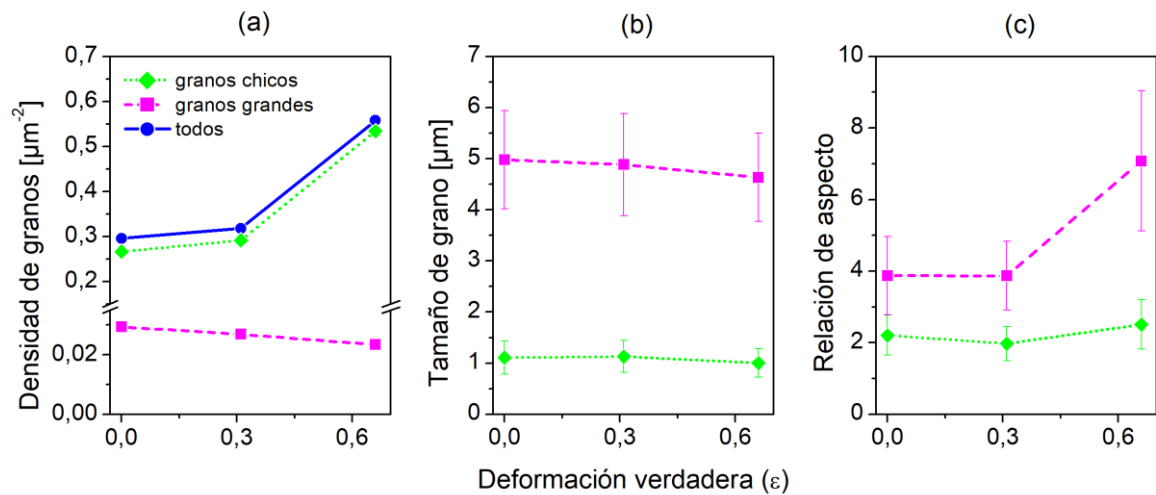


Figura 5-5: Estadísticas de granos de la microestructura de la chapa Zn-Cu-Ti para cada nivel de deformación, subdividiendo las poblaciones por un criterio de tamaño: (a) densidad numérica de los granos reconstruidos; (b) tamaños de grano promedio (calculados como diámetro de círculo equivalente); (c) relaciones de aspecto promedio. Las barras de error representan el desvío estándar de cada población.

Como puede verse en la Figura 5-5a, el incremento de deformación se correlaciona con un aumento de la cantidad de granos en la microestructura. La mayor parte de este incremento se explica por la multiplicación de granos pequeños generados por la fragmentación de los granos grandes. En efecto, la reducción de la densidad de granos grandes (desde $0,029$ a $0,023 \mu\text{m}^{-2}$, es decir, 25%) es acompañada por una leve reducción de su tamaño promedio (Figura 5-5b). Esta doble tendencia se relaciona con el hecho de que el incremento numérico de granos pequeños da cuenta de una fracción superficial creciente: la fracción del mapa abarcada por granos chicos crece de 35% a 40% luego del primer paso UAT, y hasta 55% luego del segundo ensayo. Cabe aclarar que el tamaño general de los granos es relativamente pequeño, incluso para aquellos granos aquí considerados grandes. Particularmente para el conjunto de granos pequeños, su valor medio de $\sim 1 \mu\text{m}$ está debajo del rango de tamaños típicos ($\sim 3\text{--}10 \mu\text{m}$) logrados mediante los procesos termomecánicos de manufactura (Langdon, 2013). Tamaños de grano de este orden han sido reportados en la literatura temprana de chapas de zinc de grano fino producidas por laminación a temperatura ambiente (Chollet, 1968; Williams et al., 1969). Además, algunos trabajos en busca de superplasticidad con la aleación Zn-

0,4%Al hallaron un tamaño de grano óptimo de $\sim 0.5-1 \mu\text{m}$ sin la necesidad de aplicar procesos de deformación plástica severa (Naziri y Pearce, 1969b, 1974).

Con respecto a la forma de los granos, de la Figura 5-5c puede apreciarse que los granos pequeños están levemente alargados en la dirección RD, pero su relación de aspecto se mantiene casi constante durante todo el proceso de deformación. Por otro lado, los granos grandes –particularmente al nivel de deformación UAT mayor– están mucho más elongados a lo largo de la RD. El estiramiento de granos en la dirección de la tensión aplicada es un fenómeno típico de la acomodación de deformación plástica de agregados policristalinos; no obstante, como se verá a continuación, en el caso de la chapa Zn-Cu-Ti bajo estudio la elongación de los granos grandes está acompañada por su fragmentación.

5.3.3. Fragmentación de los granos por desarrollo de subgranos

Los bordes de bajo ángulo (LABs) graficados sobre los mapas de la Figura 5-4 permiten visualizar la subestructura desarrollada dentro de los granos grandes como consecuencia de la deformación impuesta. La generación de bordes con misorientaciones de ángulo pequeño es el aspecto microestructural típico de la recuperación o de la recristalización durante los procesos de deformación plástica, esto es, durante la DRV o la DRX (Huang y Logé, 2016; Humphreys y Hatherly, 2004). En nuestro caso, la observación de la microestructura revela que los granos grandes sufren un proceso de subdivisión o fragmentación desarrollando LABs, sea en la forma de subgranos o bien como bordes internos que aparecen como un paso previo a la formación de subgranos. Un examen más detallado de este aspecto es presentado en la Figura 5-6, en la cual se muestra un recorte del mapa correspondiente a la predeformación UAT. Con el fin de analizar la evolución general de los subgranos respecto de sus granos grandes, siguiendo la Figura 5-6 definimos los subgranos (o fragmentos) como las regiones al interior de cada grano grande formadas por LABs cerradas ($2 < \omega \leq 12^\circ$; zonas azules en la Figura 5-6). Un grano grande, a su vez, es considerado no fragmentado si no contiene ningún subgrano, o bien si posee un área no fragmentada mayor que la mitad de su superficie total (regiones azul claro en la Figura 5-6). Como muestra la Figura 5-7, durante la deformación se registra un importante incremento de la cantidad de subgranos. Además, la fracción de granos grandes no fragmentados tiende a decrecer marcadamente, lo que implica que al interior de los granos de mayor tamaño hay un proceso de formación de subgranos crecientemente más acentuado. Estas observaciones son claramente consistentes con un proceso de fragmentación. Por otra parte, durante la deformación, la forma y el tamaño medio de los subgranos (bordes rojos gruesos en la Figura 5-6) son equivalentes a los de los granos pequeños (bordes grises). Asimismo, las densidades de subgranos y de granos chicos aumentan de manera similar, como puede verse en la Figura 5-7.

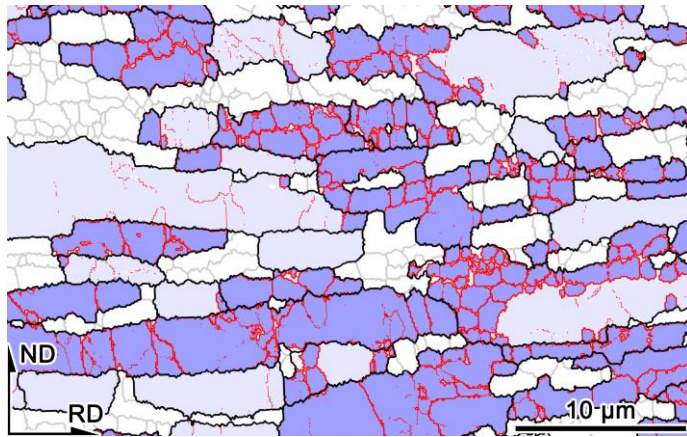


Figura 5-6: Detalle del mapa $\epsilon \sim 0,31$ ilustrando la fragmentación de los granos grandes. Líneas grises: HABs de los granos pequeños ($\leq 3 \mu\text{m}$); líneas negras: HABs de los granos grandes ($> 3 \mu\text{m}$); líneas rojas gruesas: LABs de los subgranos dentro de los granos grandes; líneas rojas finas: LABs internas. Azul: subgranos pertenecientes a los granos grandes; azul claro: granos grandes sin subgranos o región de un grano grande con un área mayor que el 50% del área total del grano (i.e., granos grandes no fragmentados).

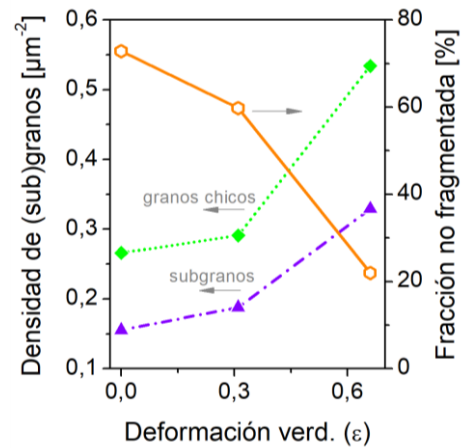


Figura 5-7: Evolución de las poblaciones de granos y subgranos, y de la fracción de granos grandes no fragmentados (la densidad numérica de los granos pequeños se repite de la Figura 5-5 como referencia).

Estudiando los gradientes de misorientación a través de los granos grandes puede realizarse un análisis más detallado de la evolución de los subgranos. Esto se ilustra en la Figura 5-8, para la cual se seleccionaron regiones representativas de las microestructuras deformadas. A partir de la probeta predeformada (Figura 5-8a) se observa que muchos subgranos se desarrollan por un incremento progresivo de misorientación desde el centro de los granos grandes padres hacia sus bordes, tal como lo indican los perfiles de misorientación acumulativa sobre las líneas A1 y A2. El gradiente de la línea A1 es más suave y los bordes atravesados poseen ángulos de misorientación pequeños, lo que refleja una etapa temprana del proceso de fragmentación para el grano seleccionado. Los subgranos atravesados por la línea A2 tienen bordes de mayor ángulo y dan cuenta de una acumulación de misorientación más pronunciada desde el centro del grano padre hasta su periferia. Esta evolución es usualmente reportada como el mecanismo mediante el cual las aleaciones de Mg sufren CDRX por rotación gradual de la red cristalina (Beer y Barnett, 2007; Ion et al., 1982; Miura et al., 2012).

Los perfiles de misorientación sobre las líneas B1 y B2 (Figura 5-8b y e), correspondientes al mayor nivel de deformación, ilustran una etapa más avanzada del proceso de fragmentación, puesto que la mayoría de los sub-bordes presentan ángulos de misorientación más altos que los del caso previo. Más aún, algunos bordes ya han superado el umbral de 12° , volviéndose así el borde HAB de un grano pequeño recién recrystalizado. Nótese que, en la región del mapa detallada en la Figura 5-8b, la mayor parte de los granos grandes se ha fragmentado completamente, ya que se han desarrollado LABs sobre todo su volumen. En el material suplementario del Capítulo se presentan algunos perfiles de misorientación adicionales (sección 5.5.2).

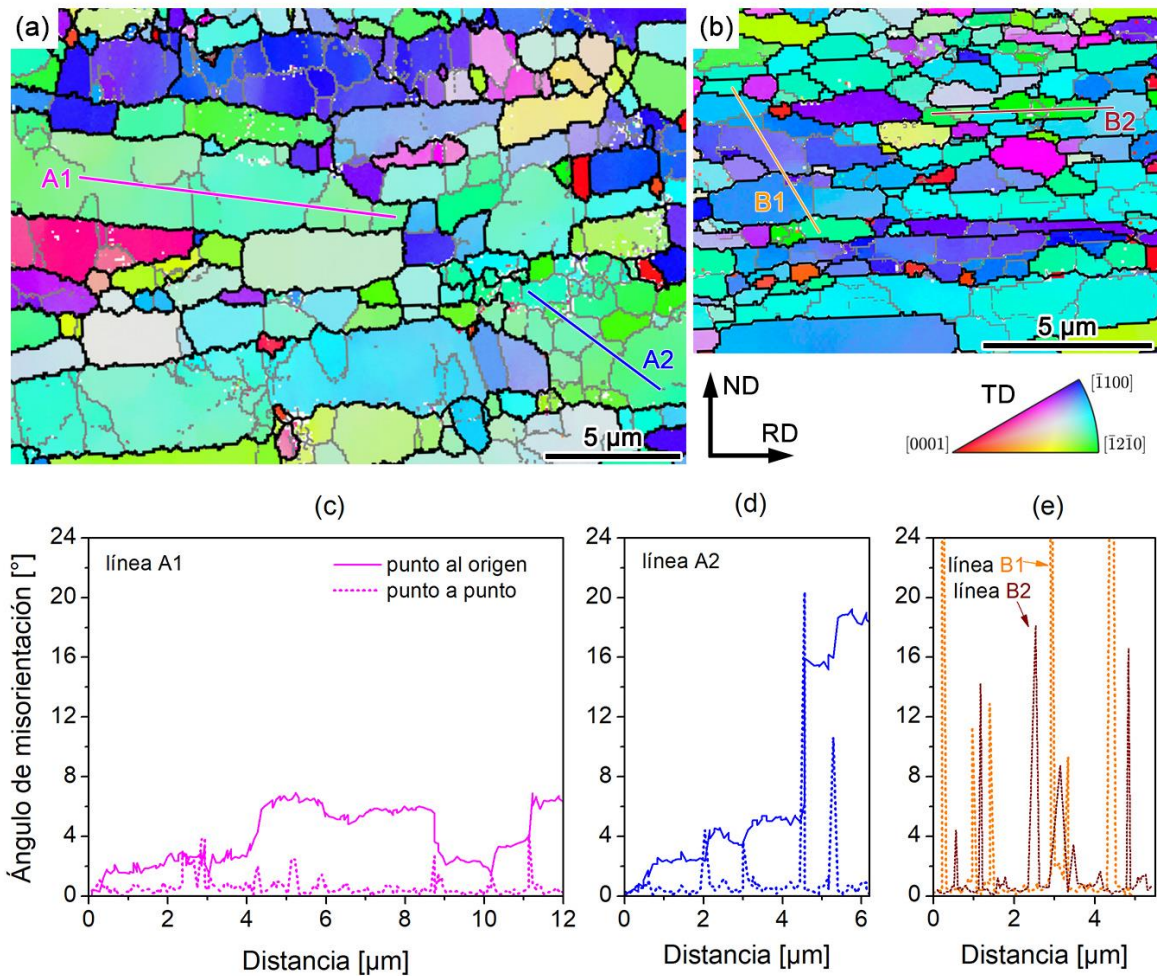


Figura 5-8: Gradientes de misorientación a través de granos fragmentados. (a) y (b) Detalle de mapas de EBSD del primer ($\epsilon \sim 0,31$) y segundo ($\epsilon \sim 0,66$) ensayo UAT, respectivamente. (c-e) Cambios del ángulo de misorientación sobre las líneas indicadas en los mapas (líneas sólidas: misorientación acumulada respecto al origen; líneas punteadas: misorientación punto a punto).

Resumiendo, la evolución analizada de los (sub)bordes y las similitudes de tamaño y forma entre los subgranos y los granos pequeños, indican un proceso de fragmentación continuo que da lugar a la generación de subgranos que evolucionan para volverse granos pequeños rodeados por HABs. Observaciones similares se han reportado para diversas aleaciones de Mg que exhiben CDRX bajo diferentes condiciones de deformación (Martin y Jonas, 2010; Tan y Tan, 2003; Yang et al., 2003; Zhou et al., 2018). Por lo tanto, se concluye que el proceso de afinamiento registrado durante la deformación plástica de la presente aleación de Zn-Cu-Ti puede clasificarse como CDRX, sin influencia significativa del maclado.

La partición de la población de granos por tamaño en relación al fenómeno de fragmentación es consistente con un análisis de la dispersión de sus orientaciones internas. El valor promedio de la dispersión de orientaciones por grano es un parámetro denominado *grain orientation spread* (GOS), y es usualmente empleado para identificar granos recrystalizados en microestructuras deformadas

(Barrett et al., 2017; Wright et al., 2011). Para cada grano i el valor de GOS se calcula (Allain-Bonasso et al., 2012):

$$GOS_i = \frac{1}{K_i} \sum_{k=1}^{K_i} \omega_{ik}, \quad (5-1)$$

donde K_i es el total de pixeles del grano y ω_{ik} es el ángulo de misorientación entre la orientación del pixel k y la orientación media del grano i . Para un conjunto de N granos se determina entonces el GOS promedio:

$$GOS = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N GOS_i. \quad (5-2)$$

Los mapas de GOS por grano para las condiciones analizadas se presentan en la Figura 5-9a-c, mientras que la Figura 5-9d muestra los valores de GOS para las subpoblaciones de granos chicos y grandes promediados sobre cada mapa. Puede notarse que la mayoría de los granos pequeños exhiben valores de GOS bajos, y que éstos se mantienen aproximadamente constantes para los tres niveles de deformación. Por otro lado, los granos grandes presentan valores de GOS más dispersos, pero en promedio siempre más altos que los granos chicos. Además, el GOS medio de la población de granos grandes aumenta con la deformación. Esos valores son compatibles con la descripción precedente del fenómeno de CDRX, en el sentido de que los granos grandes acomodan buena parte de la deformación desarrollando distorsiones reticulares internas y subgranos, que eventualmente devienen en pequeños granos nuevos recristalizados. Sin embargo, este análisis no debe ser tomado como una demostración integral de la ocurrencia de CDRX, debido al hecho de que el parámetro GOS es sensible al tamaño y forma de los granos (Wright et al., 2011; Allain-Bonasso et al., 2012). Éste es el motivo por el cual se prefirió el análisis previo en términos de subgranos y la evolución de sus bordes.

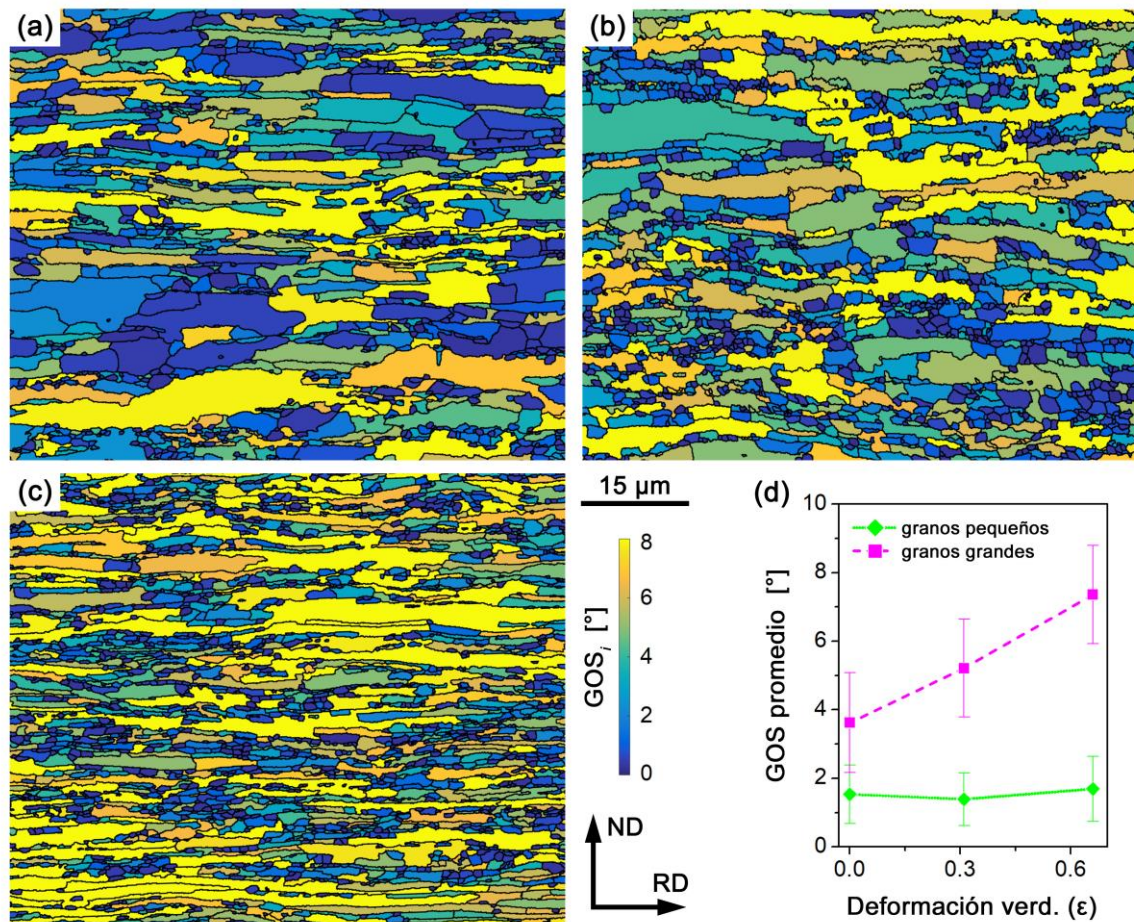


Figura 5-9: Mapas de la dispersión de orientación por grano (GOS_i) para la chapa Zn-Cu-Ti bajo estudio. (a) Estado inicial; (b) predeformación UAT ($\epsilon \sim 0,31$); (c) deformación UAT secundaria ($\epsilon \sim 0,66$). Los bordes de alto ángulo ($\theta > 12^\circ$) se muestran en líneas negras. (d) Valores de GOS promedio para las subpoblaciones de granos de cada mapa (las barras de error representan el desvío estándar).

Es interesante destacar que el proceso de fragmentación descrito hasta aquí no parece comenzar con la deformación por tracción, puesto que la microestructura inicial ya exhibe una cantidad importante de subgranos y sub-bordes al interior de los granos grandes. Evidentemente, el proceso de laminado final de la chapa produce una fragmentación parcial de la estructura de colada y laminación en caliente de una manera que puede ser inferida a partir de los datos EBSD del material inicial. Adicionalmente, aunque el objetivo de nuestro estudio no consiste en investigar el proceso de fabricación de la chapa comercial, la presencia de la fase intermetálica $TiZn_{16}$ a lo largo de algunos bordes de grano (Figura 5-1) puede contribuir al mecanismo de fragmentación. Trabajos tempranos sobre zinc de baja aleación han postulado que la capacidad de afinamiento de grano de las aleaciones basadas en Ti se debe a la presencia de fases intermetálicas (Neumeier y Risbeck, 1970); y también se ha reportado que las partículas de impurezas a lo largo de bordes de grano en Zn-CP estabilizan su estructura de grano fino (Williams et al., 1969).

5.3.4. Influencia de la orientación en la fragmentación

Con respecto a la orientación de los granos grandes y su relación con la componente principal de textura, el fenómeno de fragmentación parece diferir entre los granos que tienen su eje c más alineado con la dirección ND que aquellos que tienden a estar más recostados sobre el plano de la chapa. En este sentido, se dividió la población de granos grandes en dos grupos de acuerdo a su orientación promedio: por un lado, los granos grandes cuyos ejes c tienen una desviación angular con la ND mayor que 45° (grupo I); y, por el otro, aquellos granos grandes cuyos polos basales están alineados con la ND con una desviación angular menor que 45° (grupo II). Los granos que cumplen la primera condición para los tres estados considerados conforman una fracción de solamente el 20%, 18% y 11%, respectivamente, de la población total de granos grandes. Por su parte, el grupo II comprende los granos grandes contenidos en la componente principal de textura, y de ahí su mayor fracción relativa. Siguiendo la Figura 5-10a, la fracción fragmentada de los granos grandes pertenecientes al grupo I es menor que la del grupo II, particularmente para el estado inicial. Después del primer ensayo de tracción hay un incremento notorio de la porción fragmentada del grupo I, pero ésta es todavía inferior que la fracción de granos fragmentados cercanos a la componente principal de textura (grupo II). Además, la cantidad promedio de subgranos contenidos en los granos fragmentados (Figura 5-10b) es mayor para el grupo II, y dicho indicador aumenta con la deformación más rápidamente que el correspondiente al grupo I. El tamaño de grano promedio de ambos grupos es aproximadamente el mismo. En resumen, los granos con orientaciones cercanas a la componente principal de textura se fragmentan más fácilmente que aquellos que poseen su eje c cercano al plano de la chapa, contabilizando alrededor del 90% de los subgranos desarrollados a lo largo de todo el proceso de deformación.

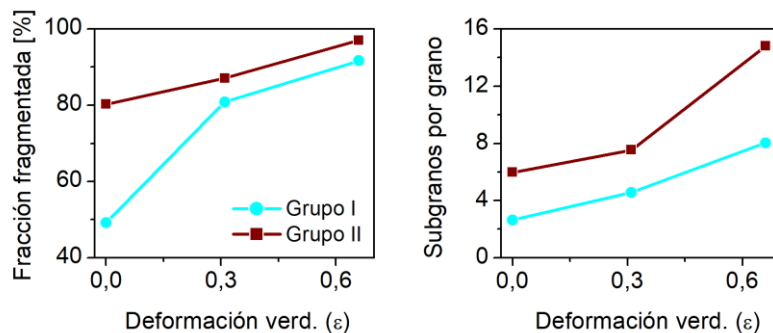


Figura 5-10: Diferencias en el proceso de fragmentación de la chapa Zn-Cu-Ti según la orientación promedio de los granos grandes. Grupo I: granos grandes cuyos ejes c presentan un desvío angular mayor que 45° respecto de la ND, grupo II: granos grandes con ejes c inclinados a menos de 45° de la ND. La fracción fragmentada (a) y la cantidad promedio de subgranos por grano (b) son mayores para los granos del grupo II.

Las diferencias en el comportamiento en fragmentación según la orientación son comunes en otros materiales, como por ejemplo en los metales FCC con granos pertenecientes a la orientación tipo

Goss (Humphreys y Hatherly, 2004). En el caso de las aleaciones hexagonales, debido a su anisotropía cabe esperar que la textura juegue un rol aún más importante en los mecanismos de DRX; éste es el caso, de hecho, en las aleaciones de Mg, tal como se apunta en la reseña de Kaibyshev (2012). Del Valle y Ruano (2008) encontraron que la DRX es realizada en una aleación AZ31 traccionada a $\sim 0.5-0.6T_f$ cuando el eje de carga es perpendicular al eje c en probetas con una textura basal fuerte. Los autores atribuyeron este comportamiento a la mayor actividad de deslizamiento múltiple en lugar de deslizamiento basal simple. Similarmente, Kaibyshev (2012) afirma que, como el deslizamiento no basal es obligatorio para el desarrollo de CDRX en las aleaciones de Mg, las texturas que inhiben la actividad basal son óptimas para el afinamiento de grano por medio de CDRX. Por lo tanto, estas observaciones guardan similitud con lo analizado para la presente chapa de Zn-Cu-Ti, en el sentido de que el proceso de CDRX es intensificado en los granos que poseen su eje c más alineado con la ND, para los cuales el deslizamiento basal $\langle a \rangle$ está geoméricamente menos favorecido que el piramidal-II $\langle c + a \rangle$. Por otra parte, simulaciones efectuadas por medio del modelo VPSC-afín³⁹ muestran que los granos pertenecientes al grupo II exhiben una actividad piramidal-II $\sim 60\%$ más alta que los granos del grupo I.

5.3.5. Análisis de bordes de (sub)grano

Profundizando en el proceso de fragmentación de los granos del grupo II, la evolución de los bordes de sus subgranos puede ser analizada en términos de sus ángulos y ejes de misorientación. Computando la longitud de las LABs con ángulos de misorientación en los rangos $2^\circ < \omega \leq 6^\circ$ y $6^\circ < \omega \leq 12^\circ$, puede calcularse la fracción de este tipo de sub-bordes para los tres niveles de deformación considerados. Este conteo incluye las LABs internas que no llegan a formar un subgrano cerrado, con el fin de capturar el proceso de formación gradual de un fragmento. Es importante notar que estos sub-bordes internos dan cuenta de casi la mitad de la fracción de LABs en el estado inicial. Aunque la fracción del rango $2^\circ < \omega \leq 6^\circ$ duplica aproximadamente a la del rango $6^\circ < \omega \leq 12^\circ$ en los tres niveles de deformación, la primera fracción decrece con la deformación (desde $\sim 19\%$ a $\sim 16\%$) y la última aumenta desde $\sim 8\%$ al 11% . Además, las LABs internas que aún no forman un subgrano pertenecen mayoritariamente al rango $2^\circ < \omega \leq 6^\circ$, y su longitud total se reduce notablemente entre la condición inicial y la final.

La Figura 5-11 muestra la distribución de ejes de misorientación de las LABs, separadas en los dos rangos angulares mencionados, y también de los bordes entre granos pequeños cuyo ángulo de misorientación está en el rango $12^\circ < \omega \leq 20^\circ$ (esto es, aquellos subgranos cuyos bordes asumimos que evolucionaron recientemente de LABs a HABs). Las distribuciones de eje se presentan en la Figura 5-11 como gráficos de densidad de probabilidad sobre el triángulo unitario de la proyección estereográfica, reflejando así la importancia relativa de ciertos ejes de misorientación a través de los

³⁹ Considerando CRSSs relativas de 15 y 10 para los sistemas prismático y piramidal-II, respectivamente, con respecto al sistema basal; y una relación de aspecto de la inclusión elipsoidal de 2,4:1,4:1, equivalente a la relación de aspecto promedio medida en la microestructura inicial (cf. sección 3.1.2).

(sub)bordes. La fracción de LABs del rango $2^\circ < \omega \leq 6^\circ$ exhibe una distribución de ejes basada predominantemente en rotaciones alrededor de direcciones paralelas al plano basal (direcciones $\langle uv\bar{t}0 \rangle$), particularmente para los niveles de deformación más bajos. Por otro lado, las LABs del rango $6^\circ < \omega \leq 12^\circ$ presentan una tendencia creciente de rotaciones alrededor de la dirección $[0001]$. Además, es interesante notar que los bordes de los granos pequeños recientemente formados ($12^\circ < \omega \leq 20^\circ$) también tienen distribuciones de eje concentradas en el polo basal, incluso más pronunciadas que para las LABs anteriores.

Aplicando el mismo análisis a las LABs desarrolladas dentro de los granos grandes más inclinados respecto del plano de la chapa (grupo I), se encontró que la distribución de ejes corresponde mayormente a rotaciones alrededor de las direcciones $\langle uv\bar{t}0 \rangle$. Esta tendencia es la misma para todo el rango angular de LABs.

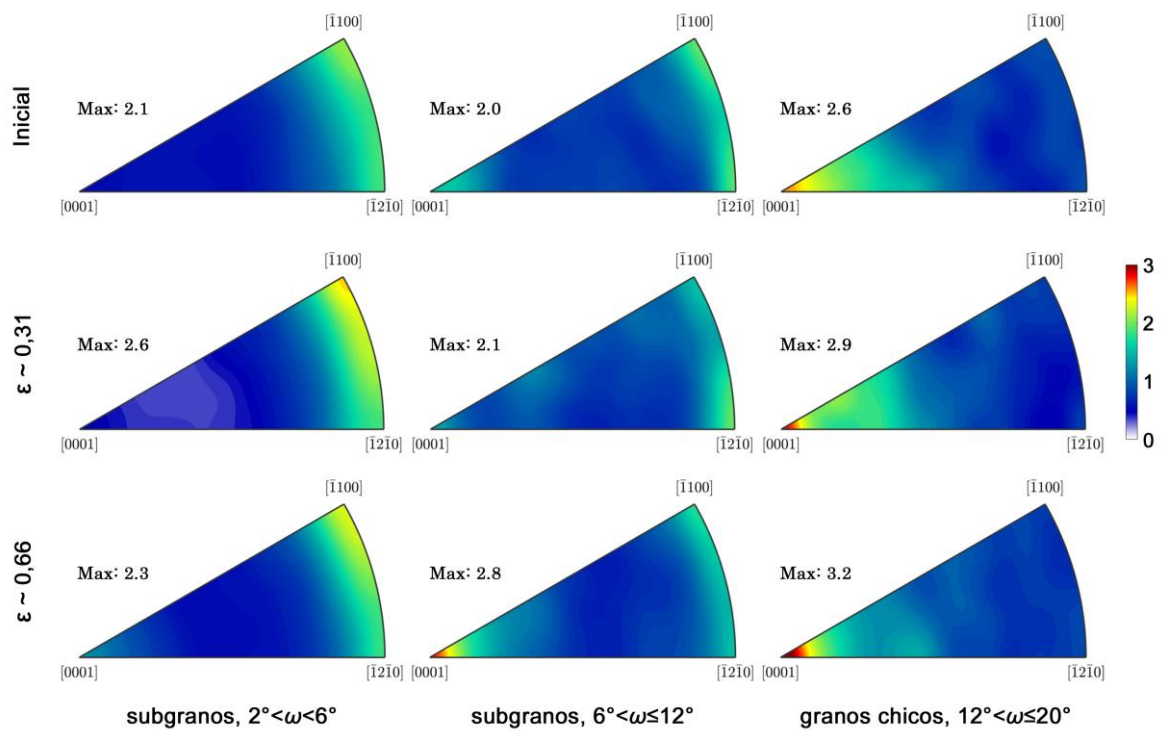


Figura 5-11: Distribución de ejes de misorientación a través de los bordes de grano (dentro de los granos grandes con eje c inclinado a $<45^\circ$ de la ND) para las condiciones indicadas. Columnas izquierda y central: LABs dentro de los rangos angulares especificados. Columna derecha: HABs de los granos pequeños con ángulos de misorientación en el rango 12° – 20° .

Desde una perspectiva de plasticidad cristalina, las diferencias de orientación entre (sub)granos por rotaciones alrededor de un eje paralelo al plano basal podrían explicarse por deslizamiento en los sistemas basal $\langle a \rangle$ y piramidal-II $\langle c + a \rangle$. Las rotaciones alrededor del eje c , por otro lado, podrían deberse a deslizamiento prismático $\langle a \rangle$ según un análisis por ejes de Taylor (Barrett et al., 2017); o bien por deslizamiento múltiple del sistema piramidal-II $\langle c + a \rangle$. Dado que la actividad prismática ha sido raramente detectada en Zn a temperatura ambiente (Gilman, 1956; Parisot et al., 2004), las rotaciones

alrededor del eje c observadas para los rangos de misorientación intermedios (es decir, entre 6° y 20°) podrían ser atribuidas al deslizamiento múltiple en el sistema piramidal-II. Esto es consistente con la discusión anterior respecto del rol de la actividad $\langle c + a \rangle$ en la CDRX de los granos del grupo II.

A pesar de que este análisis requeriría de una inspección más exhaustiva del carácter de los bordes y de las dislocaciones geoméricamente necesarias, los mecanismos involucrados pueden explicar la estabilidad y la atenuación moderada de la textura observada durante la deformación. En efecto, los granos cuyos planos basales están muy inclinados respecto del plano de la chapa tienden a rotar –principalmente por deslizamiento basal– hacia la ND, estabilizando así la componente mayoritaria de la textura. Por su parte, los granos grandes orientados cerca de la componente principal de textura acomodan la deformación fundamentalmente mediante el desarrollo de subgranos cuyas orientaciones son similares a la de sus granos padres, aunque con una leve rotación, tanto alrededor de las direcciones $\langle uvw \rangle$ como del eje $[0001]$, por efecto de una actividad combinada de los sistemas basal $\langle a \rangle$ y piramidal $\langle c + a \rangle$. Estas rotaciones tienden a constituir la leve dispersión de la textura alrededor de su componente principal. En la literatura sobre aleaciones de Mg se han reportado hallazgos afines en relación al debilitamiento de la textura por rotación de subgranos durante la CDRX (Martin y Jonas, 2010; Zhou et al., 2018).

5.3.6. Efecto de una velocidad de deformación elevada

Ya que la CDRX es un fenómeno activado mecánica y térmicamente (Galiyev y Kaibyshev, 2001; Humphreys y Hatherly, 2004), y considerando que para el Zn la temperatura ambiente corresponde a $0,42T_f$, cabría esperar que un cambio en la velocidad de deformación influya en los mecanismos de deformación del material bajo estudio. En este sentido, se realizó un ensayo de tracción de segunda etapa a una velocidad de $5 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ (es decir, tres órdenes de magnitud más rápido que los ensayos previos), y se analizó la microestructura obtenida. La curva de fluencia correspondiente y el mapa de EBSD se incluyen en la Figura 5-12. Cabe aclarar que se monitoreó el autocalentamiento mediante cámara termográfica. La temperatura máxima se logró mantener en $\sim 35^\circ \text{C}$ gracias al tamaño reducido de la probeta (cf. sección 3.2.2) y a que se colocó una tela embebida en etanol sobre su superficie posterior para disipar el calor generado por el efecto adiabático.

La respuesta mecánica a esta elevada velocidad de deformación (Figura 5-12a) exhibe una tensión verdadera máxima $\sim 73\%$ mayor, y una elongación ingenieril $\sim 33\%$ menor, reflejando la moderadamente alta sensibilidad a la velocidad de deformación de esta aleación (sección 3.2.2). Además, la forma de la curva muestra que a una velocidad mayor el efecto del endurecimiento por deformación es más pronunciado. Los aspectos descritos brevemente pueden reflejar ciertos cambios en la microestructura. De hecho, el mapa de EBSD (Figura 5-12b) revela una mayor cantidad de maclas y granos grandes para esta microestructura si se la compara con la del mapa correspondiente a baja velocidad de deformación (Figura 5-4c).⁴⁰ La densidad de bordes de macla es $0,209 \mu\text{m}/\mu\text{m}^2$,

⁴⁰ En el material suplementario pueden consultarse los mapas EBSD con los bordes de macla resaltados más claramente (sección 5.5.1).

aproximadamente 4,2 veces más alta que la del valor del ensayo de baja velocidad. Aplicando el análisis de fragmentación descrito anteriormente, como se muestra en la Figura 5-12c, luego del ensayo actual persiste un 48% de granos grandes no fragmentados, lo que implica una diferencia importante con respecto al 23% correspondiente al ensayo de baja velocidad. Asimismo, la cantidad de subgranos y granos pequeños es considerablemente menor, por lo que resulta evidente que el mecanismo de fragmentación no está tan activamente operativo a esta elevada velocidad de deformación.

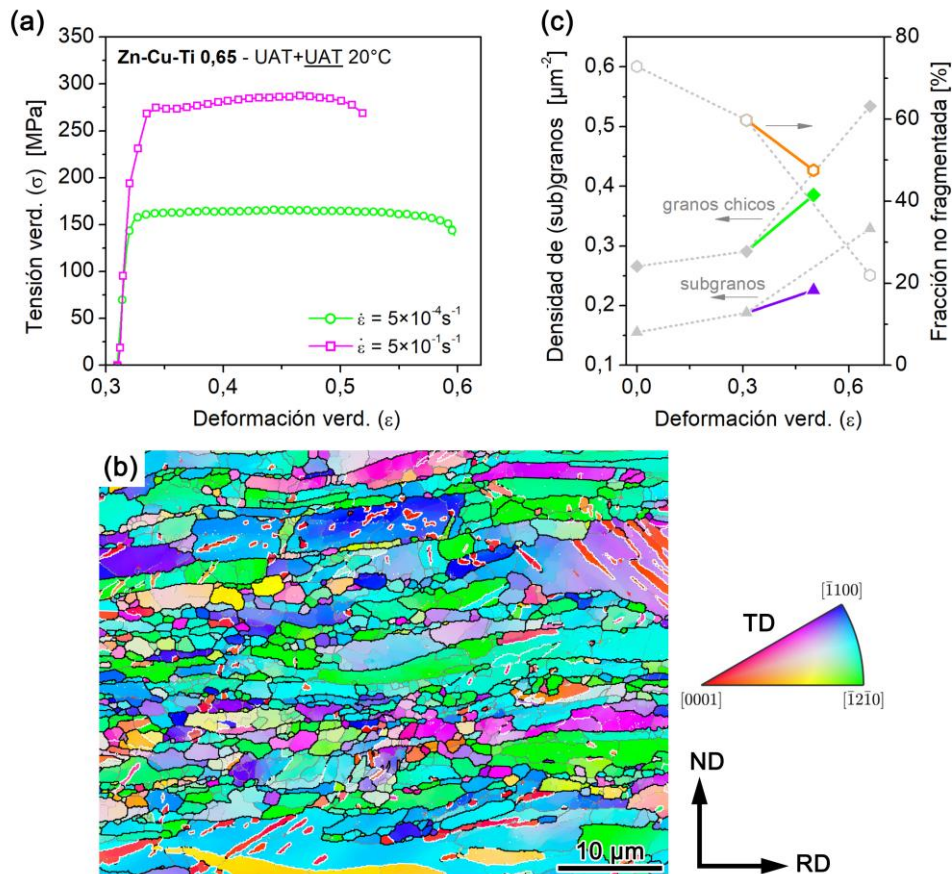


Figura 5-12: Efectos de una velocidad de deformación mayor ($5 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) en el ensayo UAT secundario de la chapa Zn-Cu-Ti. (a) Curva de fluencia (la curva del ensayo secundario a baja velocidad se repite como referencia). (b) Mapa de EBSD para el ensayo a alta velocidad (deformación total $\sim 0,50$): bordes de grano graficados sobre el mapa IPF-TD; líneas negras: HABs ($\theta > 12^\circ$), líneas grises: LABs ($2^\circ < \theta \leq 12^\circ$), líneas blancas: bordes de maclas $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}\bar{1}\rangle$. (c) Comparación de la cantidad de (sub)granos y las fracciones de granos grandes fragmentados entre las velocidades de deformación baja (líneas punteadas grises) y alta (líneas sólidas a color).

Parece claro ahora que, para la velocidad de deformación menor, la CDRX es un mecanismo de deformación no despreciable que le permite a la microestructura acomodar la deformación macroscópica impuesta por medio de la formación y la rotación de subgranos y de los granos pequeños que se van desarrollando. Sin embargo, dado que la CDRX es un proceso térmicamente activado, si la velocidad de deformación es aumentada al nivel aplicado, no hay tiempo suficiente para que la

microestructura desarrolle CDRX profusamente y el deslizamiento ya no es capaz de acomodar la deformación impuesta. El maclado es evidentemente activado en estas condiciones, pero no alcanza para lograr completamente la acomodación de deformación y la fractura macroscópica se produce a un nivel de deformación sensiblemente menor.

Adicionalmente, a partir de las observaciones precedentes, puede inferirse que la formabilidad extendida encontrada en el capítulo anterior durante caminos de deformación bilineales aplicados a la presente chapa de Zn-Cu-Ti y en las mismas condiciones de temperatura y velocidad de deformación, puede explicarse por el proceso de CDRX. El desarrollo de fragmentación granular en la microestructura de dichos ensayos (sección 4.3.3) es consistente con el estudio del presente capítulo.

5.4. Conclusiones

La chapa de Zn-Cu-Ti analizada, sujeta a deformación de tracción uniaxial a temperatura ambiente y baja velocidad, exhibe un proceso de fragmentación granular que puede ser categorizado como recristalización dinámica continua (CDRX). Este proceso muestra, al interior de granos inicialmente grandes, un desarrollo creciente de subgranos de bajo ángulo de misorientación (LABs), los cuales gradualmente aumentan en cantidad y devienen granos nuevos por el incremento continuo de su misorientación.

La evolución de la textura cristalográfica refleja una combinación de deslizamiento plástico con CDRX, ya que los ejes c de los cristales tienden a mantenerse alrededor de la componente principal de textura, pero con una alineación mayor hacia la dirección ND y rotaciones leves de los polos prismáticos por efecto del desarrollo de los subgranos. Además, el proceso de fragmentación por CDRX es dependiente de la orientación, dado que los granos grandes pertenecientes a la componente principal de textura exhiben una generación de subgranos más abundante.

El análisis de misorientación aplicado a las LABs y a la fracción de granos pequeños con bordes de ángulo intermedio sugiere que la CDRX puede estar asociada a una mayor actividad del sistema de deslizamiento piramidal-II $\langle c + a \rangle$. Finalmente, un incremento de la velocidad de deformación resulta en una modificación de los mecanismos de deformación, puesto que la microestructura desarrolla un profuso maclado mecánico en detrimento de la CDRX. Este fenómeno, a su vez, está relacionado con un importante aumento de la tensión de fluencia y una pérdida de ductilidad.

5.5. Material suplementario

Se presentan a continuación resultados complementarios del estudio de la CDRX desarrollado en las secciones precedentes. Los mapas de maclado mecánico y los perfiles de misorientación corresponden a la chapa Zn-Cu-Ti de 0,65 mm. La última subsección comprende un análisis resumido de la CDRX en la chapa de 0,80 mm.

5.5.1. Mapas de bordes de macla

Para una comparación visualmente clara del desarrollo de maclado mecánico en la microestructura, incluimos aquí un detalle de cada mapa EBSD resaltando en color rojo los bordes de macla sobre el resto de HABs ($\omega > 12^\circ$) en negro y las LABs ($2^\circ < \omega \leq 12^\circ$) en gris. El incremento del mecanismo de maclado para la velocidad de deformación más alta (Figura 5-13c) es notable.

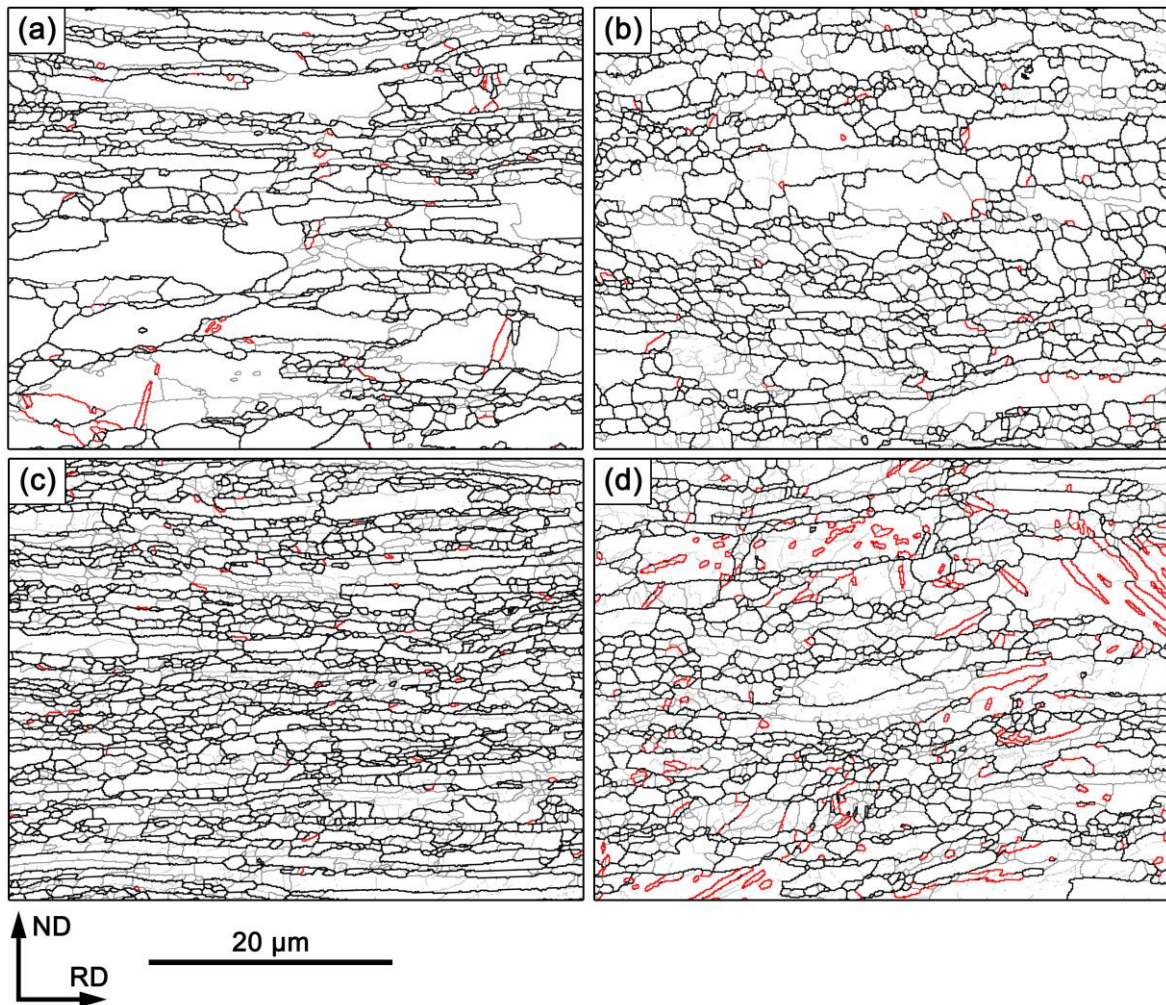


Figura 5-13: Bordos de maclas $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$ en rojo sobre bordes de grano de ángulo alto (negro) y bajo (gris). (a) Estado inicial; (b) predeformación UAT ($\epsilon \sim 0,31$) y (c) deformación UAT secundaria ($\epsilon \sim 0,66$) a $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$; (d) deformación UAT secundaria ($\epsilon \sim 0,5$) a $5 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$.

5.5.2. Perfiles de misorientación adicionales

Presentamos aquí ejemplos complementarios de los gradientes de misorientación analizados en la sección 5.3.3. Los perfiles de la Figura 5-14 muestran que varias de las HABs recientemente desarrolladas están en el rango de $\sim 12^\circ$ – 20° de misorientación (junto con LABs del rango $\sim 2^\circ$ – 12°), sosteniendo nuestra hipótesis del carácter continuo de la evolución de subgranos hacia granos.

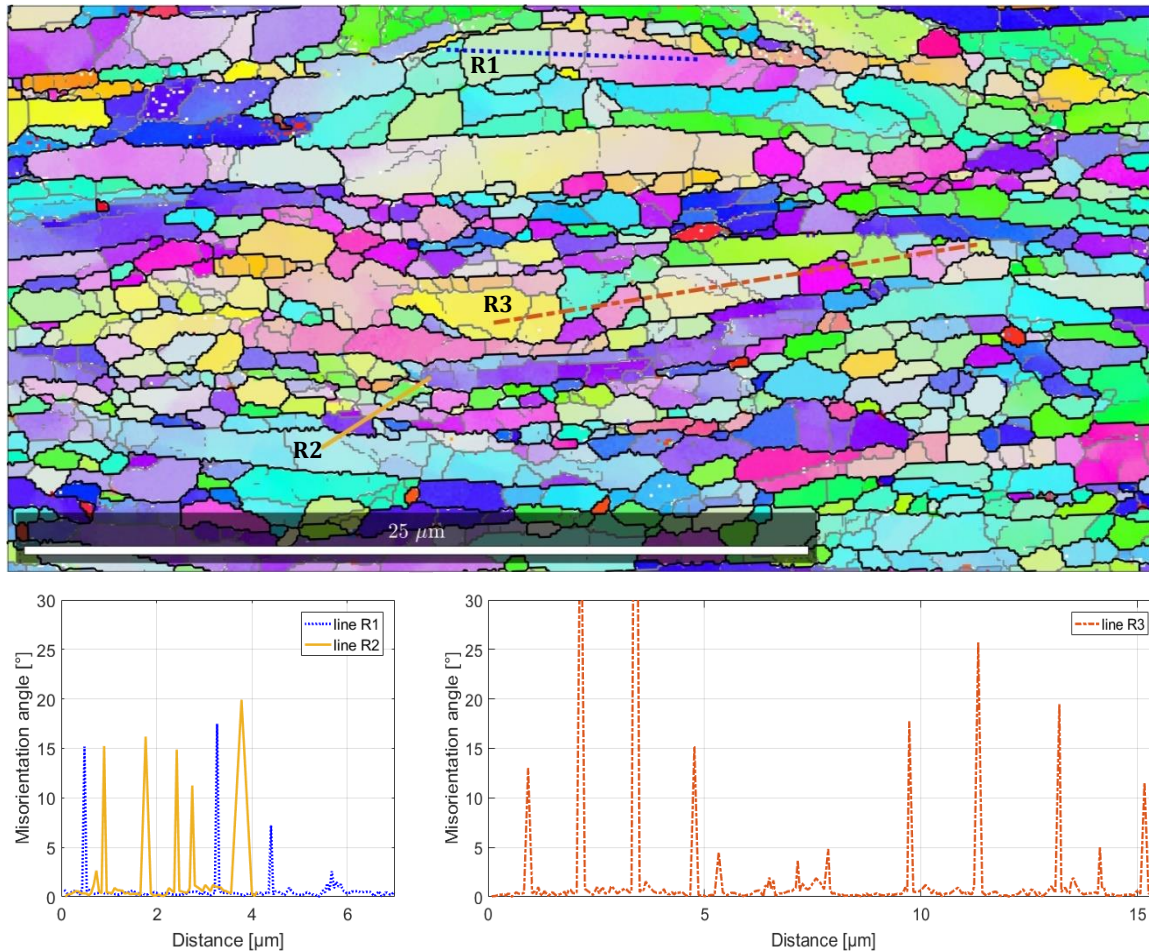


Figura 5-14: Gradientes de misorientación adicionales a los presentados en la Figura 5-8. El mapa IPF-TD corresponde al estado de deformación secundario ($\epsilon \sim 0,66$).

5.5.3. CDRX en chapa Zn-Cu-Ti de espesor 0,80 mm⁴¹

Considerando las similitudes microestructurales descritas en el Capítulo 3 entre las chapas Zn-Cu-Ti de 0,65 y 0,80 mm, cabría esperar que el fenómeno de CDRX caracterizado en este Capítulo ocurra de manera análoga para la chapa de mayor espesor ante condiciones de deformación similares. La evidencia experimental obtenida mediante EBSD que presentaremos de forma condensada a continuación confirma esta hipótesis.

En este caso el mapeo de orientaciones fue realizado mediante el equipamiento SEM-EBSD del CCT Rosario. El proceso de deformación elegido, siguiendo la línea del presente capítulo y para simplificar el análisis, fue un ensayo UAT en RD a la velocidad de $8,4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. El mapa EBSD se tomó en la sección longitudinal de una probeta traccionada hasta una deformación verdadera de $\sim 0,42$. En la

⁴¹ Los resultados presentados en este apartado fueron parcialmente incluidos en: Roatta A., **Leonard M.E.**, Nicoletti E., Signorelli J.W., *Modeling texture evolution during monotonic loading of Zn-Cu-Ti alloy sheet using the VPSC model*, Journal of Alloys and Compounds. Vol. 860 (2020) pp. 158425; y en: **Leonard M.**, Nicoletti E., Roatta A., *Recristalización dinámica continua en una chapa de Zn-Cu-Ti: caracterización experimental y modelado*; en: VII Congr. Argentino Ing. Mecánica / II Congr. Argentino Ing. Ferrov. (CAIM/CAIFE 2021), San Nicolás, Argentina, 2021: pp. 1293–1305.

Figura 5-15 se muestra un detalle del mapa IPF-TD, junto con los correspondientes bordes de (sub)grano, complementado el mapa de la chapa inicial ya presentado en la sección 3.1.2.

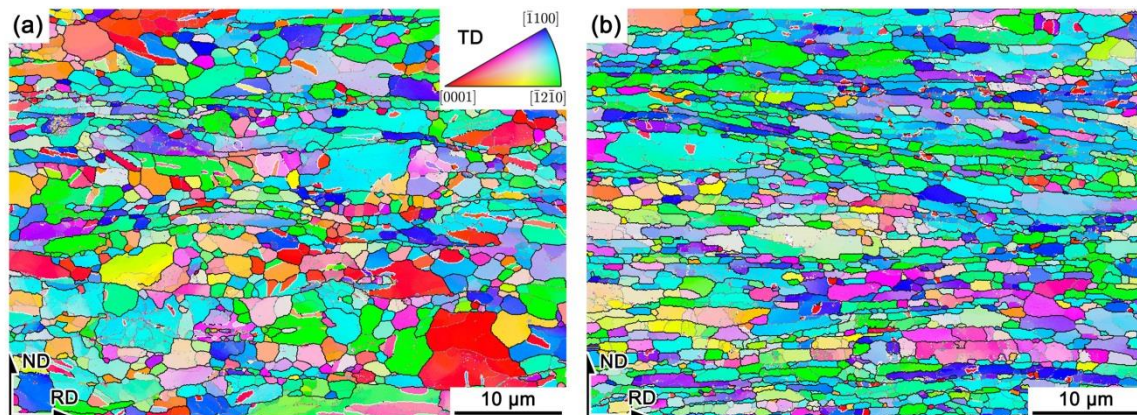


Figura 5-15: Mapas de EBSD de la chapa Zn-Cu-Ti 0,80 mm (a) en su estado inicial y (b) deformada por UAT en la dirección RD ($\epsilon \sim 0,42$). Bordes de grano graficados sobre el mapa IPF-TD; líneas negras: HABs ($\omega > 12^\circ$), líneas grises: LABs ($2^\circ < \omega \leq 12^\circ$), líneas blancas: bordes de maclas $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$.

La distribución de tamaños de grano en relación a su cantidad y a la superficie abarcada es indicativa del proceso de CDRX (Figura 5-16). En efecto, para la condición inicial, la distribución de tamaño respecto del área es algo más plana que para la muestra traccionada.⁴² Además, considerando la distribución en términos de cantidad, el número de granos pequeños es significativamente mayor en la chapa deformada. Ambos enfoques se complementan al tener en cuenta que los granos recristalizados, si bien aumentan marcadamente, por su tamaño pequeño abarcan un área relativamente reducida. No obstante, luego de la deformación impuesta, persisten algunos granos grandes (diámetro $\sim 10 \mu\text{m}$) que todavía cubren un área significativa. Dicha área es explicada fundamentalmente por el alargamiento de estos granos en la dirección de sollicitación, como puede observarse en el mapa de la Figura 5-15b.

⁴² En el material suplementario del artículo Roatta et al. (2020) se presentó esta distribución de tamaños de granos en función del área, pero por error se incluyó también la población de subgranos (es decir, se consideraron todos los bordes con misorientación $\omega > 2^\circ$). De todos modos, la conclusión respecto del fenómeno de CDRX en la presente chapa no difiere.

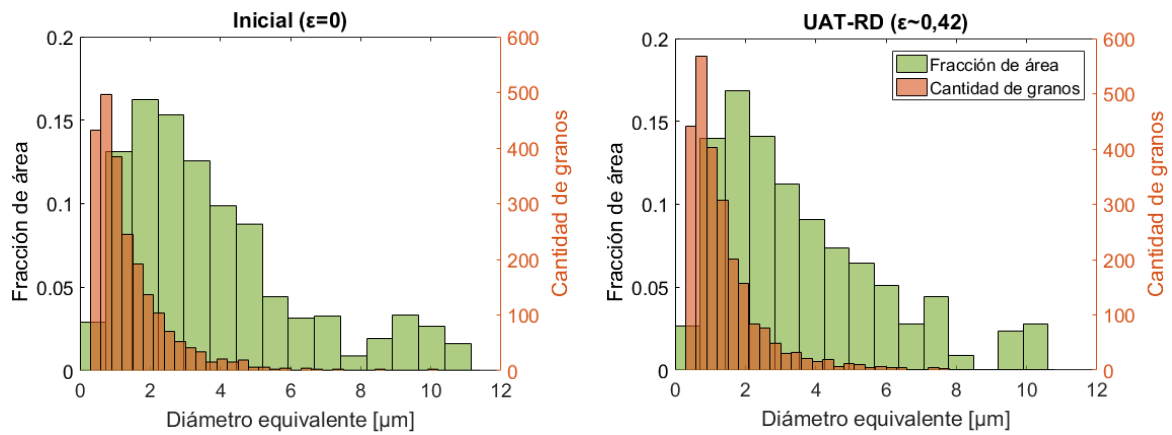


Figura 5-16: Distribución de tamaños de grano (en diámetro equivalente) de la chapa Zn-Cu-Ti 0,80 en relación a la superficie de los mapas (eje izquierdo) y por cantidad de granos (eje derecho). Sólo se consideran los bordes HABs ($\omega > 12^\circ$). Izquierda: estado inicial; derecha: deformación UAT en RD ($\epsilon \sim 0,42$).

Complementariamente, mediante la Figura 5-17 podemos analizar la relación del proceso de CDRX con la distribución de ángulos de misorientación para los bordes de grano y subgrano. La fracción de LABs ($2^\circ - 12^\circ$) aumenta luego de la deformación UAT (desarrollo de subgranos), a la vez que las LABs iniciales evolucionan hacia HABs de ángulo intermedio, incrementando así la fracción de bordes del rango $\sim 12^\circ - 30^\circ$ a través del aumento gradual de la misorientación por rotación de (sub)granos. Por su parte, la proporción de bordes de macla $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$ se reduce notablemente (17% y 4,3% de las HABs totales en los mapas inicial y deformado, respectivamente), confirmando la tendencia ya analizada en la chapa de menor espesor.

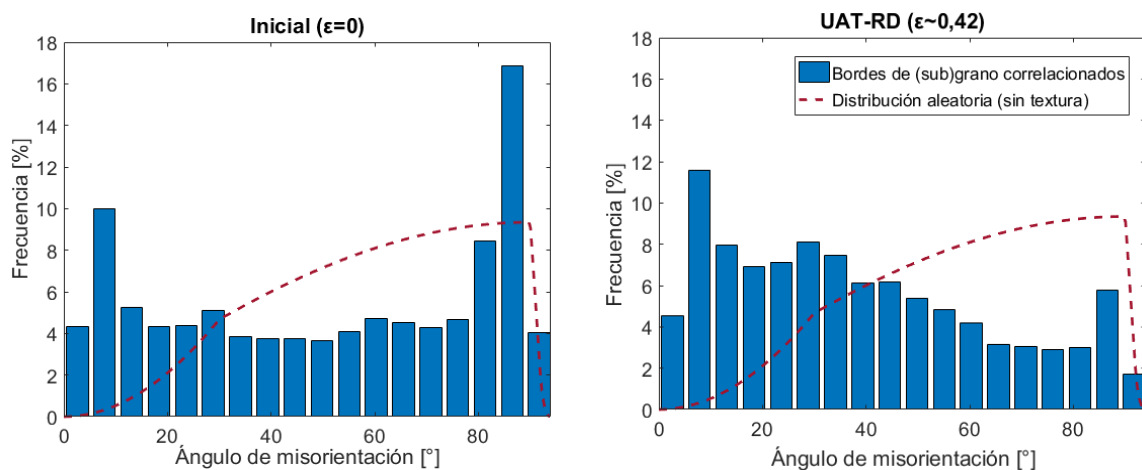


Figura 5-17: Distribución de ángulos de bordes de grano y subgrano ($\omega > 2^\circ$) de la chapa Zn-Cu-Ti 0,80 mm. Izquierda: estado inicial; derecha: deformación UAT en RD ($\epsilon \sim 0,42$). Se incluye la distribución aleatoria a modo de referencia.

Finalmente, se presentan en la Tabla 5-1 algunos de los parámetros empleados anteriormente para la caracterización de la CDRX en términos de subpoblaciones de granos pequeños, grandes y

subgranos. La evidencia más clara del fenómeno está dada por el incremento de la densidad de subgranos y granos chicos en detrimento de la fracción no fragmentada de granos grandes.

Estado	Densidad de granos y subgranos [$1/\mu\text{m}^2$]				Fracción no fragmentada [%]	Cant. de subgranos por grano	GOS prom. [°]	
	Total	Chicos	Grandes	Subgranos			Chicos	Grandes
Inicial ($\varepsilon = 0$)	0,384	0,352	0,032	0,156	67,3	4,9	1,6	3,9
UAT-RD ($\varepsilon \sim 0,42$)	0,411	0,381	0,030	0,244	41,2	8,3	1,7	6,1

Tabla 5-1: Cuantificación de la CDRX en la chapa Zn-Cu-Ti 0,80 mm.

Capítulo 6

Modelado de la plasticidad y la recristalización dinámica continua en Zn-Cu-Ti

El modelado numérico de la plasticidad, incluyendo los diversos mecanismos que la gobiernan a escala microscópica, es de gran interés para profundizar en el conocimiento de la evolución de microestructura en los procesos termomecánicos, y poder así predecir el comportamiento del material durante los mismos. Dada la estrecha relación del fenómeno de CDRX con los mecanismos micromecánicos de deformación, los modelos de plasticidad cristalina surgen como candidatos naturales para modelizar el desarrollo de la microestructura durante la conjunción de la deformación plástica y la recristalización de tipo continua.

En este capítulo se presenta, en primer término (sección 6.1), la simulación del comportamiento plástico de la aleación Zn-Cu-Ti a temperatura ambiente mediante el modelo viscoplástico auto-consistente (VPSC) adoptando la linealización afín. Inicialmente se discuten antecedentes de modelado CP en aleaciones de Zn, y se presentan las ecuaciones básicas del modelo VPSC (la formulación completa se incluye separadamente en el Apéndice A). A continuación, con el fin de evaluar la capacidad predictiva del modelo, se presenta la textura cristalográfica experimental del material inicial y deformado. Luego se desarrolla el procedimiento de calibración de los parámetros de simulación a partir de ensayos de tracción en distintas direcciones de la chapa, para finalmente discutir la predicción de los coeficientes de Lankford y de la evolución de textura en relación a la actividad de los modos de deformación considerados.

Se demuestra que, a pesar de las reconocidas ventajas del modelo VPSC para simular la deformación de agregados con propiedades anisotrópicas, la evolución de textura del Zn ante ciertas condiciones de sollicitación no es satisfactoriamente predicha. Dado que esta deficiencia tiene relación con el efecto de corto alcance inducido por la CDRX en la evolución de la textura, se proponen luego dos submodelos en el marco VPSC tendientes a mejorar su capacidad predictiva. Un primer enfoque (sección 6.2) consiste en emular el efecto de la CDRX sobre la textura forzando empíricamente la continuidad del campo de rotaciones cristalinas entre grupos de orientaciones elegidas al azar. Esta propuesta, basada en el efecto de corto alcance (SRE) provocado por la interacción entre (sub)granos vecinos, es implementada de manera sencilla en el código VPSC, y permite mejorar la predicción global del desarrollo de textura a pesar de su falta de descripción del fenómeno de CDRX a escala local.⁴³ Por otra parte, con el fin de incorporar una representación más realista del mecanismo de CDRX en el

⁴³ Las dos primeras secciones del capítulo se basan en el artículo: Roatta A., **Leonard M.E.**, Nicoletti E., Signorelli J.W., *Modeling texture evolution during monotonic loading of Zn-Cu-Ti alloy sheet using the viscoplastic self-consistent polycrystal model*, Journal of Alloys and Compounds. Vol. 860 (2020) pp. 158425.

modelo VPSC, en la sección 6.3 se propone un esquema de fragmentación de tipo grano compuesto (CG) con una ley de evolución de misorientaciones tendiente a simular eficientemente la rotación de subgranos y su efecto en la textura. Finalmente, dado que este último enfoque no logra capturar completamente la evolución de textura, en la sección 6.4 se proponen lineamientos para la eventual implementación de una ley de evolución de la misorientación basada en la evidencia experimental.

6.1. Modelado de la plasticidad de chapas Zn-Cu-Ti mediante el modelo VPSC

6.1.1. Antecedentes

El modelado micromecánico basado en mecanismos de plasticidad cristalina (CP) tiene una historia rica en aplicaciones para materiales de baja simetría. Entre ellos, los metales HCP son –junto con ciertos minerales– tal vez los más estudiados mediante este enfoque, dadas las limitaciones de los modelos fenomenológicos para lidiar con la fuerte anisotropía plástica y su evolución (Agnew et al., 2001; Wenk y Tomé, 1999). No obstante, en el caso del Zn y sus aleaciones, no se registran ejemplos de modelado CP tan abundantes como en otras aleaciones hexagonales. El trabajo pionero de Sztwiertnia et al. (1985) analiza, tanto de manera experimental como teórica, la dependencia de la tensión de fluencia con la dirección de sollicitación sobre el plano de una chapa texturada de Zn de baja aleación (Zn-0,12%Al-0,06%Mg). Mediante la aplicación del modelo de Taylor en su versión FC (Taylor, 1938), los autores demostraron que la anisotropía resulta de la dependencia de la actividad de los sistemas basal $\langle a \rangle$ y piramidal-II $\langle c + a \rangle$ con la dirección de ensayo. Empleando también el modelo de Taylor, Philippe et al. (1994) estudiaron la evolución de la microestructura de chapas de aleaciones de Zn-Cu y Zn-Cu-Ti fabricadas por laminación en frío con hasta 80% de reducción, considerando los mecanismos de deslizamiento basal, piramidal-II y maclado mecánico $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$. La validez de la asunción de Taylor fue justificada en términos de la presencia de la fase intermetálica TiZn_{16} rodeando los granos elongados en la dirección RD, lo cual induce deformaciones locales similares en cada grano (hipótesis reforzada por el hecho de que la simulación de la aleación Zn-Cu arrojó predicciones de textura más pobres). Luego, Fundenberger et al. (1997), usando el mismo modelo, simularon para la aleación Zn-Cu-Ti las tensiones de fluencia y los coeficientes de anisotropía plástica (Lankford) y hallaron un acuerdo aceptable con los valores experimentales. En particular, las tensiones de fluencia calculadas para varias direcciones de tracción sobre el plano de la chapa, siguen la tendencia experimental, aunque resultan algo subestimadas a medida que el ángulo θ entre la RD y el eje de carga aumenta; lo mismo ocurre con los valores de $r(\theta)$. Por otra parte, Zhang et al. (2004) aprovecharon los resultados de Philippe et al. (1994) obtenidos con el criterio de Taylor para combinarlo con un modelo de línea de flujo capaz de simular la evolución de textura de una chapa Zn-Cu-Ti laminada asimétricamente. En su trabajo sobre el rebote elástico de una chapa de Zn-Ti, Delannay et al. (2004) aplicaron el modelo de condiciones relajadas *LAMEL* –teniendo en cuenta la morfología granular asociada al proceso de laminado– con una ley constitutiva elasto-viscoplástica aditiva. Sus resultados en términos del comportamiento en plegado a distintas direcciones de carga son satisfactorios, pero sólo superan levemente a los obtenidos mediante el modelo de Taylor FC.

En lo que respecta al modelado CP con homogeneización auto-consistente, existen muy pocos antecedentes en la literatura que traten con aleaciones de Zn. Una de las primeras aplicaciones del modelo VPSC en dicho material fue la de Solas et al. (2001), la cual es interesante además porque combina deformación plástica y recristalización estática utilizando la formulación VPSC *N*-sitio (bajo linealización tangente) junto con un algoritmo Monte Carlo. Este enfoque permite predecir tanto la evolución de textura como una descripción aproximada de la microestructura, específicamente la misorientación entre elementos intragranulares y las variaciones locales de la energía plástica almacenada. Estudiando dos mecanismos de nucleación distintos (por energía almacenada y por migración de bordes), los autores encontraron que la textura de una chapa de Zn puro desarrollada luego de la aplicación de una deformación de laminado y un recocido, es mejor predicha por el primer mecanismo de nucleación. De allí se puede inferir que, durante la SRX del material, los granos más deformados tienden a nuclear y consumir a los menos deformados, explicando la evolución de textura resultante en la cual las orientaciones geoméricamente menos favorecidos para la deformación de laminado desaparecieron luego del recocido. Por otro lado, Delannay et al. (2008) compararon simulaciones CP-FEM de la respuesta mecánica de una chapa de Zn texturada con las predicciones de un modelo RC multisitio tipo *ALAMEL* y el esquema VPSC-tangente, empleando distintas morfologías elipsoidales. La anisotropía plástica en términos de los coeficientes de Lankford fue capturada aceptablemente por el método de campo completo y por el modelo multisitio para granos relativamente alargados en la dirección RD; pero no así por el modelo VPSC, que arrojó valores de *r* muy sobrestimados respecto de los experimentales.

Entre los diversos esquemas de linealización disponibles en el modelo VPSC, la aproximación afín (Masson et al., 2000; Lebensohn et al., 2011), cuya interacción grano-entorno lleva a predicciones intermedias entre los esquemas secante y tangente⁴⁴, ha sido exitosamente empleada para describir el comportamiento de policristales hexagonales (Wang et al., 2010; Benmhenni et al., 2013). Además, resultados recientes muestran que la linealización afín provee un comportamiento similar al predicho por métodos de campo completo basados en FFT (Lebensohn et al., 2011). Sin embargo, existen pocos antecedentes en la modelización del zinc que hayan adoptado dicho esquema. En trabajos previos del grupo (Schlosser y Signorelli, 2014; Schwindt et al., 2015; Schlosser, 2018) se utilizó el modelo VPSC con linealización tangente y adoptando una la ley de endurecimiento de tipo Voce⁴⁵ para simular la respuesta mecánica en tracción, la evolución de textura y la formabilidad de la aleación Zn-Cu-Ti. En líneas generales, el modelo logra capturar adecuadamente la tensión de fluencia anisótropa y predecir cualitativamente la anisotropía plástica en términos de los coeficientes de Lankford, aunque en este caso se obtienen valores sobreestimados respecto de los experimentales. Para llevar a cabo estas simulaciones se consideró la actividad potencial de los sistemas de deslizamiento basal $\langle a \rangle$, prismático $\langle a \rangle$ y piramidal-II $\langle c + a \rangle$, con predominio del basal y el piramidal-II ($\tau_c^{pirII} / \tau_c^{bas} = 12,5$), y el prismático prácticamente anulado al asumir una CRSS elevada ($\tau_c^{pris} / \tau_c^{bas} = 50$). Se adoptó para todos

⁴⁴ En el Apéndice A, junto con la formulación del modelo VPSC, se explicitan los diversos esquemas de linealización. Una descripción abreviada del modelo se presenta en la subsección siguiente.

⁴⁵ Ver la sección A.8 del Apéndice para una descripción de la ley de endurecimiento de Voce extendida.

los sistemas un exponente de sensibilidad a la velocidad $m = 10$ y una velocidad de deslizamiento de referencia $\gamma_0 = 1 \text{ s}^{-1}$. La textura cristalográfica inicial se generó discretizando la ODF experimental medida por XRD en 4000 orientaciones de igual peso. Si bien estos parámetros permitieron ajustar aceptablemente las curvas de fluencia experimentales, la predicción deficiente de los coeficientes de Lankford llevó a la necesidad de considerar la anisotropía morfológica asociada a la distribución de la fase intermetálica. Adoptando una relación de aspecto de la inclusión elipsoidal de 3:1:0,1 (RD:TD:ND) se consiguió una mejor aproximación a los valores de r , aunque todavía sensiblemente mayores a los experimentales. No obstante, la predicción de un r menor que 1 en todo el plano de la chapa, pero creciente entre RD y TD, es cualitativamente correcta. Por otra parte, en el trabajo de Schwindt et al. (2015), se adoptó dicha calibración del modelo VPSC para predecir las deformaciones límite de una chapa de Zn-Cu-Ti, implementando una mejora numérica del modelo acoplado MK-VPSC inicialmente desarrollado por Signorelli et al. (2009). La simulación de las FLCs para las tres direcciones de sollicitación principales (RD, DD y TD) arroja resultados cuantitativamente aceptables comparados con la mayoría de los puntos experimentales del diagrama. Asimismo, la inclinación de la banda de estricción localizada es correctamente predicha para varios de los caminos de deformación impuestos, aunque no en todos dada la incertidumbre experimental que prevalece respecto de la orientación de la falla (cf. sección 4.3.1). La principal deficiencia se encuentra en la FLC en RD, donde el modelo es incapaz de reproducir el notable incremento de formabilidad del material en el rango de estirado biaxial no equilibrado ($0 < \rho = \varepsilon_{22}/\varepsilon_{11} < 0,65$). En lo que respecta a la predicción de la textura cristalográfica, el modelo VPSC-tangente empleado en los trabajos mencionados logró aproximaciones cualitativas de su evolución bajo sollicitaciones de tracción en RD y DD (Schlosser y Signorelli, 2014), como así también en deformación plana (PS) y estirado equibiaxial (EBA) (Schlosser, 2018). En las sollicitaciones UAT-RD y DD, para deformaciones cercanas a la estricción, se consigue capturar adecuadamente la posición de los máximos de la ODF, aunque con una intensidad significativamente mayor que en la textura experimental. En cambio, para el caso UAT-TD, el modelo predice una separación de los polos basales respecto del plano RD-ND que no se condice con la evidencia experimental. Las simulaciones de los estados de deformación PS y EBA también predicen texturas cualitativamente aceptables pero con intensidades sobreestimadas.

Más recientemente, Cauvin et al. (2018) estudiaron la posibilidad de simular la plasticidad de una chapa Zn-Cu-Ti similar a la del presente trabajo mediante el modelo VPSC y adoptando la linealización afín. Con un enfoque análogo al de los trabajos anteriores, los autores calibraron los parámetros de endurecimiento de Voce mediante ensayos de tracción en RD, DD y TD, permitiendo la activación de los sistemas basal, piramidal-II y maclado $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$ ⁴⁶. La textura de partida provenía de cartografía EBSD, mientras que la forma del elipsoide asumida no fue reportada, por lo que cabe suponer que emplearon un grano esférico (1:1:1). El contraste entre tensiones críticas de los modos con el que ajustaron las curvas de fluencia ($\tau_c^{pirII}/\tau_c^{bas} = 48$ y $\tau_c^{macla}/\tau_c^{bas} = 106$) parece excesivamente alto, sobre todo para el sistema piramidal-II. De todos modos, con dichos parámetros

⁴⁶ Los autores consideraron erróneamente este sistema como maclado de *tracción*, contrariamente al carácter de *compresión* que le corresponde al Zn por su $c/a > \sqrt{3}$ (cf. sección 2.3).

lograron un buen ajuste de la respuesta mecánica y una predicción razonable de los coeficientes de Lankford. Sin embargo, al observar las figuras de polo simuladas surge el mismo problema: una intensidad sobreestimada y la separación de los polos basales en TD. Por otra parte, Borodachenkova et al. (2015) aplicaron la ley de endurecimiento basada en dislocaciones desarrollada por Beyerlein y Tomé (2007) en la simulación de un ensayo de corte bilineal sobre una chapa de Zn-Cu-Ti (predeformación de corte simple sobre el plano de la chapa y en la dirección RD, seguida de una reversión del sentido de la carga). Su foco de análisis fue puesto sobre las leyes de evolución de dislocaciones debidas al cambio de camino de deformación y su efecto en la curva tensión-deformación, la cual es correctamente simulada. Cabe aclarar que, para la implementación del modelo, los autores utilizaron la linealización secante y la actividad de los modos basal, prismático, piramidal-II y maclado, sin ninguna mención a la posible evolución de la microestructura por DRX. Las texturas obtenidas son comparables con las experimentales, aunque la simulación predice componentes basales paralelas al plano de la chapa más marcadas que en la textura real. Sin entrar en la discusión sobre el modelo de endurecimiento, llama la atención que la actividad del sistema piramidal-II resulte en todo momento sensiblemente superior a la del modo basal.

En los antecedentes reseñados podemos notar que destaca la ausencia del modelado VPSC de aleaciones de zinc con la aproximación afín. En esta sección se utilizará dicho esquema de linealización para modelizar el material bajo estudio, adoptando parámetros de simulación similares a los comentados previamente para la linealización tangente (Schlosser et al., 2014; Schwindt et al., 2015). La aproximación afín se mantendrá para las variantes del modelo que se estudiarán en las secciones siguientes.

6.1.2. Material y calibración del modelo

Dadas las similitudes del comportamiento mecánico y de la microestructura entre los dos espesores de chapa estudiados en el Capítulo 3, con el fin de simplificar los procedimientos de calibración y el posterior análisis de resultados se decidió encarar el modelado tomando de referencia el material de 0,80 mm de espesor. En la Figura 6-1 se resume la textura inicial mediante las figuras de polo (0002) y $\{10\bar{1}0\}$, y las secciones $\varphi_1 = 0^\circ$ y 90° de la ODF (sección 3.1.3). La incorporación de la textura inicial en el código VPSC requiere un formato de archivo de orientaciones discretas, que se generó mediante la función *exportVPSC* disponible en MTEX (Bachmann et al., 2010). En este caso adoptamos una discretización de 10.000 orientaciones de igual peso. Tanto esta textura inicial discretizada como las calculadas por el modelo se graficaron en MTEX reconstruyendo la ODF mediante una función núcleo de La Valee Poussin con un ancho medio de 5° . Las PFs y la ODF de la parte inferior de la Figura 6-1 muestran que la discretización y los parámetros de reconstrucción de la ODF adoptados devuelven una representación fidedigna de la textura.

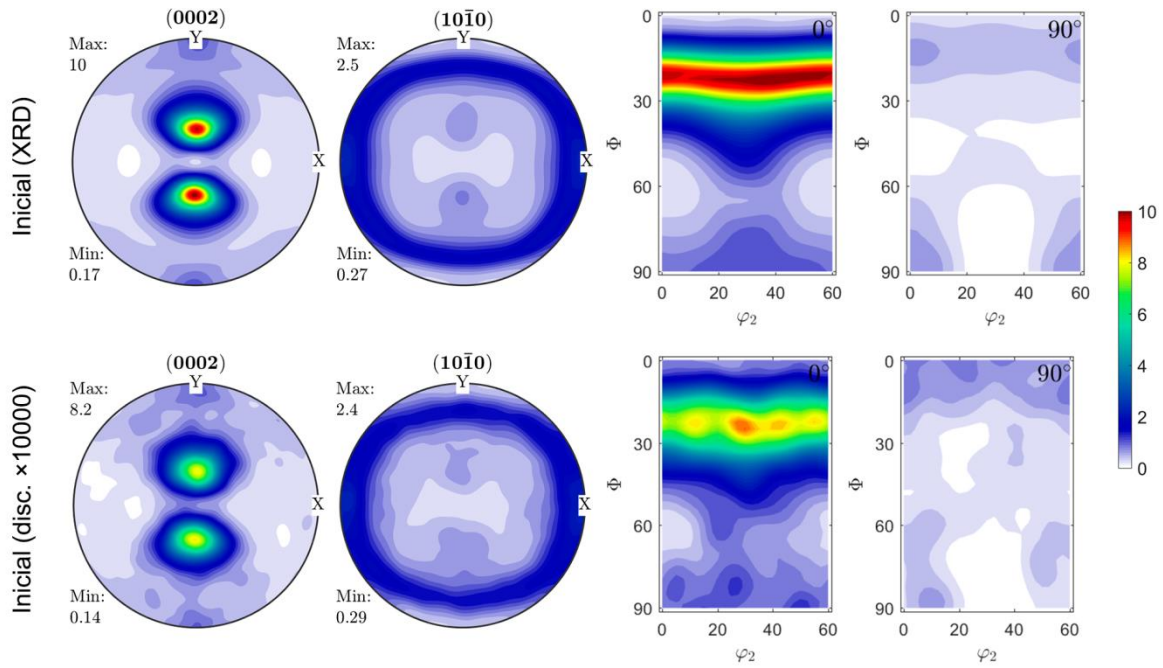


Figura 6-1: Figuras de polo y secciones $\varphi_1 = 0^\circ$ y 90° de la ODF de la chapa Zn-Cu-Ti 0,80 en su estado inicial. Arriba: Medición experimental mediante XRD. Abajo: discretización en 10.000 orientaciones. Los ejes X e Y se corresponden con las direcciones TD y RD de la chapa (Z // ND y normal al plano del papel).

Para la chapa Zn-Cu-Ti de 0,80 mm se cuenta con texturas experimentales medidas por difracción de rayos X en probetas deformadas por tracción en las direcciones RD, DD y TD. Las condiciones de medición son las mismas que para el material inicial (ver detalles experimentales en sección 3.1.3); el barrido se realizó sobre regiones de las probetas que habían alcanzado una deformación verdadera local –medida por DIC– de 0,35, 0,30 y 0,20 (RD, DD y TD, respectivamente). Las PFs y las secciones de ODF correspondientes se presentan en la Figura 6-2.

En las muestras UAT-RD y UAT-DD se observa un leve incremento de la intensidad basal, mientras que la UAT-TD exhibe una mayor dispersión. Cambios de intensidad relativos similares fueron reportados por Schlosser et al. (2017) en una chapa Zn-Cu-Ti de 0,65 mm. La componente principal de la textura mantiene la inclinación del eje $[0001]$ a $\sim 22,5^\circ$ de la ND hacia la RD, pero cambia a $\sim 18^\circ$ para el ensayo UAT-RD. En la ODF, esta evolución se percibe en la sección $\varphi_1=0^\circ$ como un corrimiento de la fibra basal hacia $\Phi=18^\circ$, acompañado por un incremento de su intensidad que se destaca en los ángulos $\varphi_2=0^\circ$ y 60° , indicando que los polos prismáticos $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ tienden a alinearse con la TD. Por otra parte, en $\varphi_1=0^\circ, \Phi=90^\circ$ y todo el rango de φ_2 aparecen orientaciones algo más numerosas que en el estado inicial, compatibles con una mayor proporción de polos basales alineados con la ND. Por su parte, los ensayos UAT-DD y UAT-TD, que como dijimos mantienen su fibra principal en $\Phi=22,5^\circ$, presentan una cantidad mayor de orientaciones pertenecientes a esa fibra en $\varphi_2=30^\circ$, señalando que hay una mayor proporción de direcciones $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ alineadas con la TD. Luego de la deformación en TD, la PF basal muestra la existencia de ejes $[0001]$ paralelos a la dirección de carga, consistentes con el aumento de intensidad de los máximos locales encontrados en la sección $\varphi_1=90^\circ$

para los ángulos $\Phi=90^\circ$ y $\varphi_2=0^\circ$ y 60° . Esta reorientación cristalina se debe a la actividad del maclado; no obstante, los cristales con el eje basal perpendicular a la ND están claramente en una orientación inestable, y es de suponer que tenderán a alejarse de ella desde el comienzo de la deformación plástica.

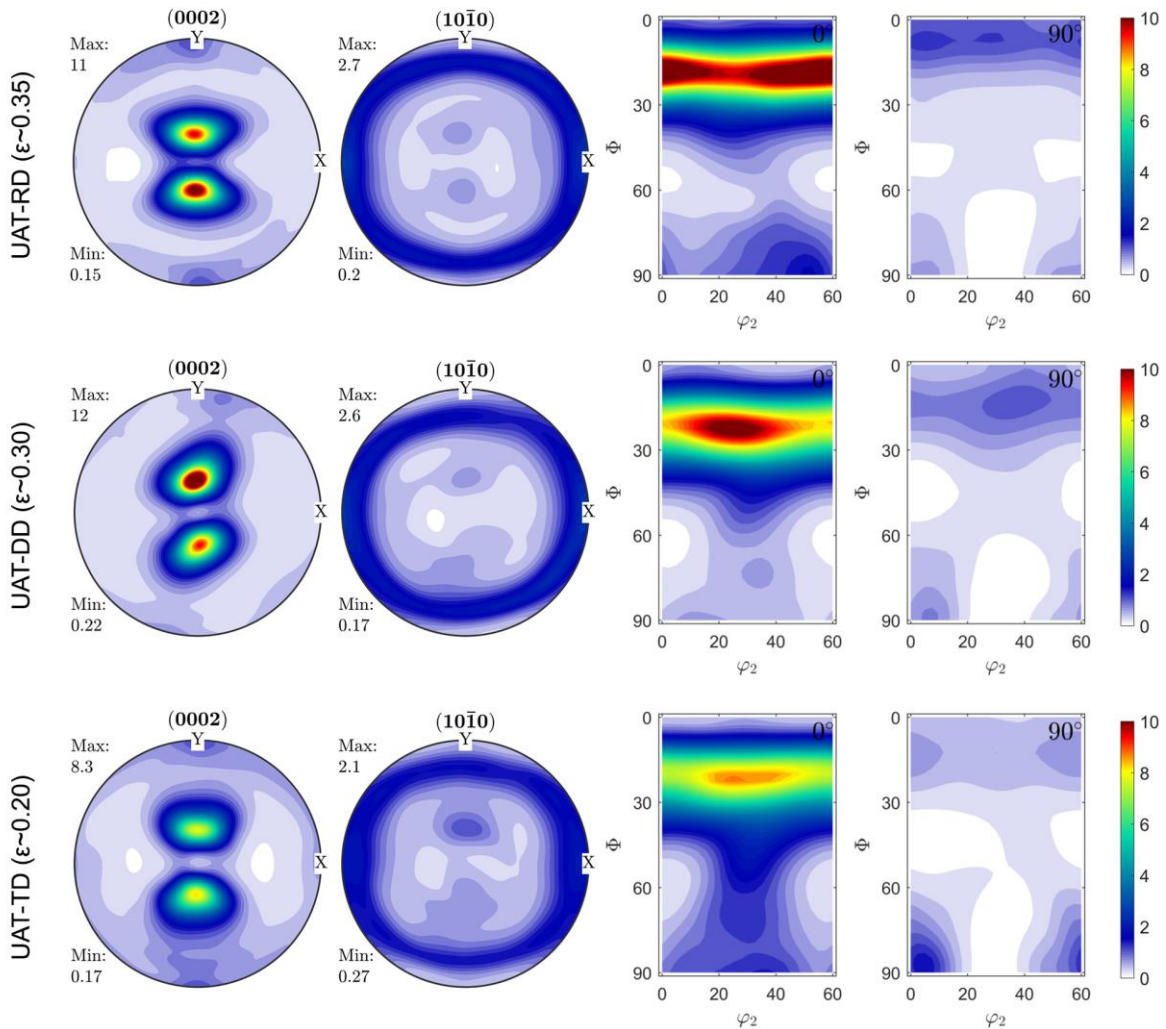


Figura 6-2: Figuras de polo y secciones $\varphi_1 = 0^\circ$ y 90° de la ODF de la chapa Zn-Cu-Ti 0,80 sometida a ensayos de tracción en RD, DD y TD. Medición experimental mediante XRD. Los ejes X e Y se corresponden con las direcciones TD y RD de la chapa (Z // ND y normal al plano del papel).

A continuación presentaremos de forma concisa las ecuaciones básicas del modelo VPSC (la formulación detallada puede consultarse en el Apéndice A). Recordemos que, en la homogeneización auto-consistente, el agregado policristalino es representado como un conjunto de granos con una orientación cristalográfica y una fracción de volumen tales que conforman la textura del material. Cada grano es tratado como una inclusión elipsoidal que interactúa con un medio efectivo homogéneo (HEM) dado por las propiedades promediadas del agregado. Los granos elipsoidales pueden deformarse diferentemente de acuerdo a sus propiedades anisótropas y a la interacción con el HEM. El comportamiento constitutivo viscoplástico a nivel local (es decir, en el grano) es descrito mediante

una ecuación potencial no lineal que relaciona el tensor desviador de tensión (\mathbf{s}) con el tensor velocidad de deformación (\mathbf{d}):

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \left(\frac{|\mathbf{m}^s : \mathbf{s}|}{\tau_c^s} \right)^{1/m} \cdot \text{sgn}(\mathbf{m}^s : \mathbf{s}), \quad (6-1a)$$

$$\mathbf{d} = \sum_s \mathbf{m}^s \dot{\gamma}^s, \quad (6-1b)$$

donde $\mathbf{m}^s = \frac{1}{2}(\mathbf{n}^s \otimes \mathbf{b}^s + \mathbf{b}^s \otimes \mathbf{n}^s)$ es el tensor de Schmid simétrico que describe la geometría de cada sistema de deslizamiento o maclado (s); \mathbf{n}^s es el vector normal al plano de deslizamiento y \mathbf{b}^s la dirección (vector de Burgers); τ_c^s es la tensión de corte resuelta crítica (CRSS); m es la sensibilidad a la velocidad (a veces expresada mediante el exponente $n = 1/m$), y $\dot{\gamma}_0$ es la velocidad de deformación de referencia. La linealización de la ec. (6-1) conduce a:

$$\mathbf{d} = \mathbf{M} : \mathbf{s} + \mathbf{d}^0, \quad (6-2)$$

en la que \mathbf{M} y \mathbf{d}^0 refieren al módulo de cedencia viscoplástico y al término independiente del esquema de linealización escogido (en este caso, recordemos, se optó por el esquema afín). El comportamiento macroscópico del agregado se evalúa homogeneizando este medio heterogéneo linealizado, resolviendo iterativamente la ecuación de interacción:

$$(\mathbf{d} - \bar{\mathbf{d}}) = -\tilde{\mathbf{M}} : (\mathbf{s} - \bar{\mathbf{s}}), \quad (6-3)$$

donde las variables del agregado macroscópico se denotan con la barra superior y $\tilde{\mathbf{M}}$ es el tensor de interacción, el cual es función del tensor viscoplástico de Eshelby y del módulo de cedencia macroscópico ($\bar{\mathbf{M}}$).

Para contemplar el endurecimiento por deformación, la evolución de la CRSS de cada sistema se describe como $\Delta \tau_c^s = \frac{d\hat{\tau}^s}{d\Gamma} \sum_{s'} h^{ss'} \Delta \gamma^{s'}$, donde los coeficientes $h^{ss'}$ dan cuenta del autoendurecimiento ($s = s'$) y el endurecimiento latente entre sistemas ($s \neq s'$). El factor $\frac{d\hat{\tau}^s}{d\Gamma}$ se evalúa mediante la ley de Voce extendida (Tomé et al., 1984; sección A-8 del Apéndice):

$$\hat{\tau}^s = \tau_0^s + (\tau_1^s + \theta_1^s \Gamma) \left[1 - \exp \left(-\Gamma \left| \frac{\theta_0^s}{\tau_1^s} \right| \right) \right], \quad (6-4)$$

en la cual Γ es la deformación de corte acumulada en cada grano, y τ_0^s , τ_1^s , θ_0^s y θ_1^s son los parámetros de Voce que deben ajustarse simultáneamente para cada sistema.

Para cada paso de deformación impuesto, cuando la resolución numérica auto-consistente converge y queda determinada la repartición de deformaciones para todas las orientaciones del agregado, se actualizan las tensiones críticas mediante la ley de Voce, y la orientación de cada grano es actualizada calculando la velocidad de rotación de la red cristalina:

$$\mathbf{w}_{\text{red}} = \bar{\mathbf{w}} + \tilde{\mathbf{w}} - \mathbf{w}_p, \quad (6-5)$$

donde $\bar{\mathbf{w}}$ es la parte antisimétrica del tensor gradiente de velocidad macroscópico impuesto (rotación rígida); $\mathbf{w}_p = \sum_s \mathbf{q}^s \dot{\gamma}^s$ es la velocidad de rotación plástica (con $\mathbf{q}^s = \frac{1}{2}(\mathbf{n}^s \otimes \mathbf{b}^s - \mathbf{b}^s \otimes \mathbf{n}^s)$, la parte antisimétrica del tensor de Schmid); y $\tilde{\mathbf{w}}$ es la desviación de la velocidad de reorientación de la inclusión elipsoidal debida al desajuste de su velocidad de deformación respecto del medio anisótropo. Mediante esta ecuación y el cálculo del gradiente de velocidad local, el modelo permite conocer la evolución de la textura cristalográfica y de la morfología granular (sección A.7 del Apéndice). El maclado mecánico es modelado mediante el esquema de *reorientación de maclado predominante* (PTR; ver sección A.9 del Apéndice); sus parámetros de umbral se adoptaron equivalentes a los propuestos por Tomé (2001).

Para las simulaciones de la aleación Zn-Cu-Ti, la calibración de los parámetros de endurecimiento de Voce se realizó ajustando las curvas UAT en las tres direcciones ensayadas. Los modos de deformación considerados como potencialmente activos fueron los sistemas de deslizamiento basal $\langle a \rangle$, prismático $\langle a \rangle$ y piramidal-II $\langle c + a \rangle$, junto con el maclado de compresión $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$. De acuerdo a la revisión bibliográfica resumida en la sección 2.3, éstos son los mecanismos de deformación a escala cristalina más esperables en el Zn a temperatura ambiente, especialmente el deslizamiento basal y el piramidal-II (el maclado depende mucho de la composición química y del tamaño de grano). En cuanto a los valores de las CRSS, la evidencia experimental en la literatura muestra bastante dispersión y una gran dependencia de la composición y la temperatura, y de si se trata de ensayos de monocristales (por ejemplo: Bell y Cahn, 1957; Parisot et al., 2000; Piela, 2006; Britton et al., 2015) o bien de simulaciones CP de agregados policristalinos (Sztwiertnia et al., 1985; Philippe et al., 1994; Solas et al., 2001; Parisot et al., 2004). En los diversos trabajos de simulación de policristales de Zn, de acuerdo con la revisión presentada por Cauvin et al. (2018), el contraste entre las CRSS basal y piramidal-II oscila en el rango de $2 < \tau_c^{pirII} / \tau_c^{bas} < 10$; para el maclado se tiene un rango de $17 < \tau_c^{macla} / \tau_c^{bas} < 30$; mientras que el modo prismático ha sido modelado con $\tau_c^{pris} / \tau_c^{bas} = 15$. Por lo tanto, la estrategia adoptada para nuestro estudio fue la de mantener la relación entre las CRSS en el orden de las reportadas en la literatura, y determinar sus valores absolutos mediante el ajuste de las curvas de tracción experimentales. Éste es, de hecho, el enfoque práctico típico de la modelización CP (Fundenberger et al., 1997; Agnew et al., 2001; Agnew y Duygulu, 2005; Wang et al., 2010). En la Tabla 6-1 se muestran los valores de las CRSS iniciales (τ_0^s) y los demás parámetros de endurecimiento de la ley de Voce (τ_1^s, θ_0^s y θ_1^s) para cada modo de deformación considerado. Se adoptó una sensibilidad a la velocidad de deformación de 0,10 ($n = 10$) para todos los modos, y se asumió endurecimiento isotrópico (es decir, los coeficientes $h^{ss'}$ de autoendurecimiento y de endurecimiento latente son los mismos para todos los sistemas). Cabe aclarar que, dadas las diferencias evidentes entre los tipos de dislocaciones correspondientes a los sistemas involucrados, sería razonable considerar coeficientes de endurecimiento disímiles (tal como han hecho, por ejemplo, Parisot et al., 2000). Sin embargo, este enfoque complejiza la calibración del modelo y resultados preliminares han mostrado que las limitaciones en la predicción de textura persisten.

El modelo VPSC requiere la definición de la relación de aspecto de la inclusión elipsoidal; en este trabajo se consideraron dos opciones: 2:1,7:1 (caso I) y 3:1:0,1 (caso II).⁴⁷ El caso I representa la forma de grano más realista de este material, basada en la microestructura observada (sección 3.1.2); mientras que el caso II se adoptó a partir de los resultados previos de las simulaciones VPSC-tangente a efectos de dar cuenta de la anisotropía topológica inducida por las partículas intermetálicas alineadas en la RD (Schwindt et al., 2015; Schlosser, 2018). La Tabla 6-1 indica los parámetros de ajuste del modelo para ambas morfologías. El procedimiento de ajuste de las curvas UAT experimentales se llevó a cabo mediante el algoritmo de búsqueda directa simplex de Nelder-Mead (Carino y Horstemeyer, 2016); en la Figura 6-3 se muestra el resultado de la calibración. Para la calibración se utilizó una curva representativa por cada orientación de entre las réplicas experimentales disponibles (en la Figura 6-3 se muestran dos réplicas a efectos demostrativos), considerando el rango que va de la tensión de fluencia a la tensión máxima. Las curvas simuladas se muestran hasta niveles de deformación superiores ya que, para analizar la evolución de textura, el modelo se corrió hasta las deformaciones equivalentes a las adquiridas localmente por las probetas sobre las que se midió la textura experimental (Figura 6-2).

Modo de deformación	Caso I (grano 2:1,7:1)				Caso II (grano 3:1:0,1)			
	τ_0^s	τ_1^s	θ_0^s	θ_1^s	τ_0^s	τ_1^s	θ_0^s	θ_1^s
Basal(a): (0001){11 $\bar{2}$ 0}	8,1	16,9	795	0	14,8	16	1000	0
Prismático(a): {10 $\bar{1}$ 0}{11 $\bar{2}$ 0}	155	15	50	3	164,9	23,1	18	3,5
Piram.-II(c + a): {11 $\bar{2}$ 2}{11 $\bar{2}$ 3}	71	6	7,6	0	79,1	14	28,9	0,63
Maclado comp.: {10 $\bar{1}$ 2}{10 $\bar{1}$ 1}	162	-	-	-	178,2	-	-	-

Tabla 6-1: Parámetros de ajuste de la ley de endurecimiento del modelo VPSC-afín. Para todos los modos de deformación: $m = 0, 1$ y $h^{ss'} = 1$. Valores de las tensiones críticas en MPa.

⁴⁷ El modelo también permite definir la orientación del elipsoide con respecto al sistema de referencia de la muestra. En nuestro caso asumimos que, en promedio, los granos están alineados con las direcciones de ortotropía de la chapa, por lo que los valores de los ejes del elipsoide así indicados corresponden a RD:TD:ND.

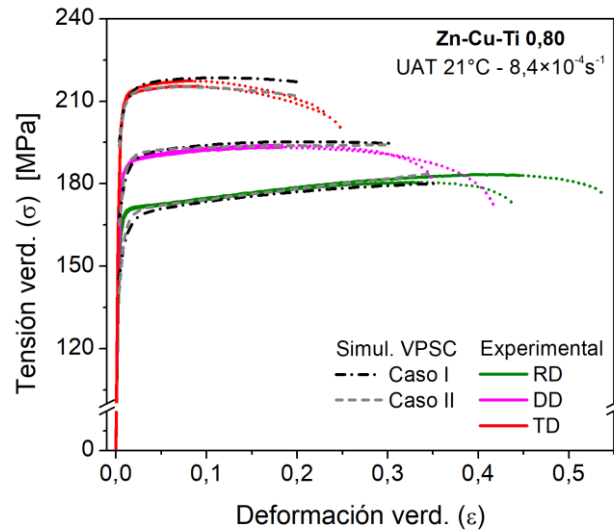


Figura 6-3: Curvas de fluencia de la chapa Zn-Cu-Ti de 0,80 mm simuladas mediante el modelo VPSC-afin para las dos formas de grano consideradas (caso I y caso II). A partir de la tensión máxima las curvas experimentales se muestran en líneas de puntos, denotando el inicio aproximado de la estricción local.

Podemos notar que para ambas morfologías se logra un buen acuerdo con las curvas de tracción, reproduciendo adecuadamente la anisotropía en tensión propia del material. La principal diferencia entre ambas condiciones de modelado se observa en la curva TD, con el caso I dando una tensión mayor que el caso II, y levemente sobreestimada respecto de la experimental. La caída de la tensión (ablandamiento) que se observa para las simulaciones UAT-TD se discutirá a continuación.

6.1.3. Discusión

En la Figura 6-4 se presentan las actividades relativas de los modos de deformación para cada dirección de ensayo y las dos morfologías consideradas. Como era de esperarse por las CRSS adoptadas, el deslizamiento basal es el mecanismo preponderante, excepto en el ensayo UAT-TD donde la actividad del deslizamiento piramidal-II tiende a superarlo. Esto se explica por el factor de Schmid desfavorable que presenta el sistema basal en la presente textura al solicitar la muestra en la dirección transversal. Por este motivo también puede explicarse el leve incremento de la actividad prismática y del maclado mecánico. En lo que respecta a la influencia de la morfología granular, el caso I exhibe una mayor paridad entre los sistemas basal y piramidal-II, al punto de que en el caso TD éste último supera en actividad al modo basal en casi todo el rango de deformación.

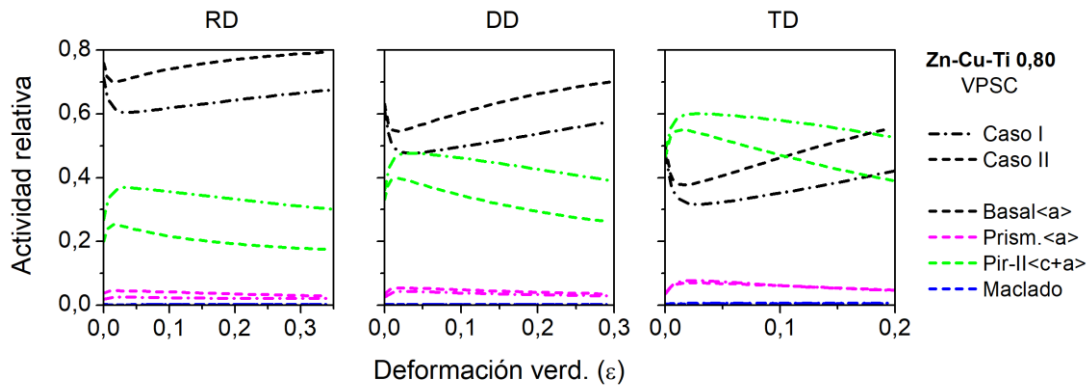


Figura 6-4: Actividad relativa de los modos de deformación en las simulaciones UAT mediante el modelo VPSC-afín, para cada dirección de sollicitación y formas de grano 2:1,7:1 (caso I) y 3:1:0,1 (caso II).

Las texturas predichas por el modelo se presentan en la Figura 6-5 empleando las PFs basales y prismáticas. Independientemente de la forma de grano asumida, las simulaciones de los ensayos UAT-RD y DD predicen componentes de textura cualitativamente similares a las experimentales, pero con incrementos de intensidad notablemente excesivos. El máximo de intensidad de la componente basal en el ensayo RD disminuye moderadamente para la morfología del caso II, pero se mantiene alto en el ensayo DD. Para el caso UAT-TD, además, la distribución basal exhibe una separación de los ejes c hacia la dirección transversal, creando una componente de textura irreal que es incluso más marcada en el caso II. Esto es consistente con la limitación mencionada previamente respecto de la simulación de texturas mediante el modelo VPSC en su versión tangente, y confirma asimismo las tendencias halladas por Cauvin et al. (2018) mediante la linealización afín. Si bien es conocido que los modelos CP tienden a intensificar artificialmente las texturas experimentales (Tomé et al., 2002), la división de la componente basal en el ensayo transversal da cuenta de una deficiencia en la capacidad predictiva del modelo, y es razonable inferir que esto puede atribuirse a la influencia de la fragmentación granular por CDRX en la evolución microestructural de este material. En el modelado policristalino con comportamiento constitutivo viscoplástico es sabido que valores bajos del exponente de sensibilidad a la velocidad de deformación (es decir, valores de m altos) tienden a suavizar las texturas, lo cual se explica por la mayor actividad de sistemas de deslizamiento diversos, incluso aquellos con CRSS altas (Chapuis y Liu, 2018). Resultados preliminares para el Zn confirman esta tendencia, mejorando incluso la textura UAT-TD (Schlosser et al., 2014); pero el ajuste mediante variaciones de m es meramente empírico y no posee una base física realista.

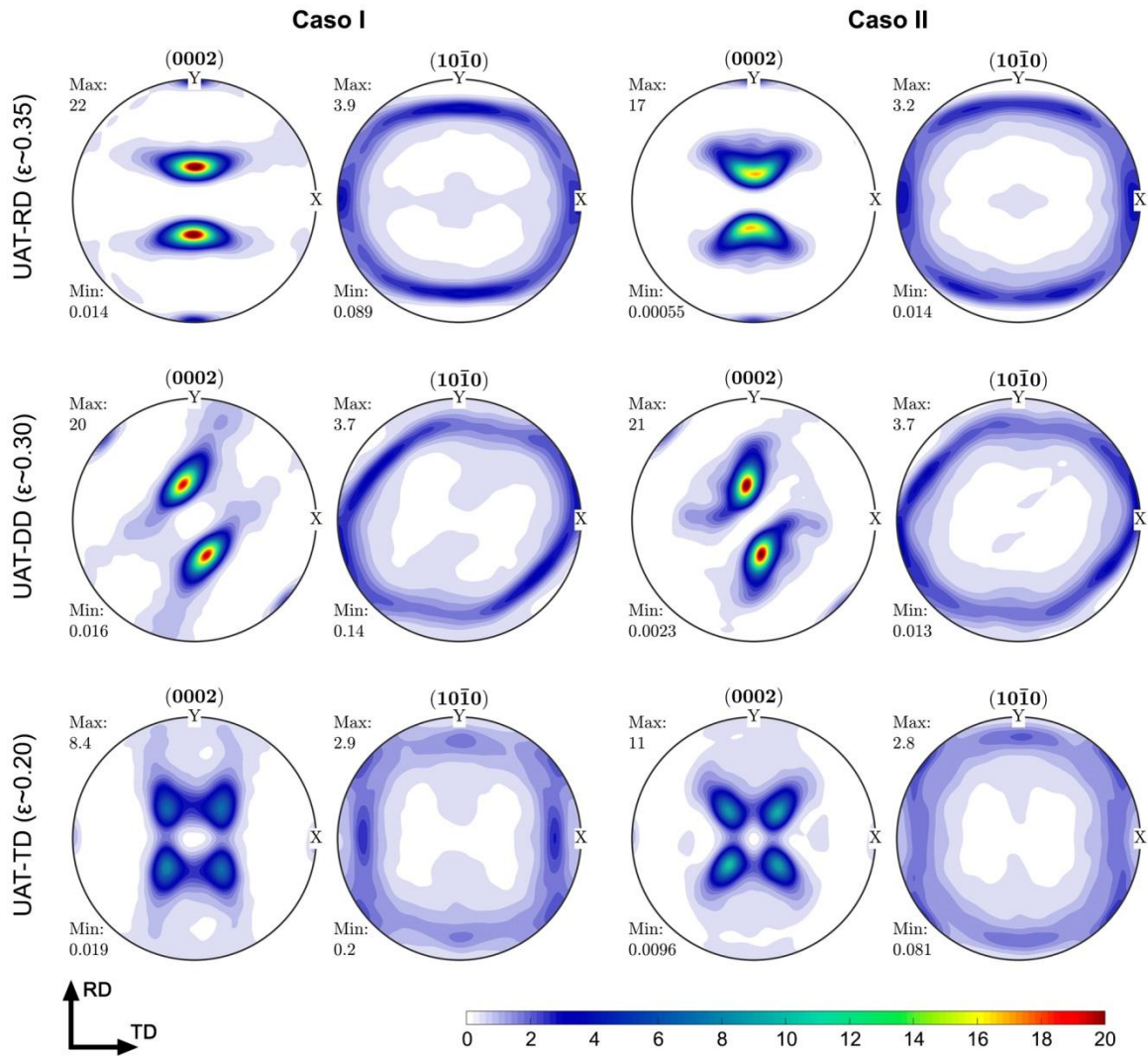


Figura 6-5: Figuras de polo de las texturas UAT predichas por el modelo VPSC-affin, para las formas de grano 2:1,7:1 (caso I) y 3:1:0,1 (caso II).

El ablandamiento registrado en el último tramo de la curva TD simulada no debe asociarse al potencial fenómeno de CDRX ni a la estricción (ambos fenómenos no están contemplados en el modelo). Dado que el ajuste de los parámetros se realizó considerando las curvas experimentales hasta su tensión máxima, no debería prestarse mayor atención a este ablandamiento, excepto por el hecho de que la textura fue medida para niveles locales de deformación mayores, y por ende la respuesta mecánica macro correspondiente refleja la evolución de textura hasta esos niveles. Evidentemente, la condición de grano alargado (caso II), que predice una separación de polos basales en TD más marcada que en el caso I, registra una temprana inversión de la actividad piramidal-II respecto de la basal debido a la reorientación de los cristales hacia una posición de deslizamiento basal más favorable. Esto explica el incremento de la actividad basal a partir de la deformación $\sim 0,09$ y la correspondiente disminución de la tensión a nivel macroscópico. Dicha tendencia fue confirmada deshabilitando la opción de evolución de textura en el modelo, en cuyo caso la inversión de las actividades no se produce y la mayor actividad piramidal-II induce un endurecimiento mecánico sostenido.

El maclado se mantiene prácticamente inactivo independientemente de la morfología, aunque hay un leve aumento a medida que la dirección de sollicitación se aleja de la RD. Esta baja actividad se debe obviamente a la elevada CRSS adoptada en el modelo; pero, teniendo en cuenta que dicho valor es del mismo orden que la CRSS del modo prismático –con lo que cabría esperar que el maclado pudiera activarse en una proporción similar–, evidentemente la contracción del eje c requerida para acomodar las deformaciones es suficientemente provista por el deslizamiento piramidal-II. Cabe destacar, asimismo, que la presencia de polos basales alineados con la dirección de sollicitación se ve incrementada por la actividad de maclado (al desactivar este modo en las simulaciones, las intensidades en la periferia de las PFs basales disminuyen). Dada la baja proporción de maclas observadas experimentalmente para este material, podemos concluir que la selección de los parámetros para el sistema de maclado es correcta en la presente estrategia de modelado.

El ajuste de Cauvin et al. (2018), con el modo prismático anulado y el piramidal-II con alta CRSS, derivó en una actividad basal mayor que en nuestro caso para la carga en TD (incluso mayor que la actividad piramidal-II en casi todo el rango de deformación). No obstante, su material experimental exhibe una mayor capacidad de endurecimiento por deformación, con un incremento de la tensión de ~65% entre el inicio de la fluencia y la tensión máxima (posiblemente por tratarse de una chapa Zn-Cu-Ti de composición y tratamientos distintos). Por lo tanto, es esperable que el ajuste de los parámetros de Voce –y las correspondientes actividades plásticas– resulten diferentes. Más aún, como los propios autores señalan, el problema inverso involucrado en el ajuste de las curvas de tracción puede resolverse con diversas combinaciones de los modos de deformación. De ahí la necesidad de restringir los parámetros del modelo mediante la evidencia experimental de la actividad relativa de los sistemas de deslizamiento, la consideración de otros caminos de deformación y/o la evolución de la textura (Benmhenni et al., 2013; Chandola et al., 2015).

En este sentido, otro indicador de utilidad para evaluar el desempeño del modelo es el coeficiente de Lankford, parámetro que puede medirse a partir de los ensayos de tracción (sección 3.2.3). Para predecir sus valores mediante el modelo VPSC, se realizaron simulaciones con los parámetros de calibración ajustados previamente y se calculó la relación de las velocidades de deformación macroscópicas laterales a una deformación impuesta de 0,10 (equiparando así el nivel de deformación usado en la medición experimental de r). En la Figura 6-6 se comparan los valores de r experimentales con los resultados de la simulación para las morfologías granulares adoptadas. La predicción en ambos casos resulta sensiblemente inferior a los valores medidos. No obstante, hay una mejora respecto de los valores sobreestimados hallados por Schwindt et al. (2015) mediante la linealización tangente, y el aumento de r con el ángulo de sollicitación es capturado aceptablemente, sobre todo en el caso II. En la sección siguiente, al presentar la variante del modelo VPSC con efecto de corto alcance, se profundizará en la discusión de la predicción de la anisotropía plástica y su relación con la textura cristalográfica y morfológica.

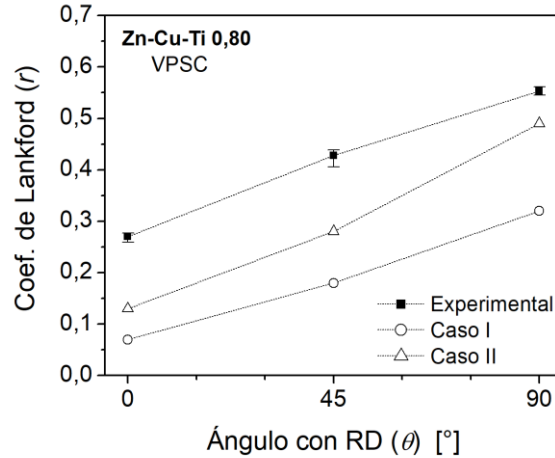


Figura 6-6: Coeficientes de Lankford (para $\epsilon=0,10$) experimentales y predichos por el modelo VPSC-afín considerando las formas de grano de los casos I y II.

6.2. Incorporación de un modelo con efecto de corto alcance (VPSC-SRE)

Los resultados previos del modelado de la plasticidad de la chapa Zn-Cu-Ti, junto con los antecedentes discutidos, sugieren que el efecto de la fragmentación granular por CDRX debe ser contemplado en la evolución microestructural de esta aleación, al menos en lo que respecta a la textura cristalográfica. El mecanismo de fragmentación por CDRX, con su correspondiente efecto de corto alcance sobre la textura, puede ser empíricamente emulado forzando la continuidad del campo de rotación reticular entre grupos de orientaciones elegidas aleatoriamente. Esta idea se basa en una propuesta implementada originalmente para simular la evolución promedio de los ángulos de misorientación de un metal FCC bajo corte puro (Bolmaro et al., 2000). El mismo concepto fue luego adoptado para simular el efecto de la co-rotación intergranular en la anisotropía mecánica de aluminio laminado y recristalizado (Tomé et al., 2002); heterogeneidades en la evolución de textura de alambres de Cu-Fe trefilados (Bolmaro et al., 2006) y deformación plástica severa de aleaciones de Al (Signorelli et al., 2006). Más recientemente, Takajo et al. (2019) aplicaron este esquema de granos vecinos para la simulación de acero de ultra-bajo C durante laminado en frío, y hallaron que la predicción de la intensidad de las fibras de textura es superior que cuando el modelado no contempla esta interacción entre los granos.

Basándonos en estos antecedentes, y con la premisa de mantener el modelo lo más simple posible, la velocidad de rotación reticular asociada a cada grano [ecuación (6-5)] es modificada de manera *ad-hoc* con el fin de describir el efecto de corto alcance (SRE) debido a la CDRX. La velocidad de rotación efectiva de la red cristalina de cada grano es ahora expresada de la siguiente manera:

$$\mathbf{w}_{\text{red}}^i = \bar{\mathbf{w}} + \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N \tilde{\mathbf{w}}_k - \frac{1}{N} \sum_{k=1}^N \sum_s \mathbf{q}_k^s \dot{\gamma}_k^s, \quad (6-6)$$

donde $i = 1, \dots, N$ comprende al conjunto de orientaciones asumidas como vecinas. Recordemos que el primer término de esta ecuación es la velocidad de rotación macroscópica impuesta (rotación rígida del agregado); el segundo corresponde a la acomodación de la inclusión elipsoidal con el medio efectivo; y el tercero es la rotación plástica provocada por los mecanismos de deslizamiento y maclado al interior del cristal. Normalmente, el valor de N es limitado a dos o tres como máximo. Similarmente, y para lograr la mayor simplicidad en el modelo, este valor fue mantenido constante durante el proceso de deformación. En la Figura 6-7 se ilustra el concepto del modelo mediante un esquema que considera dos orientaciones “vecinas” ($N=2$). Cabe realizar dos observaciones importantes sobre este esquema en relación a la evolución estándar de la orientación en el modelo tradicional: (i) granos distintos con la misma orientación inicial podrán reorientarse de forma diferente dependiendo de la asignación de vecinos; y (ii) la misorientación entre los granos agrupados permanece inalterada.

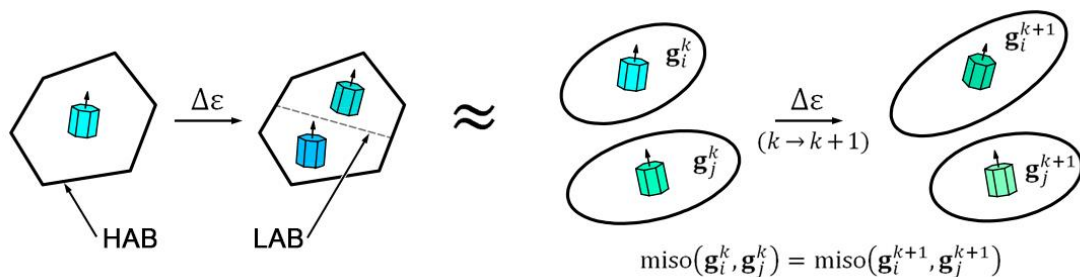


Figura 6-7: Representación esquemática del modelo VPSC-SRE (considerando $N=2$). El efecto sobre la textura de la fragmentación de un grano por CDRX en dos subgranos (izquierda) es emulada en el modelo VPSC (derecha) al imponer una misorientación relativa constante entre dos orientaciones (g_i y g_j), en cada paso incremental de deformación (k).

El procedimiento de trabajo consiste en calibrar el modelo VPSC-SRE de manera análoga a la sección anterior, usando el esquema de linealización afín y considerando dos morfologías elipsoidales distintas. Luego se discutirán los resultados de la calibración y las predicciones de textura y coeficientes de Lankford en términos de las actividades de los modos de deformación y las morfologías asumidas. Finalmente, se validará el esquema propuesto analizando la respuesta mecánica y la evolución de textura mediante ensayos de corte simple aplicados en distintas direcciones sobre el plano de la chapa, lo que comprende trayectorias de deformación monótonas no empleadas para el ajuste del modelo.

6.2.1. Calibración

Con la introducción del esquema SRE se llevó adelante un procedimiento de calibración equivalente al anterior, es decir, se ajustaron las curvas UAT en las direcciones RD, DD y TD variando los parámetros de endurecimiento para los tres sistemas de deslizamiento considerados y el maclado. Nuevamente se realizaron ajustes separados para las morfologías del caso I (elipsoide 2:1,7:1) y caso II

(3:1:0,1); para el esquema SRE se adoptó un grupo de tres granos vecinos ($N = 3$). En la Tabla 6-2 se presentan los valores de los parámetros de endurecimiento de Voce con los que se logró el mejor ajuste para los dos casos considerados.

Modo de deformación	Caso I (grano 2:1,7:1)				Caso II (grano 3:1:0,1)			
	τ_0^s	τ_1^s	θ_0^s	θ_1^s	τ_0^s	τ_1^s	θ_0^s	θ_1^s
Basal(a): $\langle 0001 \rangle \langle 11\bar{2}0 \rangle$	8,7	17,5	753,5	0	14,9	16,8	1026	0,57
Prismático(a): $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$	146,3	5,2	8,8	0	150,1	16,5	17,5	1,34
Piram.-II($c + a$): $\{11\bar{2}2\} \langle 11\bar{2}3 \rangle$	74,7	6,2	7,2	0	82,9	9,1	8,5	0,14
Maclado comp.: $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$	165	-	-	-	180	-	-	-

Tabla 6-2: Parámetros de ajuste de la ley de endurecimiento del modelo VPSC-SRE. Para todos los modos de deformación: $m = 0, 1$ y $h^{ss'} = 1$. Valores de las tensiones críticas en MPa.

La Figura 6-8 muestra la comparación entre las curvas tensión-deformación experimentales y simuladas en las tres direcciones de tracción analizadas. Nuevamente, como en el modelo sin SRE, se logra un buen acuerdo entre la simulación y el ensayo, reproduciendo la anisotropía de la tensión en el rango de deformación uniforme para ambas morfologías. La actividad relativa de los modos de deformación se exhibe en la Figura 6-9 para cada dirección de sollicitación. Se observa una actividad basal predominante para el ensayo UAT-RD, que progresivamente disminuye para los casos DD y TD. En este último caso la actividad piramidal-II compite con la basal y se vuelve preponderante luego de los primeros pasos de deformación. Asimismo, las actividades relativas del modo prismático y del maclado son mayores para el ensayo UAT-TD que para los casos UAT-DD y RD. La actividad del maclado mecánico aumenta desde el comienzo de la deformación, alcanzando para $\epsilon \sim 0,20$ fracciones de maclado acumuladas de 0,006 (0,006), 0,012 (0,012) y 0,023 (0,021) para los ensayos RD, DD, y TD, respectivamente, en el caso I (los valores entre paréntesis corresponden al caso II). Más allá de estos incrementos, el maclado permanece como un mecanismo marginal, de acuerdo a las CRSS elevadas adoptadas con el fin de compatibilizar la evidencia experimental para este material.

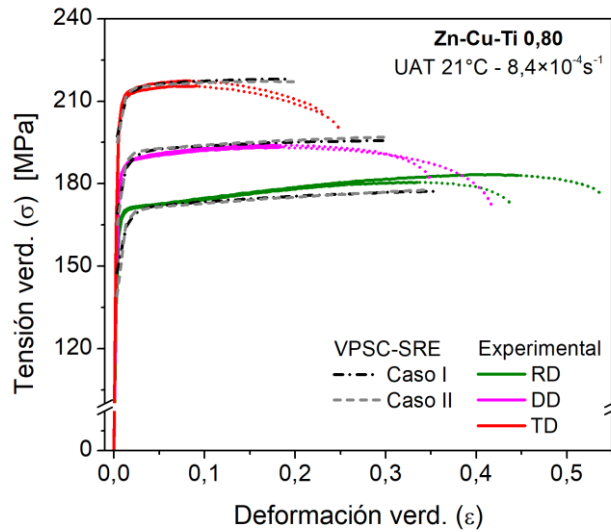


Figura 6-8: Curvas de fluencia de la chapa Zn-Cu-Ti de 0,80 mm, experimentales y simulada mediante el modelo VPSC-SRE, para las dos formas de grano consideradas (casos I y II).

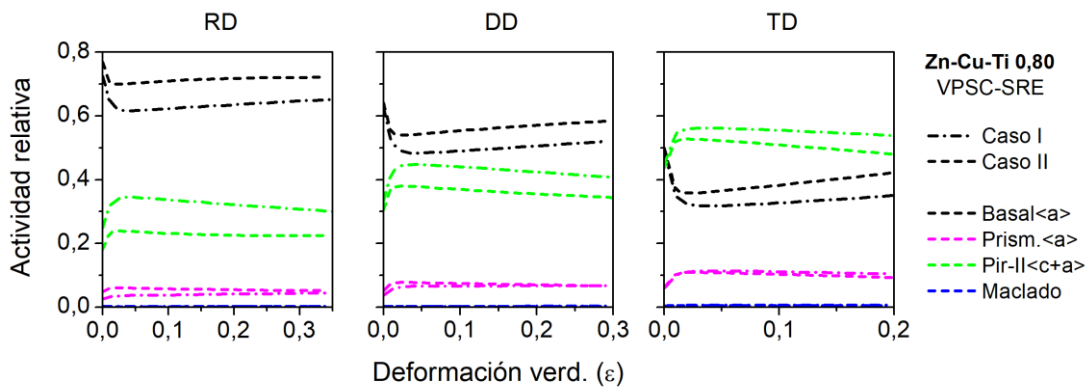


Figura 6-9: Actividad relativa de los modos de deformación en las simulaciones UAT mediante el modelo VPSC-SRE, para cada dirección de sollicitación y las dos morfologías consideradas (casos I y II).

La diferencia principal que se destaca al comparar las simulaciones con las dos morfologías asumidas es la actividad del modo basal, la cual es acentuada en el caso II independientemente de la dirección de carga aplicada. Con el fin de profundizar en la relación entre las actividades de los sistemas potenciales y la textura inicial, se llevaron a cabo simulaciones complementarias empleando texturas artificiales bajo sollicitaciones de tracción en RD y TD, y usando los parámetros de ajuste del caso I (ver Figura 6-10). Como cabe esperar, las orientaciones cercanas a la componente principal de textura (textura A) favorecen la activación del deslizamiento basal, aunque con una tendencia menor cuando la carga se aplica en TD. Por el contrario, los cristales con el eje *c* aproximadamente alineado con la RD (textura B) facilitan el deslizamiento piramidal-II. Adicionalmente, las actividades para la textura A+B muestran que la partición de la deformación no puede concebirse como una simple regla

de las mezclas. La distribución uniforme (textura aleatoria) es la única que permite una actividad basal en TD superior la piramidal-II. Por lo tanto, la dispersión alrededor de la componente principal de textura surge como un factor importante para explicar el predominio de la actividad basal en las simulaciones efectuadas sobre la textura experimental, sobre todo para el caso UAT-TD al comienzo de la deformación.

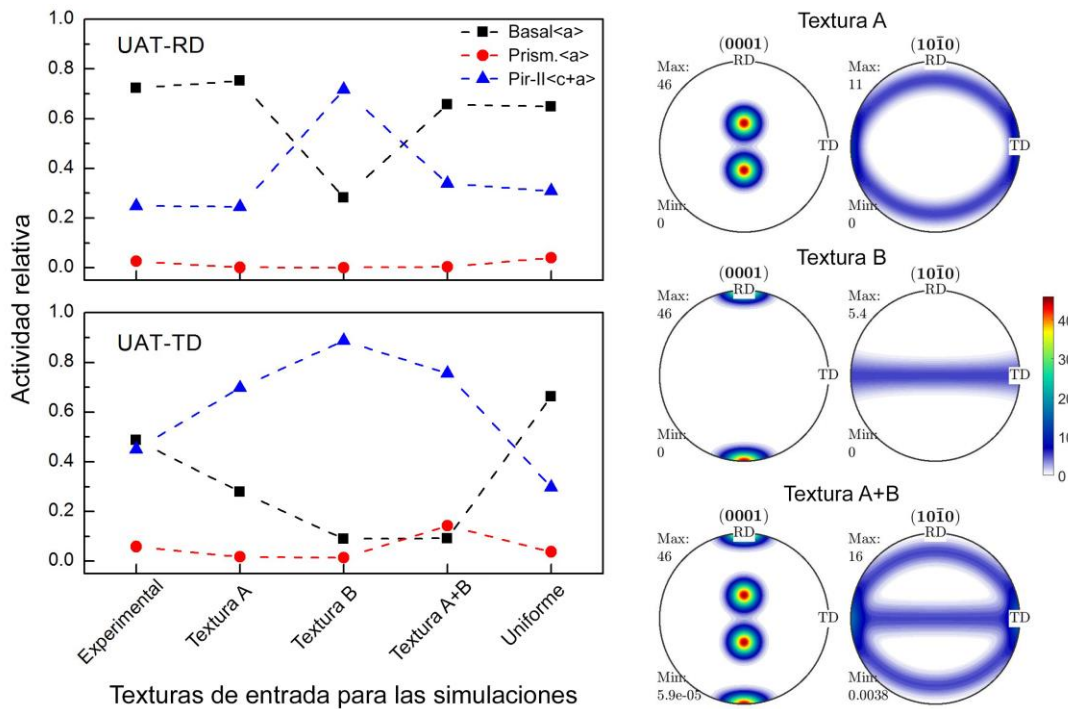


Figura 6-10: Simulaciones de ensayos UAT usando texturas de fibra modeladas. Izquierda: Actividades relativas de los modos de deformación bajo tracción uniaxial en las direcciones RD y TD. Derecha: PFs de las texturas modeladas. "Textura A": polos basales alineados a $\pm 22,5^\circ$ de la ND hacia la RD; "Textura B": polos basales paralelos a la RD; "Textura A+B": combinación de las anteriores con igual peso. "Uniforme": textura aleatoria. No se fijó preferencia para los polos prismáticos en ningún caso.

6.2.2. Resultados y discusión

6.2.2.1. Evolución de textura en tracción y coeficientes de Lankford

En esta subsección se presenta la evolución de la textura cristalográfica predicha por el modelo VPSC-SRE en las condiciones previamente descritas. Los resultados logran un buen acuerdo con los experimentales en las tres direcciones de tracción ensayadas. La Figura 6-11 muestra las figuras de polo y las secciones de la ODF predichas para el caso I, a los niveles de deformación correspondientes a las texturas experimentales (Figura 6-2). El efecto del modelo propuesto permite evitar la separación de las componentes basales en el desarrollo de textura durante la deformación UAT-TD, y, al mismo tiempo, inducir texturas de deformación menos severas para las tres direcciones de sollicitación consideradas. La textura predicha captura las variaciones de intensidad de la componente principal, exhibiendo un incremento para los ensayos en RD y DD, y una caída en el caso TD. Por otro lado, en la

sección $\varphi_1 = 90^\circ$ puede notarse, especialmente en el caso TD, la presencia de la típica reorientación de 86° de los polos basales por efecto del maclado de compresión $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}\bar{1}\}$. Los resultados obtenidos para la corrida del caso II pueden verse en la Figura 6-12, con deformaciones impuestas equivalentes a las de las muestras sobre las que se midió la textura experimental. No se registran diferencias significativas con el caso I, excepto por una moderada reducción de intensidad en el ensayo UAT-RD.

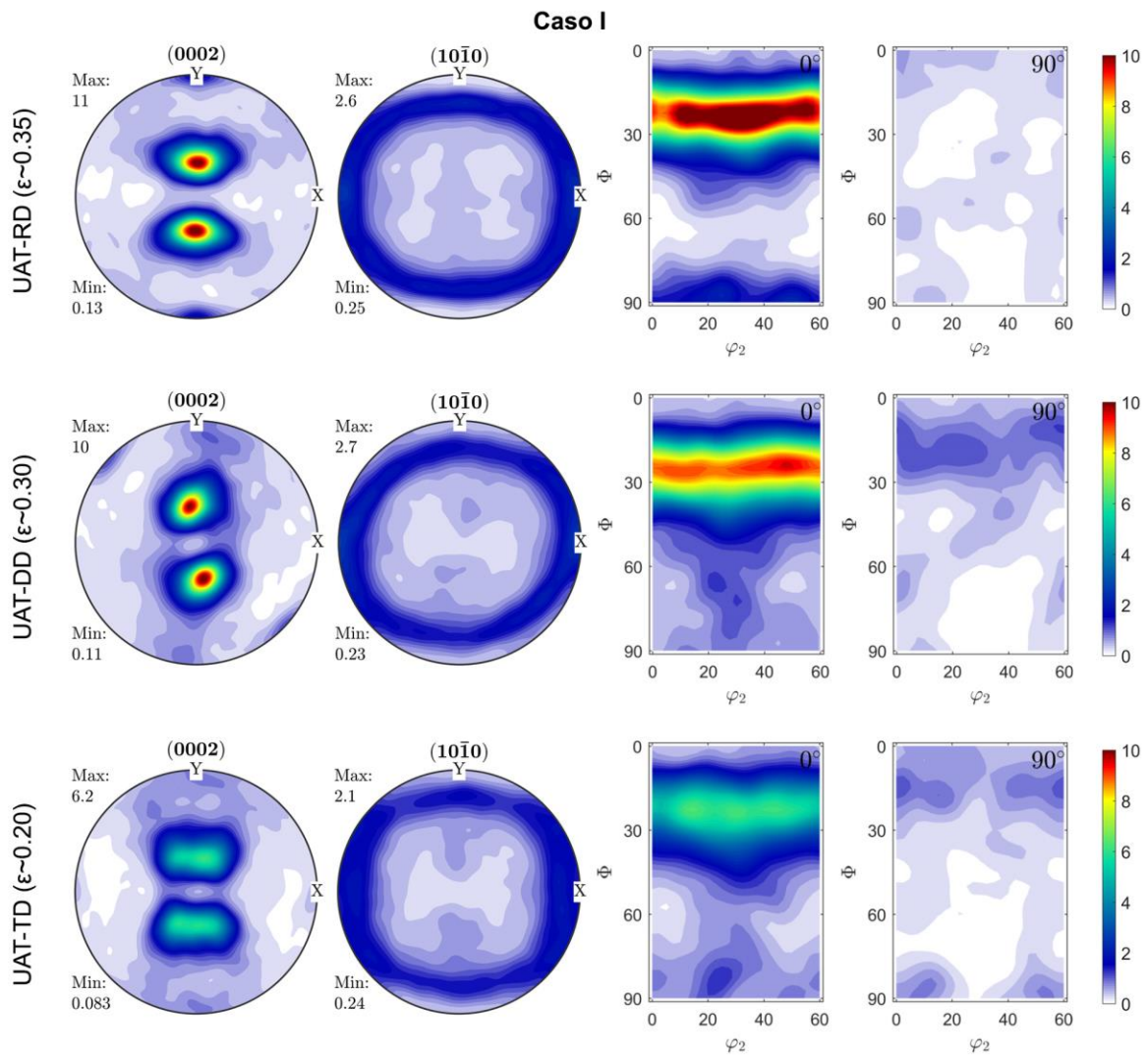


Figura 6-11: Figuras de polo y secciones de la ODF para deformación por tracción en las direcciones RD, DD y TD predichas por el modelo VPSC-SRE, con los parámetros de calibración correspondientes al caso I (forma de grano 2:1,7:1).

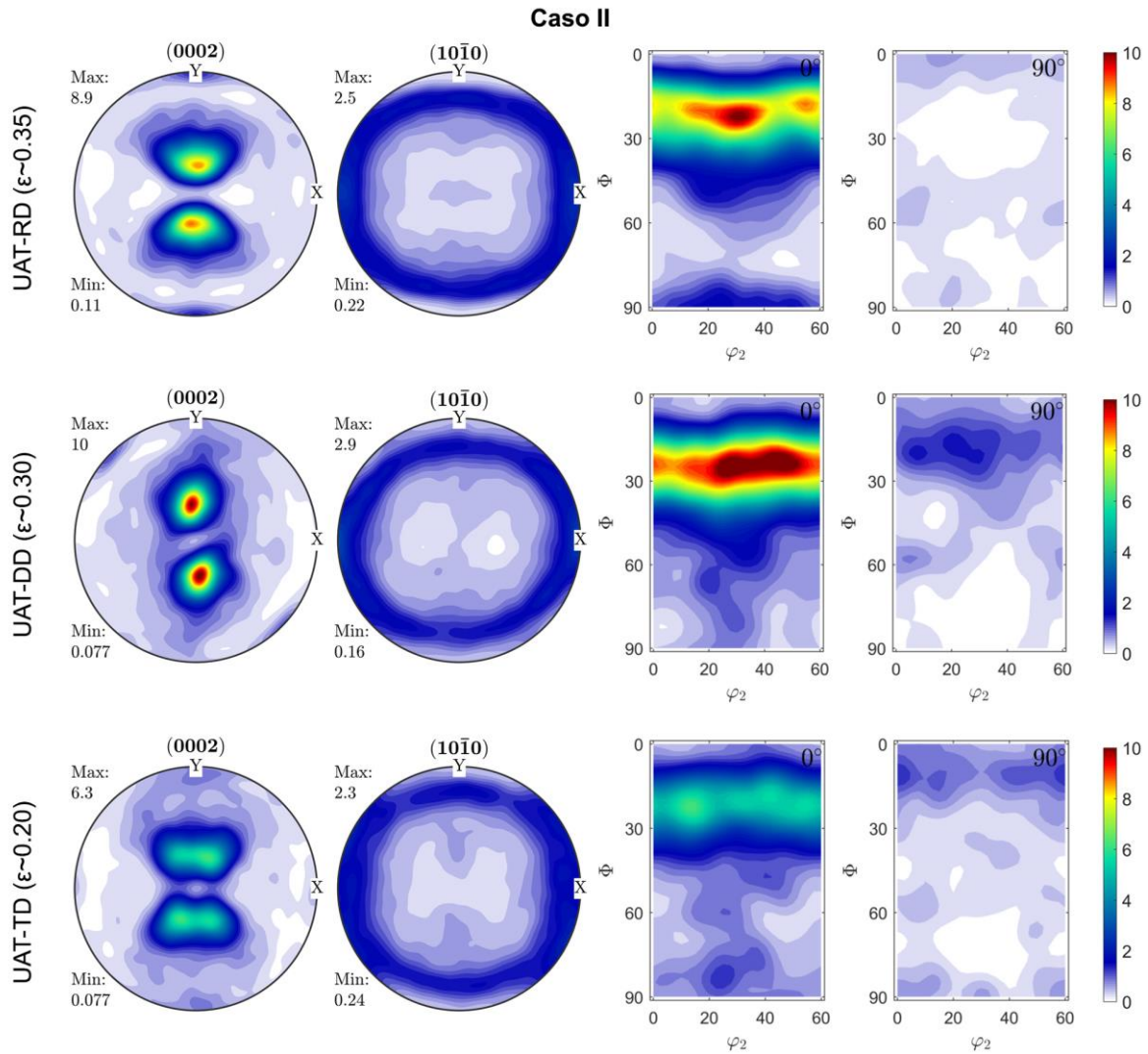


Figura 6-12: Figuras de polo y secciones de la ODF para deformación por tracción en las direcciones RD, DD y TD predichas por el modelo VPSC-SRE, con los parámetros de calibración correspondientes al caso II (forma de grano 3:1:0,1).

El desarrollo de texturas menos intensas por efecto del esquema SRE permite explicar las diferencias en el endurecimiento entre las curvas de fluencia actuales (Figura 6-8) y las obtenidas previamente sin dicho esquema (Figura 6-3). A pesar de la similitud entre los parámetros de Voce adoptados para ambas simulaciones, evidentemente el ablandamiento observado en las corridas UAT-TD anteriores no se registra en el modelo SRE, y esto es compatible con la actividad piramidal-II predominante en todo el rango de deformación considerado, sobre todo para la morfología del caso I. En efecto, ya que ahora los ejes c en la textura TD no se reorientan como en las simulaciones sin SRE, el deslizamiento basal permanece con factores de Schmid desfavorables respecto del piramidal-II en la sollicitación TD, y la elevada CRSS de este último mantiene la tensión de fluencia macroscópica con una pendiente positiva. Por su parte, las simulaciones del ensayo UAT-RD desactivando el esquema SRE predicen una tensión de fluencia algo más alta y con un endurecimiento más fuerte. Esto también es compatible con el efecto SRE, en el sentido de que la evolución de textura lograda permite

compatibilizar la deformación en RD con una combinación más pareja de deslizamiento basal y piramidal-II, sin que el modo basal se endurezca por deformación ostensiblemente (como ocurre en el modelo sin SRE, Figura 6-4).

Con el fin de evaluar la capacidad predictiva del modelo y tomar una decisión respecto de la mejor representación de la microestructura, se determinaron los coeficientes de Lankford para los casos I y II y se compararon con los valores experimentales medidos a $\epsilon=0,10$ (Figura 6-13). Los cálculos resultantes reproducen la variación del valor de r en el plano de la chapa, incrementándose a medida que el eje de tracción rota desde RD hacia TD. Aunque los valores simulados subestiman, en casi todos los casos, a los experimentales, en general la predicción es superadora respecto del modelo sin SRE (Figura 6-6). En ese caso, la actividad no-basal más escasa que resulta al desactivar el SRE redundaba en una menor contracción plástica en el ancho de la chapa; de ahí que los coeficientes de Lankford resulten menores, similares a los reportados por Cauvin et al. (2018).

Por otra parte, la morfología granular adoptada, como ya pudo observarse en las simulaciones sin SRE, es un factor importante en la predicción del valor de r . La forma elipsoidal impuesta para el caso II otorga un mejor resultado, particularmente en la dirección TD donde la diferencia con el valor experimental es reducida al 7%. Siguiendo la Figura 6-9, esta forma más alargada, asimilable al efecto de fibrado provocado por la fase intermetálica, disminuye la preponderancia de la actividad piramidal para el caso TD, otorgando una predicción más realista del coeficiente de Lankford. El maclado mecánico, dada su actividad marginal, no tiene influencia apreciable en el perfil de los valores de r predichos. Es importante enfatizar que los coeficientes de Lankford no fueron incluidos en el procedimiento de ajuste de las CRSSs, lo que provee una evaluación independiente de la capacidad predictiva del modelo.

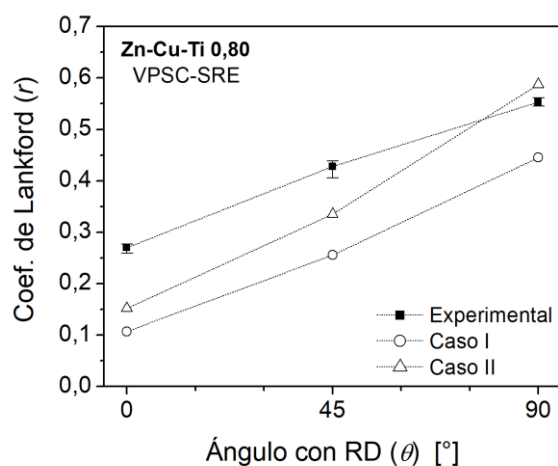


Figura 6-13: Comparación de los coeficientes de Lankford a una deformación de 0,10 medidos experimentalmente y predichos por el modelo VPSC-SRE para ambas formas de grano.

6.2.2.2. Ensayos de corte simple

Siguiendo con la verificación del desempeño del modelo VPSC-SRE, se realizaron ensayos de corte simple sobre el plano de la chapa para analizar la respuesta mecánica y la evolución de textura en una trayectoria de deformación no usada para el ajuste del modelo. Para este propósito se empleó un dispositivo basado en el ensayo de corte de Miyauchi (Miyauchi, 1984) capaz de ser montado en la máquina Instron. La probeta tiene dos regiones de corte de 3 mm de ancho y 70 mm de largo, simétricas con respecto al eje de carga. Estas dimensiones, junto con el espesor de 0,80 mm, son adecuadas para obtener una zona de deformación homogénea y reducir el efecto de contorno libre en la probeta (Bouvier et al., 2006). Los ensayos se llevaron a cabo a temperatura ambiente y con una velocidad de deformación constante de $5,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, en tres direcciones de corte (SD) sobre el plano de la chapa, esto es a 0° , 45° y 90° respecto de la RD. El plano de corte es identificado mediante su dirección normal (SND), la cual es perpendicular a la SD y la ND. Los datos de fuerza fueron extraídos directamente de la celda de carga de la máquina de ensayo, mientras que el campo de deformaciones fue obtenido a partir de las mediciones con DIC. La validez de estos datos se considera hasta el punto en que el campo de deformaciones comienza a exhibir regiones no homogéneas.

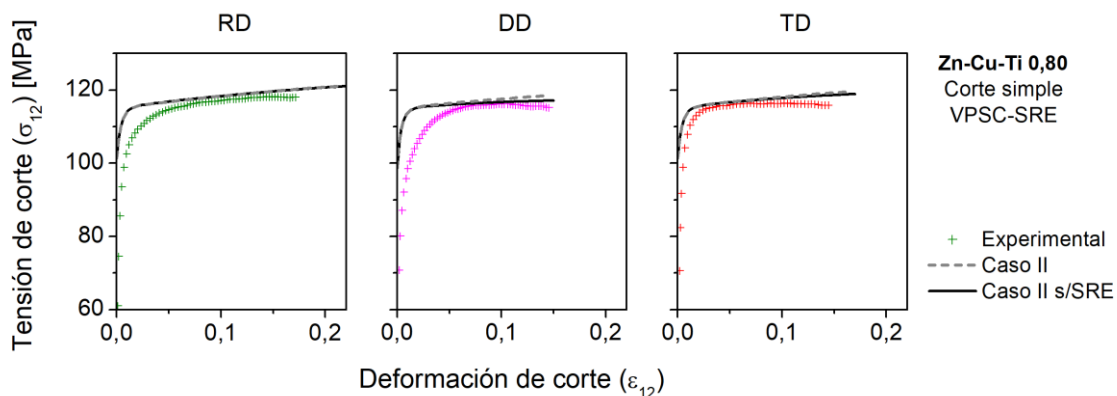


Figura 6-14: Curvas tensión-deformación en corte simple experimentales y simuladas, con y sin el esquema SRE. De izquierda a derecha: dirección de corte paralela a RD, DD y TD. Las componentes normales del tensor de tensión de Cauchy fueron forzadas a cero para la simulación.

En la Figura 6-14 pueden compararse las curvas tensión-deformación de corte experimentales con las simuladas para cada dirección ensayada. Para la simulación se mantuvieron los parámetros correspondientes al caso II. El comportamiento predicho reproduce bien los niveles de tensión para las tres direcciones de carga, tanto con el efecto SRE incluido en el modelo como sin él. La marcada anisotropía observada en la respuesta en tracción no está presente en los ensayos de corte simple. Simulaciones efectuadas con ángulos de sollicitación intermedios confirman la tendencia. Esta característica se refleja en las actividades relativas de los modos de deformación cristalinos reportados en la Figura 6-15, las que evidentemente no difieren entre las distintas direcciones de corte analizadas. El deslizamiento basal permanece como el más activo, mientras que la actividad de los sistemas más

duros se distribuye entre los modos piramidal-II y prismático, con predominio del piramidal. La proporción de maclado mecánico, como era de esperarse, es despreciable.

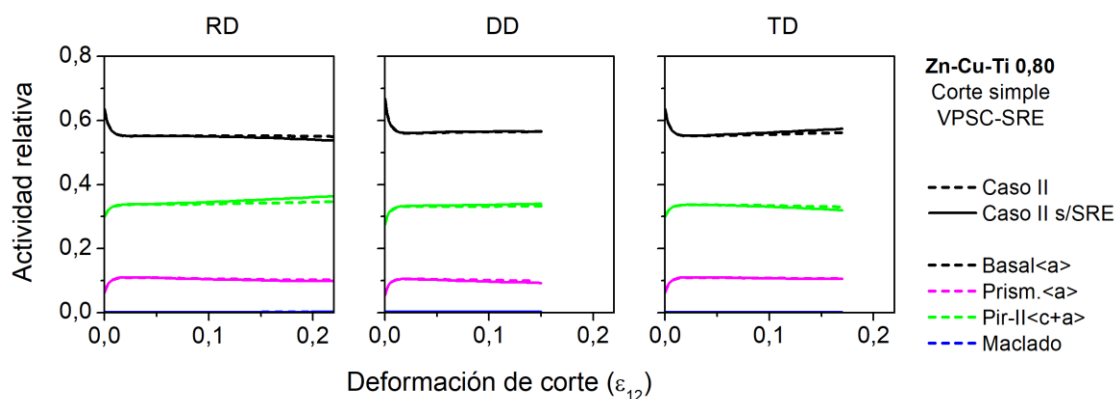


Figura 6-15: Actividad relativa de los modos de deformación para las tres direcciones de corte simuladas, con y sin el efecto SRE.

Para el análisis de la textura, las PFs incompletas de los planos $\{0002\}$, $\{10\bar{1}0\}$, $\{10\bar{1}1\}$ y $\{10\bar{1}2\}$ fueron medidas por difracción de rayos X en el plano SD-SND. Debido a la estrechez de la zona deformada, una de las áreas de corte de cada probeta fue cortada en cuatro piezas iguales y éstas fueron montadas lado a lado para obtener un tamaño de barrido apropiado. La textura fue examinada en un sistema de referencia fijo con $X \parallel TD$, $Y \parallel RD$ y $Z \parallel ND$; el tratamiento de los datos experimentales siguió el mismo procedimiento descrito previamente. Las PFs basales experimentales y simuladas se grafican en la Figura 6-16 para los ensayos con la SD paralela a RD, DD y TD, y niveles de deformación respectivos de $\epsilon_{12} \cong 0,22$, $\epsilon_{12} \cong 0,15$ y $\epsilon_{12} \cong 0,17$. A modo de referencia, se indica en líneas de puntos la traza del plano de corte para cada caso.

Una rotación macroscópica de la textura alrededor de la ND –típica de corte simple– es claramente visible para los ensayos con la SD paralela a RD y TD. La componente principal de textura conserva la inclinación de los ejes c respecto de la ND, pero su intensidad decrece. Se observa una componente menor, de baja intensidad, formada por cristales con su eje basal paralelo al plano de la chapa. Los resultados obtenidos mediante el modelo VPSC-SRE capturan exitosamente estos aspectos centrales de las texturas experimentales para los tres ensayos realizados. Por otro lado, la evolución de textura predicha sin el esquema SRE exhibe el desarrollo de la orientación ideal denominada C, estudiada en metales HCP sometidos a corte simple (Beausir et al., 2007), la cual no está presente en nuestro material. En particular, la PF simulada sin SRE para el ensayo en RD acuerda bastante con la que obtuvieron Borodachenkova et al. (2015) en sus simulaciones de corte simple en Zn con VPSC, aunque recordemos que estos autores hallaron una actividad piramidal-II poco realista (incluso más alta que la del modo basal).

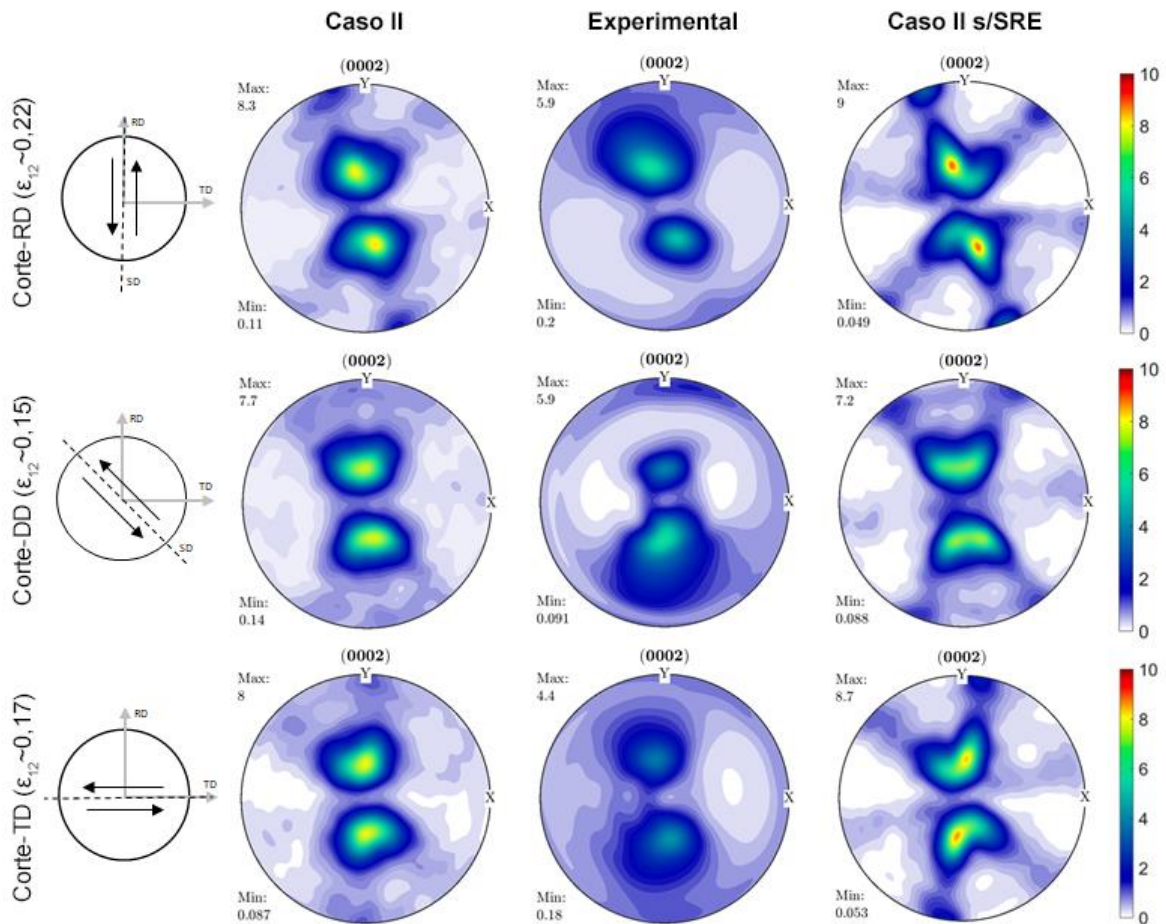


Figura 6-16: Figuras de polo basales de los ensayos de corte simple: predichas considerando el esquema SRE (izquierda), experimentales (centro) y simuladas sin SRE (derecha).

Finalmente, el buen acuerdo observado entre las curvas tensión-deformación de corte simple y la evolución de textura en las tres direcciones analizadas verifican la capacidad del modelo VPSC-SRE, sobre todo para la morfología granular del caso II.

6.2.3. Conclusiones

En esta sección se simuló la deformación monótona de la chapa Zn-Cu-Ti de 0,80 mm mediante una extensión del modelo VPSC que incorpora el efecto de corto alcance (SRE) asociado al proceso de fragmentación granular por CDRX. Para el comportamiento constitutivo viscoplástico se mantuvo la linealización afín, mientras que el esquema SRE consistió en forzar la continuidad de la velocidad de rotación de la red cristalina para grupos de tres orientaciones escogidas al azar. La calibración del modelo se realizó nuevamente ajustando las curvas UAT experimentales en las direcciones RD, DD y TD, considerando dos formas elipsoidales independientes.

Mediante el modelo VPSC-SRE se pudo reproducir adecuadamente el comportamiento plástico macroscópico de la chapa, tanto en lo que respecta a las curvas de fluencia como a la evolución de

textura en tracción. Si bien la anisotropía plástica (valores de r) resulta algo subestimada, al comparar con trabajos de modelado previos y con los resultados propios de la sección anterior, podemos concluir que la forma de grano más esbelta (caso II) provee una predicción razonable, principalmente para la sollicitación en TD. Adicionalmente, la predicción de las curvas tensión-deformación de corte simple –ensayo no usado para la calibración del modelo– presenta un buen acuerdo con las experimentales. Asimismo, la incorporación del esquema SRE en el modelo lleva a una mejor reproducción de la textura cristalográfica desarrollada durante dicha deformación de corte simple.

A partir de los resultados aportados por las simulaciones, es posible concluir que una reorientación adicional de los subgranos debida a la CDRX –impuesta aquí a través del esquema SRE– puede reproducir satisfactoriamente la evolución de textura de la aleación Zn-Cu-Ti durante deformación monótona de tracción y corte simple en el plano. Estos resultados muestran que el mecanismo de SRE propuesto es capaz de emular, de manera simple, los efectos de la CDRX a nivel del agregado policristalino. Un modelo más refinado, considerando la interacción mecánica entre subgranos, se propondrá en la sección siguiente con el fin de enmendar la falta de descripción local del enfoque aquí presentado.

6.3. Modelo de grano compuesto con recristalización dinámica continua (VPSC-CDRX-CG)

El efecto principal de la CDRX sobre la evolución de textura de la aleación Zn-Cu-Ti bajo estudio, tal como se mostró en el Capítulo 5, consiste en estabilizar la componente basal principal y a la vez atenuar levemente su intensidad, aleatorizando la distribución de polos prismáticos alrededor del eje c . Como se introdujo en el apartado 2.6.2, en el campo de la geología existe un problema, aún no del todo resuelto, relacionado con la evolución de textura de minerales anisótropos deformados por corte simple a altas temperaturas. En particular, el modelado de la deformación plástica acompañada por DRX en olivino ha sido encarado desde diversos enfoques CP con resultados no completamente satisfactorios, particularmente en lo que respecta a la evolución de la orientación preferencial. Signorelli y Tommasi (2015) abordaron este problema acoplando al modelo VPSC un criterio de CDRX probabilístico junto con un esquema de *grano compuesto* con interacción mecánica en dos niveles (modelo VPSC-CDRX-CG). El propósito central de dicho modelo consiste en predecir de manera simple pero robusta la evolución de la textura de olivino en corte simple, basándose en el mecanismo de DRX de tipo continuo a partir de la evidencia microestructural de rocas deformadas tanto natural como experimentalmente. Tal evidencia indica que, en las rocas ricas en olivino, existe una abundante proporción de LABs con misorientaciones dadas por rotaciones alrededor de los ejes $\{0kl\}$ y granos recristalizados con tamaños similares a los subgranos. Esto, a su vez, permite inferir que el desarrollo de la DRX en olivino ocurre esencialmente por la misorientación gradual de LABs que devienen en HABs. Tanto este mecanismo –usualmente descrito como *rotación de subgranos* o CDRX– como el fenómeno complementario de la nucleación y crecimiento de granos nuevos –*migración de bordes* o DDRX– han servido tradicionalmente para explicar la discrepancia entre la evolución de textura

experimental y la simulada del olivino deformado por corte simple, cuya característica principal consiste en una gran estabilidad de la componente principal acompañada de una atenuación de la intensidad. Las similitudes del desarrollo de microestructura descrito para el olivino con el estudiado en este trabajo para el zinc, junto con la dificultad de predecir numéricamente la evolución de textura de éste mediante el modelo VPSC tradicional, sugieren extender la aplicación del modelo VPSC-CDRX-CG a la deformación de nuestro material.

Los esquemas de grano compuesto (CG) han sido originalmente ideados en el marco de los modelos de homogeneización para tratar con la interacción entre fases o granos vecinos que exhiben una cierta correlación cristalográfica y/o morfológica. Su origen se remonta a la teoría de plasticidad con condiciones relajadas (Honneff y Mecking, 1981).⁴⁸ Por ejemplo, ciertos policristales bifásicos con morfología laminar, con una correlación en la interfase que se repite periódicamente –como las aleaciones de Ti $\alpha+\beta$ –, pueden idealizarse como dos regiones de fases disímiles interactuando en un medio efectivo (Lebensohn et al., 1997). Análogamente, un esquema similar puede aplicarse para modelizar la subdivisión y correspondiente interacción de un policristal monofásico cuando macla. Lebensohn et al. (1998; 1997) aplicaron esta idea al modelado de la plasticidad de cristales de γ Ti-Al maclado polisintéticamente (PST). Dada la morfología laminar de la microestructura de este tipo de materiales, y la fuerte correlación cristalográfica entre los dominios de macla y matriz, se propuso un comportamiento constitutivo local de tipo viscoplástico y una interacción entre los dominios macla-matriz basada en condiciones relajadas por efecto de la morfología laminar. Este ensamble laminar puede ser implementado como relación constitutiva local dentro de un modelo policristalino de tipo Taylor o VPSC-1 sitio. En este sentido, y en línea con la modelización del maclado mecánico, Proust et al. (2007) desarrollaron un modelo CG-VPSC en el cual el dominio elipsoidal puede subdividirse en láminas alternadas de macla-matriz, dentro de las cuales la deformación por deslizamiento es influenciada por el efecto de barrera dado por las interfases macla-matriz (endurecimiento de tipo Hall-Petch direccional). La interacción micro-macro del ensamble CG con el policristal sigue el esquema VPSC, pero el comportamiento local propuesto permite predecir mejor no sólo la evolución de textura sino la respuesta mecánica global de Zr policristalino ante caminos de deformación no monótonos. Similarmente, el modelo VPSC-CDRX-CG de Signorelli y Tommasi (2015) propone una mecánica de dos niveles: las interacciones de corto alcance (nivel intragranular, es decir entre subgranos) siguen un modelo de tensión constante (Sachs o límite inferior), mientras que las interacciones de largo alcance (entre granos) son homogeneizadas mediante el enfoque auto-consistente. Al combinar este esquema CG con un criterio probabilístico de CDRX, el modelo permite simular tanto la cinemática (fragmentación de los granos con un cambio en la misorientación de los subgranos respecto de sus granos padre) como la mecánica de la CDRX (heterogeneidad máxima en la deformación intragranular, y compatibilidad en deformación relajada entre granos). La ley que gobierna la cinética de la CDRX está basada en el mecanismo probabilístico de nucleación propuesto por Solas et al. (2001), y por ende la creación de un subgrano no implica una evolución gradual de su misorientación respecto de su entorno. El modelo de CDRX pionero de Gourdet y Montheillet (2003) da

⁴⁸ Véase sección 2.6.1 para una introducción al concepto de homogeneización con condiciones relajadas.

cuenta de la evolución gradual de la misorientación de las LABs hacia HABs, pero, al tratarse de un enfoque semianalítico homogéneo, no permite predecir la evolución de textura global. Por su parte, el modelo de CDRX embebido en el marco VPSC de Zhou et al. (2018) (basado en el modelo de fragmentación con homogeneización FC de Tóth et al., 2010), fue aplicado exitosamente para la predicción de la respuesta mecánica y la evolución de textura de una aleación de Mg. Una diferencia respecto del presente enfoque es que dichos autores emplean una ley de endurecimiento basada en la densidad de dislocaciones, cuya evolución incide en la cinética de la fragmentación. Otro enfoque de modelado VPSC para la fragmentación por DRX es el de los trabajos de Zecevic et al. (2020; 2018). En su caso la formulación es más compleja ya que emplean la aproximación de segundo orden (VPSC-SO) con el fin de incorporar las misorientaciones intragranulares en el cálculo de los campos micromecánicos a nivel subgranular. Chen et al. (2020) adaptaron el modelo de Gourdet y Montheillet (2003) al esquema VPSC, pero la complejidad de su propuesta requiere la calibración de una cantidad notable de parámetros, lo cual vuelve cuestionable la versatilidad del modelo frente a materiales diversos y datos experimentales limitados.

En esta sección se probará la capacidad predictiva del modelo VPSC-CDRX-CG en la chapa de Zn-Cu-Ti bajo estudio, enfocando el análisis principalmente en la evolución de la textura cristalográfica. La implementación computacional del modelo se efectuó a partir de una versión propia del código VPSC desarrollada en el IFIR (Signorelli y Tommasi, 2015). Dicha versión estaba acotada al esquema de linealización tangente; para el presente trabajo de tesis se le incorporó la opción de la linealización afín. A continuación, se presenta la conceptualización del modelo y sus ecuaciones básicas, seguido de la calibración de sus parámetros mediante un procedimiento de ajuste análogo al de las secciones precedentes. Luego, analizaremos las predicciones de la evolución de textura y su sensibilidad respecto de algunos de los parámetros que regulan los efectos cinemáticos del esquema de CDRX propuesto.

6.3.1. Descripción y calibración del modelo

En el modelo VPSC-CG-CDRX se considera que cada grano del policristal puede fragmentarse en n potenciales subgranos, dependiendo de la deformación acumulada y la diferencia de trabajo plástico entre cada grano y el agregado. Así, cada grano conforma un ensamble de subgranos o fragmentos con orientaciones levemente distintas de las del grano padre (esquema CG, Figura 6-17). Para un dado grano g^{49} se proponen las siguientes condiciones de nucleación del subgrano i :

$$\begin{cases} \Delta\varepsilon_i^g > \epsilon_0 \\ E_i^g > \bar{E} \end{cases}, \quad (6-7)$$

lo que se traduce en que las condiciones necesarias para la formación de un subgrano son que la deformación acumulada $\Delta\varepsilon_i^g$ supere el umbral ϵ_0 , y la energía de deformación local E_i^g exceda la

⁴⁹ En este apartado, para las magnitudes locales referidas a cada grano se explicitará el superíndice g , con el fin de distinguirlas de las magnitudes correspondientes a los subgranos (i).

energía promedio del agregado, \bar{E} (las energías son calculadas a partir del trabajo plástico). La ley de nucleación se completa con el siguiente criterio de probabilidad basado en la energía plástica:

$$p_i^g = 1 - \exp\left(\frac{E_i^g - \bar{E}}{E_2 \bar{E}}\right), \quad (6-8)$$

siendo E_2 una constante que determina la eficiencia de la nucleación. Para obtener probabilidades de nucleación similares con diferentes pasos de deformación, se propone una corrección de la función de probabilidad afectada por el paso de la siguiente manera:

$$\Delta\varepsilon p_i^g = 1 - \sqrt[M]{1 - \Delta\varepsilon_{ref} p_i^g}, \quad (6-9)$$

donde las subíndices delanteros $\Delta\varepsilon$ y $\Delta\varepsilon_{ref}$ refieren a las probabilidades de nucleación correspondientes al paso de deformación escogido y al de referencia, respectivamente; mientras que el exponente $M = \Delta\varepsilon_{ref}/\Delta\varepsilon$ relaciona ambos pasos.

Entonces, para cada paso de deformación, si se satisface la Ecuación (6-7) y la probabilidad p_i^g excede un número aleatorio entre 0 y 1, ocurre la nucleación y se produce la transferencia de fracción de volumen desde el grano padre (f_p^g) hacia el subgrano (cuya fracción f_i^g era anteriormente nula):

$$f_i^{g,k} = \frac{1}{n} f_p^{g,k-1}, \quad (6-10a)$$

$$f_p^{g,k} = \left(\frac{n-1}{n}\right) f_p^{g,k-1}, \quad (6-10b)$$

donde el superíndice k corresponde al paso de deformación actual y $k-1$ al paso anterior. La generación de un subgrano implica, además, que su deformación y trabajo acumulados vuelven a ser nulos, y que su orientación cristalográfica cambia respecto de la orientación del grano padre. Para ello se propone una reorientación del subgrano dada por el siguiente par ángulo-eje de misorientación:

$$-\omega_0 \leq \omega_i^g \leq \omega_0, \quad (6-11a)$$

$$\mathbf{t}_i^g = \frac{\sum_s \mathbf{n}_{i,s}^g \otimes \mathbf{b}_{i,s}^g |\gamma_{i,s}^g|}{\sum_s |\gamma_{i,s}^g|}. \quad (6-11b)$$

El ángulo se impone como un valor aleatorio dentro del rango dado por el ángulo de referencia (ω_0); mientras que la ley definida para el eje de misorientación \mathbf{t} está dada por la actividad relativa de los sistemas de deslizamiento. Inicialmente, sólo el grano padre puede fragmentarse y desarrollar un subgrano; pero, una vez creado, cualquier subgrano es potencialmente “fragmentable”, siempre y cuando el grano padre haya agotado la nucleación de sus n potenciales fragmentos. En ese caso, el subgrano es escogido al azar, y su re-nucleación implica que su energía y deformación acumuladas se reinician, y su orientación se modifica (pero no así su fracción de volumen).

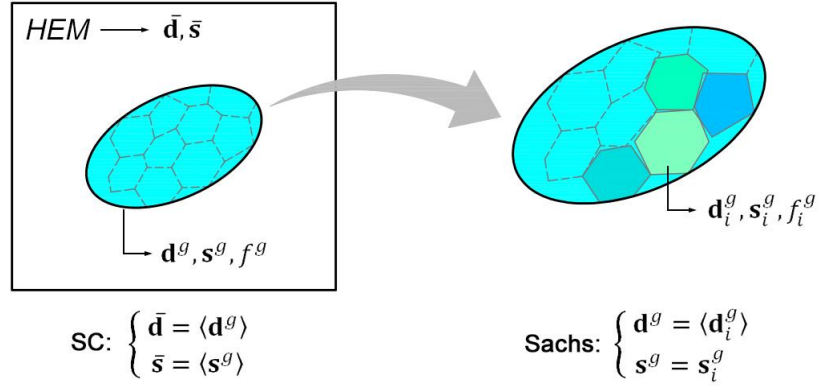


Figura 6-17: Representación esquemática del modelo VPSC-CG-CDRX. Izquierda: interacción mecánica entre granos padres (largo alcance, homogeneización SC); derecha: interacción entre subgranos (corto alcance, CG con homogeneización tipo Sachs). Los colores representan la orientación; en líneas de trazos se representan los subgranos potenciales y en líneas llenas grises los que ya fueron creados.

Para la interacción mecánica se plantea un esquema de dos niveles: dentro de cada cristal, la interacción de corto alcance entre los subgranos sigue un esquema de tensión constante (modelo de Sachs); mientras que la interacción entre los granos (largo alcance) se modeliza mediante el esquema VPSC con linealización afín. Así, asumiendo que la tensión y la velocidad de deformación son homogéneas en el volumen de cada fragmento, dichas variables a nivel del grano están dadas por su promedio ponderado:

$$\mathbf{d}^g = \sum_i f_i^g \mathbf{d}_i^g, \quad (6-12a)$$

$$\mathbf{s}^g = \sum_i f_i^g \mathbf{s}_i^g, \quad (6-12b)$$

con el subíndice i refiriendo a cada subgrano ($i = 1, \dots, n$). Ahora, la ley viscoplástica de la Ecuación (6-1) se reescribe para cada grano compuesto de esta manera:

$$\mathbf{d}^g = \dot{\gamma}_0 \sum_i f_i^g \left[\sum_s \mathbf{m}_{i,s}^g \left(\frac{\mathbf{m}_{i,s}^g : \mathbf{s}_i^g}{\tau_c^s} \right)^{1/m} \right]. \quad (6-13)$$

Con la asunción del esquema de Sachs entre el conjunto de fragmentos:

$$\mathbf{s}_i^g = \mathbf{s}^g, \quad (6-14)$$

la ecuación de interacción (6-3), $(\mathbf{d}^g - \bar{\mathbf{d}}) = -\tilde{\mathbf{M}} : (\mathbf{s}^g - \bar{\mathbf{s}})$, se reescribe:

$$\dot{\gamma}_0 \sum_i f_i^g \left[\sum_s \mathbf{m}_{i,s}^g \left(\frac{\mathbf{m}_{i,s}^g : \mathbf{s}^g}{\tau_c^s} \right)^{1/m} \right] - \bar{\mathbf{d}} = -\tilde{\mathbf{M}} : (\mathbf{s}^g - \bar{\mathbf{s}}), \quad (6-15)$$

y queda así planteada la ecuación a resolver para determinar la tensión de cada grano CG. El endurecimiento y la textura se actualizan en cada paso de deformación impuesto mediante la ley de Voce (6-4) y la tasa de rotación cristalina de la Ecuación (6-5) adaptada a cada subgrano.

Para la calibración del modelo, en lo que respecta al enfoque VPSC y la interacción de largo alcance, se mantiene la sensibilidad a la velocidad $m = 0,1$ y los modos de deformación por deslizamiento. Teniendo en mente la poca influencia del maclado en los resultados analizados previamente –y de acuerdo a la propia evidencia experimental–, este modo no es incluido en las simulaciones con el fin de acotar los parámetros de ajuste y simplificar el análisis. Para la morfología se adopta la forma elipsoidal más elongada (caso II, 3:1:0,1) en base a la mayor capacidad predictiva de la anisotropía plástica hallada en la sección previa (de todos modos, se mostrarán resultados comparativos considerando el elipsoide del caso I). En cuanto al esquema CG con CDRX, de las 10000 orientaciones discretas usadas para representar la textura inicial de la chapa de Zn-Cu-Ti de 0,80 mm, se tomaron 5000 al azar y se asumen 10 potenciales subgranos para cada una ($n = 10$). La reducción del número original se debe a la mayor demanda computacional que implica multiplicar cada orientación por sus n potenciales fragmentos (no obstante, la discretización conserva una buena representación de la textura experimental). Para la ley de nucleación de subgranos se consideró una deformación umbral $\epsilon_0 = 0,01$ y una eficiencia de nucleación $E_2 = 6$ [ecuaciones (6-7) y (6-8)]. El bajo valor de ϵ_0 se basa en la evidencia experimental de la fragmentación operando desde el inicio de la deformación plástica. Cabe aclarar que, en la práctica, tomar un valor umbral nulo ($\epsilon_0 = 0$) no modifica el resultado ya que la ley probabilística propuesta impone una evolución gradual de la cantidad de eventos de nucleación. El valor de $n = 10$ se fijó también a partir del análisis microestructural de la fragmentación por CDRX; para los niveles de deformación por tracción considerados, la cantidad media de subgranos por grano padre oscila entre 6 y 8, aproximadamente (veremos luego que la cantidad de eventos de nucleación bajo las condiciones de simulación adoptadas se mantiene cerca de dicho rango). La misorientación de los subgranos nucleados se definió con un ángulo máximo $\omega_0 = 12^\circ$ y un eje dado por la actividad relativa de los sistemas de deslizamiento [ecuación (6-11)]. En la Tabla 6-3 se resumen los valores adoptados para las variables del modelo y los parámetros de la ley de endurecimiento que surgen de la calibración. Asimismo, se incluyen en la columna derecha otros valores probados para el modelo de recristalización.

VPSC					CDRX-CG		
Esquema de linealización:	Afin				Parámetro	Valor ref.	Otros
Forma de grano:	3:1:0,1 (caso II)				Cant. de subgranos (n)	10	5, 20
Ley de endurecimiento (Voce)					Deform. umbral (ϵ_0)	0,01	0
Modo de deform.	τ_0^s	τ_1^s	θ_0^s	θ_1^s	Efic. de nucleación (E_2)	6	3, 12
Basal $\langle a \rangle$	15,4	18,8	1400	8,8	Misorientación de subgranos		
Prism. $\langle a \rangle$	175	22,0	25,0	4,2	Ángulo (ω_0)	12°	20°
Piram.-II $\langle c + a \rangle$	74,2	21,0	36,1	5,5	Eje (t_i^g)	ec. 6-11b	aleat.

Tabla 6-3: Parámetros de ajuste del modelo VPSC-CDRX-CG. Interacción de corto alcance (entre subgranos): tensión constante. Para todos los modos de deformación: $m = 0, 1$ y $h^{ss} = 1$. Tensiones críticas en MPa. La columna “otros” indica valores alternativos ensayados, discutidos en el texto.

6.3.2. Resultados y discusión

El resultado de la calibración se muestra en las curvas de fluencia de la Figura 6-18; los parámetros de la ley de Voce adoptados para el ajuste se resumen en la Tabla 6-3. Los niveles disímiles de la tensión de fluencia entre las tres direcciones ensayadas son bien reproducidos por el modelo con los parámetros adoptados. Sin embargo, podemos notar que el ajuste es algo menos satisfactorio que en los casos anteriores puesto que el efecto de la fragmentación induce un leve ablandamiento que no se corresponde con la tensión experimental. El rango de deformación a partir del cual se observa este ablandamiento oscila entre 0,08 y 0,10, y la disminución de tensión más marcada es para el caso UAT-RD. Posiblemente este efecto se debe al esquema de interacción intragranular propuesto (igual tensión para todos los fragmentos), y no a la anulación de la deformación acumulada al generarse los fragmentos ni a su reorientación (ablandamiento geométrico). Desactivando la interacción mecánica al interior del esquema CG pero manteniendo el modelo de fragmentación por CDRX, se impone que cada subgrano generado interactúe con el resto del policristal de manera autoconsistente, relajando así la hipótesis de isotensión de Sachs. De esta manera, se pueden desacoplar los dos efectos mencionados y se observa que la nucleación de subgranos, con su correspondiente reorientación y anulación de la deformación acumulada, no provoca el ablandamiento mecánico registrado (esto se verificó asimismo para la condición de morfología menos esbelta).

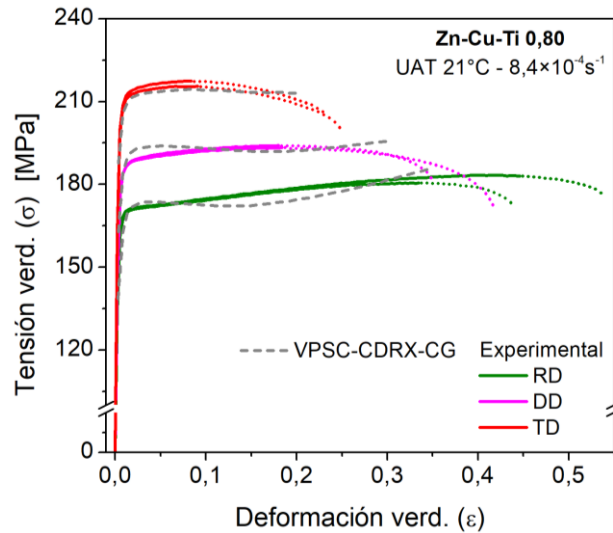


Figura 6-18: Curvas de tracción de la chapa Zn-Cu-Ti de 0,80 mm experimentales y simuladas mediante el modelo VPSC-CDRX-CG, adoptando una forma de grano 3:1:0,1 y los parámetros de la Tabla 6-3.

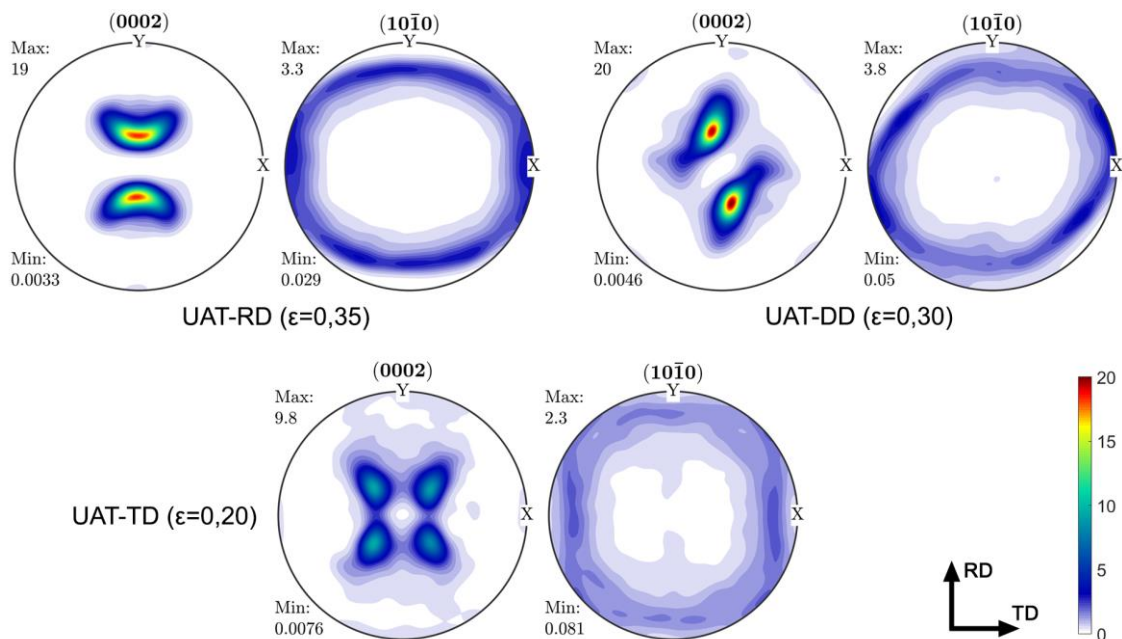


Figura 6-19: Figuras de polo de las texturas UAT predichas por el modelo VPSC-CDRX-CG, adoptando una forma de grano 3:1:0,1 y los parámetros de la Tabla 6-3.

La evolución de textura, resumida en la Figura 6-19 mediante las PFs basales y prismáticas, no presenta mejoras significativas respecto de la simulación mediante el modelo VPSC sin CDRX (Figura 6-5). En efecto, las intensidades máximas para los casos UAT-DD y TD disminuyen con respecto al modelo VPSC, pero no lo suficiente como para acercarse de manera más realista a la evolución experimental. Para el caso UAT-RD, incluso se registra un incremento tenue en la intensidad. La textura UAT-TD exhibe una tendencia levemente más comparable con la experimental, puesto que la separación de los polos basales resulta algo menos marcada que en el modelo VPSC. Sin embargo, la

formación de dos componentes claramente diferenciables se sostiene y no puede concluirse que la incorporación del modelo CDRX-CG, al menos con los parámetros adoptados, mejore la predicción global de la textura.

La influencia de algunas de las variables del modelo y de la adopción de valores alternativos de los parámetros se analizará a continuación, siguiendo la Tabla 6-4. En ella se reportan resultados de interés para la simulación de ensayos UAT en las direcciones RD y TD, a saber: cantidad promedio de subgranos por grano (eventos de nucleación); diferencia de tensión macro respecto de la simulación de referencia; textura predicha en términos de las figuras de polo basales; y coeficiente de Lankford (r).

El caso identificado como “sin esquema CG” corresponde a la interacción autoconsistente de los subgranos con el policristal completo (es decir, sin la interacción de Sachs a nivel local). El incremento de tensión registrado confirma el efecto ya comentado sobre el ablandamiento mecánico provisto por el esquema intragranular de Sachs. Por otra parte, la evolución de textura no exhibe diferencias apreciables al cambiarse el modo de interacción de los fragmentos, lo cual sugiere que la mayor heterogeneidad en deformación provista por el esquema de Sachs no influye significativamente en la rotación plástica, dominada por la fuerte interacción local.

Al imponer una morfología más acorde a la microestructura experimental (caso I, 2:1,7:1), conservando los parámetros de Voce actuales, las curvas de fluencia resultan notablemente superiores, lo cual es consistente con lo hallado en las secciones previas respecto de la mayor rigidez de la interacción micro-macro dada por la morfología menos esbelta. Modificando los parámetros de endurecimiento en proporciones similares a las anteriores, es posible reajustar aceptablemente las curvas UAT para la morfología del caso I; pero, desde la perspectiva que más interesa en esta sección, la predicción de textura continúa siendo desfavorable. Esto puede apreciarse en la tercera fila de la Tabla 6-4, donde al comparar con el modelo VPSC sin CDRX (Figura 6-5) se destaca una disminución de las intensidades pero no lo suficiente como para considerar que el efecto de recristalización simula mejor la evolución de la textura experimental.

En cuanto a la cinética de la ley de nucleación propuesta, la disminución del factor E_2 induce una fragmentación más copiosa a igualdad de las demás condiciones [ec. (6-8)]. En efecto, probando un $E_2 = 3$ (la mitad del valor nominal adoptado), a niveles de deformación equivalentes la cantidad de subgranos nucleados aumenta casi al doble. El efecto mecánico del ablandamiento es sensiblemente mayor en esta situación, (entre 3,5 y 4,4% de diferencia de tensión en las curvas UAT), y sin embargo la evolución de textura no exhibe una mejora apreciable. En las PFs basales de los casos UAT-RD y DD se registra una disminución de un punto en intensidad respecto de las simulaciones con $E_2 = 6$, mientras que para el caso TD la diferencia se reduce a sólo unas décimas de intensidad y la separación de la componente principal se conserva. Esta tendencia sugiere que, si bien el efecto de la fragmentación resulta en una leve aleatorización de las orientaciones, la rotación de la red cristalina por el efecto puramente plástico sigue dominando la evolución de textura, independientemente de la mayor cinética de la nucleación de subgranos. La cantidad máxima de fragmentos por grano, fijada por la variable n , no

influye sensiblemente en el resultado dentro de un rango de variación amplio. Imponiendo $n = 5$ ó 20 ,⁵⁰ la evolución de textura se mantiene esencialmente igual a la simulación de referencia, mientras que las tensiones macroscópicas se elevan o reducen levemente para ambos valores extremos de n . Esto se asocia con el punto anterior, ya que si bien la mayor o menor cantidad de eventos de nucleación permitida por un n distinto redundan naturalmente en una preponderancia diferente del efecto de ablandamiento por la interacción Sachs, la textura evoluciona muy poco debido a la estabilidad de las reorientaciones de los subgranos por la rotación plástica una vez nucleados. Por otro lado, en la Tabla 6-4 vemos que las condiciones de simulación adoptadas determinan una cantidad media de subgranos por grano del orden de las observadas en la microestructura experimental (Figura 5-10 y Tabla 5-1), de ahí la utilidad de fijar $n = 10$.⁵¹

La definición del ángulo de misorientación de referencia (ω_0) en 12° está basado en el estudio experimental del fenómeno de CDRX analizado en el Capítulo 5. No obstante, cabe aclarar que la ley de nucleación, tal como está implementada en el presente modelo, implica que cada subgrano que se genera puede adoptar –con igual probabilidad– cualquier valor dentro del rango $-12^\circ \leq \omega_i^g \leq 12^\circ$, lo cual no es del todo asimilable con el fenómeno de formación y evolución de un subgrano por incremento gradual de su misorientación. Ésta es identificada como una de las limitaciones del presente esquema de modelado; su análisis se retomará en la siguiente sección. Por otro lado, un aumento considerable del rango de misorientación, por ejemplo a 20° (Tabla 6-4), implica una nucleación levemente más copiosa, pero sobre todo provoca en la respuesta mecánica del modelo un mayor ablandamiento. En este caso, la reorientación de la red de los subgranos nuevos influye más fuertemente sobre la tensión macroscópica debido a la disponibilidad de una mayor fracción de volumen de orientaciones con el deslizamiento basal favorablemente orientado. Esto se confirma observando las actividades relativas de los modos de deslizamiento, con un deslizamiento basal más activo –respecto de la simulación de referencia– en las dos direcciones de sollicitación aplicadas. No obstante, la evolución global de textura nuevamente exhibe las tendencias vistas en los casos previos, aunque con una leve disminución de las intensidades máximas. A pesar de la mayor desorientación de los fragmentos respecto de sus granos padres, la plasticidad subsiguiente a la nucleación, sin ningún tipo de restricción asociable al fenómeno local de la CDRX, impone la evolución de textura estable identificada. Cabe aclarar que, para el presente caso con $\omega_0 = 20^\circ$, las tensiones macroscópicas pueden reajustarse variando los parámetros de la ley de Voce (principalmente aumentando los valores de τ_1 y θ_1 de los modos basal y piramidal-II) sin que esto modifique la leve aleatorización de las texturas encontrada. Si bien podemos considerarlo como un avance en cuanto a los casos anteriores, la tendencia a la separación de los polos basales en UAT-TD sigue sin resolverse y, además, la imposición de un rango de misorientación angular tan grande no pareciera tener una base física sólida, dada la evidencia experimental.

⁵⁰ Ambas condiciones fueron analizadas pero no se incluyen en la Tabla 6-4 dada la poca variación en el resultado.

⁵¹ Corriendo el caso UAT-RD hasta una deformación de 0,42 se llega a una cantidad de 8,8 subgranos por grano, es decir prácticamente la misma que el resultado promedio en la microestructura analizada por EBSD para dicha deformación (Tabla 5-1).

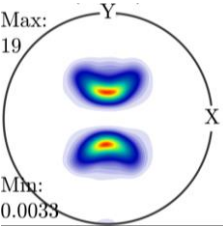
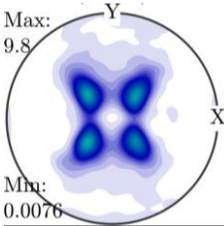
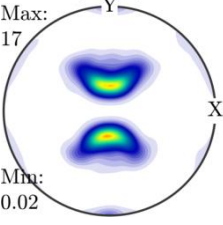
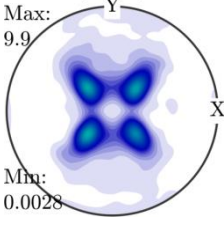
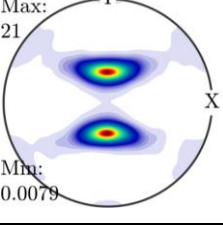
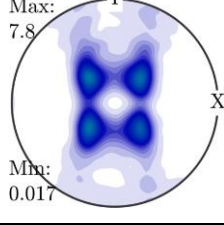
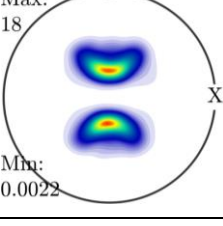
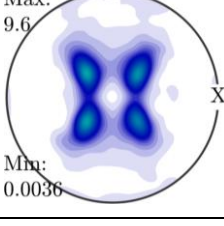
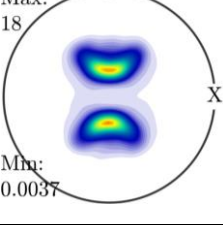
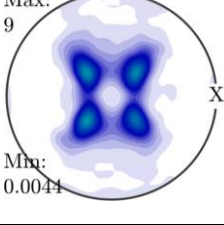
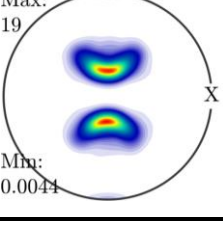
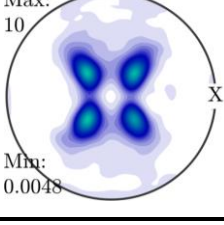
Caso	Cant. de subgranos por grano ($\epsilon=0,20$)		Variación de la tensión ($\epsilon=0,20$)*		Figuras de polo basales (0002)		Lankford ($\epsilon=0,10$)	
	RD	TD	RD	TD	UAT-RD ($\epsilon=0,35$)	UAT-TD ($\epsilon=0,20$)	RD	TD
Referencia (Tabla 6-3)	4,5	3,0	-	-			0,093	0,422
sin esquema CG	4,3	2,5	+20,1	+10,8			0,115	0,408
Morfología 2:1,7:1	3,3	3,1	-	-			0,051	0,250
Factor de nucleación $E_2 = 3$	8,6	7,1	-6,2	-9,3			0,088	0,441
Ángulo misorientación $\omega_0 = 20^\circ$	4,8	3,4	-9,0	-8,4			0,088	0,440
Eje misorientación $t_i^g = \text{aleatorio}$	4,5	2,9	+0,3	+0,7			0,095	0,428

Tabla 6-4: Influencia de las variantes del modelo VPSC-CDRX-CG y de algunos de sus parámetros, analizando simulaciones de tracción UAT en RD y TD. (*Se considera la diferencia absoluta respecto del caso de referencia [MPa].)

Por último, se analizó la variante de la ley de misorientación de los fragmentos por rotación alrededor de un eje aleatorio (es decir, no ponderado por actividad, ec. 6-11b). El efecto mecánico resultó en un endurecimiento levemente mayor, lo cual es compatible con la menor actividad basal que implica rotar los subgranos sobre un eje no proporcional a la actividad de los diversos sistemas (teniendo en mente que el modo basal es siempre el preponderante). En la evolución de textura, sin embargo, no se registran cambios significativos, excepto por un aumento muy suave de la intensidad máxima en el caso UAT-TD. La cinética de la nucleación no se modifica ostensiblemente, con una cantidad promedio de subgranos prácticamente equivalente al caso de referencia.

En la última columna de la Tabla 6-4 se reportan los valores del coeficiente de Lankford obtenidos por cada caso de simulación considerado, para un nivel de deformación de 0,10 (compatible con las mediciones experimentales y las simulaciones previas). En líneas generales, el modelo VPSC-CDRX-CG no arroja predicciones superiores de los valores de r respecto del modelo VPSC-SRE, dando en todos los casos valores similares a los del modelo VPSC sin CDRX, es decir subestimando los resultados experimentales (véanse Figura 6-6 y Figura 6-13). En particular, la peor predicción se obtuvo para el caso de la morfología 2:1,7:1, similarmente a las secciones anteriores. El modelo sin esquema intragranular CG se acerca más al valor experimental en RD, pero disminuye en TD; esto puede asociarse a la mayor actividad piramidal-II registrada para dicha condición de modelado, debido a la mayor compatibilidad en deformación intergranular que supone la interacción autosistente tanto para los granos como para los subgranos. Finalmente, la variación de los parámetros asociados a la ley de nucleación (E_2 , ω_0 y eje aleatorio) no implican diferencias significativas en lo que respecta a la anisotropía plástica.

6.3.3. Conclusiones

En este apartado se estudió la incorporación del modelo de fragmentación en el enfoque VPSC mediante el esquema de grano compuesto (VPSC-CDRX-CG), desarrollado originalmente por Signorelli y Tommasi (2015) y extendido aquí para la linealización afín. Este modelo, al menos en su formulación actual, no es capaz de mejorar sensiblemente la predicción de textura de la aleación Zn-Cu-Ti respecto del modelo VPSC tradicional, independientemente de la linealización adoptada. Sin embargo, el análisis sistemático de los resultados y la influencia de ciertos parámetros del modelo permitió dilucidar algunos aspectos que cabría incorporar al esquema de modelado para lograr una mayor correlación entre el fenómeno de CDRX y su efecto sobre la textura.

Un punto a tener en cuenta de la cinemática del modelo es la evolución de la misorientación de los fragmentos. Como vimos, la nucleación de un subgrano implica una rotación fija respecto de su grano padre, cuyo ángulo/eje puede variar en un rango determinado, pero que no evoluciona gradualmente luego de su creación. El fuerte efecto de la plasticidad sobre cada subgrano una vez creado, independientemente de su relación de orientación con el grano padre, parece ser el factor determinante que lleva a que la textura mantenga su evolución estable (que en el caso UAT-TD implica la separación irreal de la componente basal). A partir de este análisis surge la idea de incorporar una

ley de la misorientación basada en la evidencia experimental (Capítulo 5), e imponer algún tipo de restricción a su evolución de manera de contrarrestar la tendencia debida a la plasticidad por deslizamiento puro (ver próxima sección).

En lo que respecta a la mecánica del modelo, la conjunción de un criterio de fragmentación con una interacción de dos niveles implica una sensibilidad importante a los parámetros y tiene efectos decisivos sobre la respuesta mecánica macro del policristal. La interacción intragranular (entre subgranos), basada en el esquema de isotensión de Sachs, tiende a inducir un ablandamiento no despreciable durante las primeras etapas de la deformación. Esto da la pauta de que una posible mejora al enfoque actual podría provenir de imponer algunas restricciones a la deformación intragranular, de forma tal de lograr una respuesta de la tensión local más alejada del límite inferior.

6.4. Propuesta de ley de evolución gradual de misorientación de subgranos

A partir del análisis de las simulaciones efectuadas, y de la evidencia experimental del fenómeno de CDRX actuante en nuestro material, se propone que un modelo capaz de predecir adecuadamente la evolución de textura de aleaciones de Zn debería incorporar un criterio cinemático para la creación y evolución de subgranos más representativo del fenómeno observado a escala local. En la presente sección se introducen algunos lineamientos a tener en cuenta para la implementación de tal modelo en el marco del código VPSC-CDRX-CG.

En este sentido, se propone una ley de evolución de la misorientación de subgranos dependiente de la deformación, basada empíricamente en los datos experimentales analizados en el Capítulo 5. La creación de subgranos seguirá gobernada por una ley probabilística pero ajustada por la estadística de la microestructura experimental, y la misorientación del fragmento al crearse será pequeña respecto de la orientación del grano padre. A medida que la deformación progrese, la misorientación de los subgranos aumentará gradualmente, con un ángulo dependiente de la deformación de corte acumulada a nivel local y alrededor de un eje cristalográfico basado en la distribución de ejes de misorientación experimental. Esta propuesta impone restricciones –basadas en la microestructura real– a la evolución del estado mecánico de cada grano (y sus subgranos), por lo que el cálculo de las tensiones locales para cada paso de deformación requerirá un ajuste diferente al efectuado con los modelos previos. A continuación se presenta la propuesta más detalladamente.

A partir de la microestructura revelada por EBSD del material en dos estados (inicial y deformada por tracción), consideramos la distribución de ángulos de misorientación de los sub-bordes⁵², junto con la cuantificación de la fragmentación dada por el número promedio de subgranos por grano. En la Figura 6-20 (izquierda) se muestra la distribución de ángulos de los sub-bordes para la chapa Zn-Cu-Ti de 0,80 mm, en su condición inicial y deformada por UAT en RD hasta ~0,42 (arriba se presenta en términos de cuentas y debajo en frecuencia). El rango angular abarcado es $2^\circ < \omega \leq 12^\circ$, y

⁵² Recordemos que se utilizan indistintamente los términos *sub-bordes*, *bordes de subgranos*, *bordes de bajo ángulo* o LABs (por *low-angle boundaries*).

se cuantifican los subgranos pertenecientes a los granos grandes (diámetro equivalente $> 3 \mu\text{m}$), en concordancia con lo analizado en el Capítulo 5 respecto del proceso de fragmentación por CDRX.⁵³ Además, esta distribución incluye los segmentos de LABs que no llegan a configurar un subgrano completo, cuya fracción respecto de los bordes totales es cercana al 50%. En la sección 5.3.5 estas LABs fueron incluidas en el análisis de los ejes de misorientación considerando que forman parte del proceso gradual de creación de los subgranos. No obstante, en la presente propuesta, dichos segmentos serán descartados, teniendo en cuenta que el enfoque numérico consiste en tratar con subgranos formados y su posterior evolución en términos de la orientación promedio, y no con la evolución de sus bordes. Al considerar únicamente los bordes de subgranos completos se tienen las distribuciones de la Figura 6-20 (derecha), la cual exhibe la mayor fracción de bordes en el rango angular intermedio ($\sim 4^\circ\text{--}9^\circ$). Como era esperable, el pico de sub-bordes de muy bajo ángulo ($\sim 2^\circ\text{--}3^\circ$) en la distribución izquierda se explica por la gran cantidad de LABs que aún no formaron un subgrano, tanto en la condición inicial como en la deformada (aunque en esta última su cantidad decrece apreciablemente). Respecto de la microestructura deformada, la distribución de LABs de subgranos (Figura 6-20, derecha) muestra una mayor cantidad de bordes que la inicial (compatible con la mayor cantidad de subgranos por la fragmentación) y una leve preponderancia del rango de ángulos mayores ($\sim 6^\circ\text{--}12^\circ$). Esto último también se evidencia observando las distribuciones que incluyen las LABs segmentadas (Figura 6-20, izquierda). El valor promedio de cada distribución es $7,1^\circ$ y $7,3^\circ$ (inicial y deformada, respectivamente). Esta diferencia leve en el promedio y la forma relativamente similar de ambas distribuciones sugiere que el proceso de deformación con CDRX en las condiciones analizadas tiene características de estado estacionario (Humphreys y Hatherly, 2004).

Por otra parte, si se estudian separadamente los sub-bordes contenidos en los granos del Grupo I y del Grupo II (cuyos ejes c están orientados a un ángulo mayor y menor de 45° , respectivamente, de la dirección ND de la chapa; cf. sección 5.3.4), la distribución angular de LABs es prácticamente equivalente para ambos conjuntos de orientaciones. Por este motivo, en lo que respecta a la asignación de ángulos de misorientación en el modelo, no deberían hacerse diferencias respecto de la orientación inicial de los granos (no así para los ejes de misorientación, como se explicará luego).

⁵³ La consideración del subconjunto de granos ‘grandes’ se basa en la preeminencia del fenómeno de fragmentación en los granos que poseen mayor tamaño, cf. sección 5.3.3.

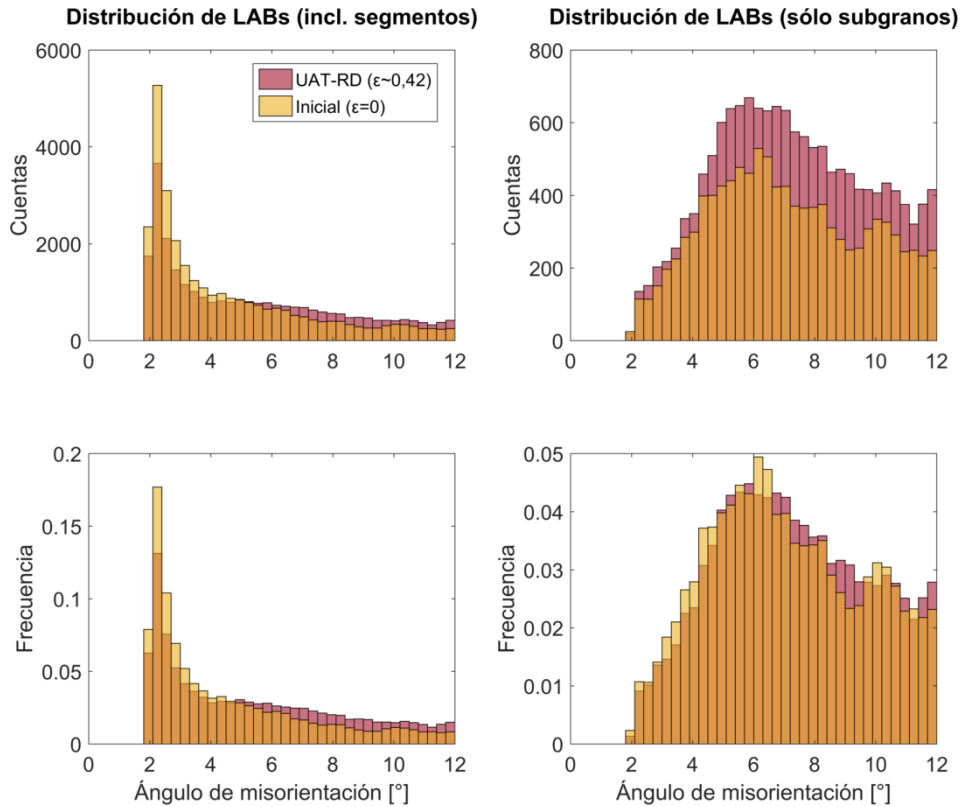


Figura 6-20: Distribución de ángulos de misorientación de LABs en la chapa Zn-Cu-Ti 0,80 mm inicial y deformada por UAT en RD. Izquierda: la muestra incluye los segmentos de LABs que aún no forman un subgrano. Derecha: sólo LABs de subgranos completos.

Para asociar la distribución de ángulos de LABs a la cinética de la fragmentación, se impondrá como condición inicial la preexistencia de x_0 subgranos por grano:

$$x_0 = \frac{n_0}{N_0}, \quad (6-16)$$

siendo n_0 la cantidad de subgranos y N_0 la cantidad de granos grandes en la microestructura inicial experimental de la chapa. En el modelo, el indicador x_0 se usará para asignar aleatoriamente una cantidad de subgranos inicial a cada orientación del archivo de textura de entrada, dando cuenta del estado de fragmentación parcial preexistente en el material. A su vez, con los datos experimentales de la Figura 6-20 (derecha), se le asignará a cada subgrano una desorientación angular respecto del grano padre basada en la distribución inicial de ángulos de misorientación de las LABs de subgranos. Para ello se propone una asignación de valores angulares muestreados uniformemente al azar, de forma tal de reflejar –con la muestra de subgranos creada para la entrada del modelo– una distribución equivalente a la experimental.

En cuanto a la evolución del proceso de CDRX, buscamos que durante la deformación plástica no solamente la cantidad de subgranos se incremente sino que su misorientación evolucione paulatinamente, tanto en lo que respecta al ángulo como al eje. Para ello, proponemos una ley simple de evolución lineal del ángulo de misorientación con la deformación acumulada por subgrano:

$$\omega_i^g = \omega_0 + k\Gamma_i^g, \quad (6-17)$$

donde ω_0 es el umbral de misorientación mínima (en nuestro caso 2°), k la pendiente de la ley a ajustar, y Γ_i^g la deformación de corte en cada subgrano i del grano g ,

$$\Gamma_i^g = \sum_s \gamma_{i,s}^g, \quad (6-18)$$

que el modelo va determinando en cada paso de deformación.

La pendiente k de la ley se ajusta a partir de los datos experimentales de misorientación de LABs en una condición deformada; en este caso, considerando la chapa de 0,80 mm, se dispone de la microestructura deformada por tracción en RD hasta $\sim 0,42$. Para el ajuste, además, se tiene en cuenta la cinética del proceso de fragmentación en términos de la cantidad de subgranos, buscando que la evolución de la misorientación alcance una distribución similar y un promedio equivalente al experimental:⁵⁴

$$\langle \omega_f \rangle = \frac{1}{N_f n_f} \sum_{g=1}^{N_f} \sum_{i=1}^{n_f} \omega_i^g \cong \langle \omega_f \rangle^{exp}, \quad (6-19)$$

donde N_f y n_f son las cantidades de granos y subgranos, respectivamente, en la condición deformada final. Esta relación, a su vez, define al valor $x_f = n_f/N_f$, indicativo del estado de la fragmentación en la condición final. En cuanto a la deformación acumulada, para el ajuste puede tomarse de referencia una distribución $\{\Gamma^g\}$ calculada por el modelo VPSC sin CDRX luego de un proceso de deformación equivalente. A efectos de contemplar la temporalidad del proceso, a dicha distribución se la afecta por un proceso aleatorio entre 0 y 1 de forma tal de distribuir la generación de fragmentos durante todo el rango de deformación, considerando que cada subgrano pudo crearse o evolucionar en algún punto intermedio del proceso. Esto da un valor Γ_i^{*g} por subgrano que es el que se utiliza para ajustar k en la ley 6-17. Por otra parte, con el fin de diferenciar los subgranos creados entre el estado inicial y el final (respetando el valor de x_f) de aquéllos preexistentes al inicio, el ajuste de la ley de evolución contempla dos tipos de eventos. A los subgranos generados durante el proceso se les asigna un $\omega_0 = 2^\circ$, mientras que para los subgranos preexistentes en la condición inicial se toma $\omega_0 = \omega_{i,0}^g$ (es decir, el valor de ángulo de misorientación extraído de la distribución experimental inicial).

Por último, dado que la distribución de Γ_i^{*g} es relativamente amplia, la ley propuesta implica la evolución de una fracción no despreciable de subgranos hacia ángulos de misorientación mayores al umbral máximo de 12° . Para esta situación puede asumirse que dichos subgranos pasan a formar parte del conjunto de granos, y por ende la ley de evolución de la misorientación deja de correr para ellos. La

⁵⁴ El requerimiento de ajuste del valor promedio puede considerarse como una condición débil frente al condicionamiento de la distribución. No obstante, a los fines buscados la imposición de una condición sobre el promedio simplifica apreciablemente el problema.

relación x_f deberá respetarse generando la nucleación de nuevos subgranos (con $\omega_0 = 2^\circ$) en la misma proporción en que los subgranos de ángulo alto salen del conjunto.

El resultado del procedimiento de ajuste descrito se muestra en la Figura 6-21 (derecha), en la que se compara con la distribución experimental (izquierda). Para la población inicial se escogió un n_0 (y el correspondiente $N_0 = n_0/x_0$) tal que se aprovecharan al máximo los datos de LABs experimentales disponibles (de ahí que coincida el número de cuentas en las distribuciones de la parte superior de la figura). El mejor ajuste se logró para una pendiente $k \cong 7^\circ$. Puede notarse que la distribución final calculada es aceptablemente similar a la experimental.

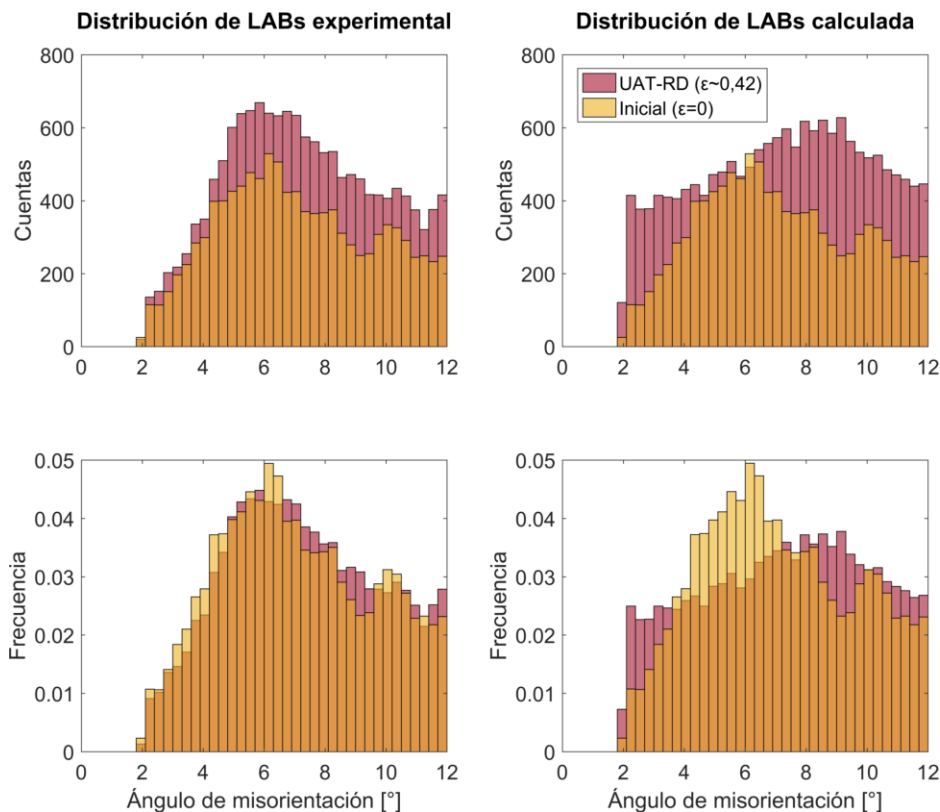


Figura 6-21: Distribuciones de ángulos de misorientación de bordes de subgranos inicial y ‘final’ (UAT-RD). Izquierda: experimental (ídem Fig. 6-19). Derecha: distribución inicial muestreada desde los datos experimentales y distribución ‘final’ calculada por la ley de evolución propuesta, usando el criterio de ajuste con $\omega_0 = 2^\circ$ y $k = 7^\circ$.

La distribución de ejes de misorientación de los sub-bordes de la chapa de 0,80 mm sigue la tendencia registrada para el espesor 0,65 (sección 5.3.5), como se resume en la Figura 6-22. Allí podemos notar que, para el Grupo I de orientaciones, la mayor parte de las misorientaciones se explica por rotaciones alrededor de ejes $\langle uvt0 \rangle$, tanto para el rango de LABs de muy bajo ángulo (2° – 6°) como

para aquellas de valores intermedios (6°–12°).⁵⁵ Para la condición deformada (UAT-RD), este último grupo de subgranos muestra, además, una leve fracción de misorientaciones alrededor del eje [0001]. Por otra parte, el conjunto de granos orientados cerca de la componente principal de textura (grupo II) exhibe, en la condición inicial, LABs con ejes distribuidos similarmente al grupo I; pero al aplicarse la deformación las rotaciones alrededor del eje *c* se vuelven más preponderantes, sobre todo para el rango angular mayor (6°–12°).

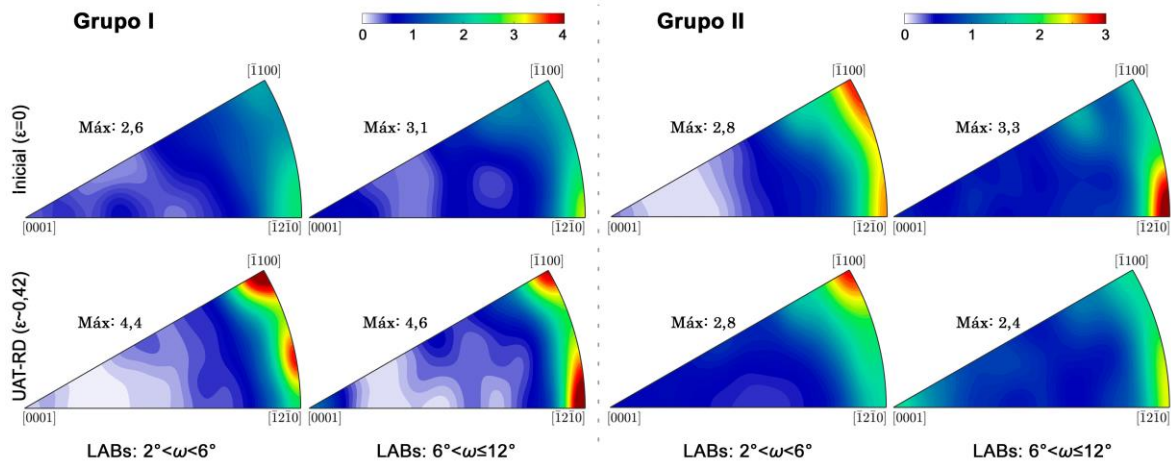


Figura 6-22: Distribuciones de ejes de misorientación experimentales de los bordes de sub-granos de la chapa Zn-Cu-Ti 0,80 mm, para dos rangos angulares diferentes y separando las poblaciones de granos padres por orientación (grupos I y II).

En las secciones 5.3.4 y 5.3.5 se analizó que la mayor proporción de rotaciones alrededor del eje *c* es compatible con una mayor actividad del modo de deslizamiento piramidal-II (*c* + *a*), el cual está geométricamente más favorecido que el modo basal (*a*) en las orientaciones cercanas a la componente principal de textura (grupo II). No obstante, las misorientaciones alrededor de ejes $\langle uvw0 \rangle$, preponderantes para los granos del grupo I, también pueden explicarse por el deslizamiento piramidal-II, además del basal. Por lo tanto, cabe suponer que al emplear el criterio de eje de misorientación propuesto por Signorelli y Tommasi (2015):

$$\mathbf{t}_i^g = \frac{\sum_s \mathbf{n}_{i,s}^g \otimes \mathbf{b}_{i,s}^g |\gamma_{i,s}^g|}{\sum_s |\gamma_{i,s}^g|}, \quad (6-20)$$

la ponderación por actividad de cada sistema puede reflejar las distribuciones de ejes registradas experimentalmente. En efecto, para las orientaciones del grupo I, con el modo basal mecánicamente más favorecido (por geometría y por su CRSS baja), es esperable que exista una preponderancia de rotaciones $\langle uvw0 \rangle$ en todo el rango angular (teniendo en mente, además, que el ángulo ahora será

⁵⁵ En este caso –siguiendo con la línea planteada para la distribución de ángulos–, se consideran solamente las LABs que conforman subgranos completos. De todos modos las distribuciones de ejes que incluyen a las LABs segmentadas muestran la misma tendencia.

directamente proporcional a la deformación acumulada). Por su parte, para el grupo II la mayor facilidad geométrica del modo piramidal-II induciría naturalmente una mayor proporción de rotaciones alrededor del eje c , pero esto sería ralentizado por su mayor CRSS. Por ende, cabe suponer que este tipo de misorientaciones tenderá a volverse más apreciable a medida que la deformación se incremente (es decir, para mayores ángulos de misorientación).

La propuesta presentada en esta sección es factible de ser implementada en el código VPSC-CDRX-CG al introducir la ley de evolución continua de la misorientación en el submodelo de grano compuesto. La estabilidad de la componente principal de textura y su menor intensidad global, asociadas con el fenómeno de CDRX, podrían así ser reproducidas por el modelo mediante el esquema empírico que se propone. De verificarse los resultados esperados, este enfoque permitiría aprovechar la eficiencia del modelo VPSC de primer orden (en su linealización afín), evitando cálculos computacionalmente más costosos asociados a la formulación de segundo orden (Zecevic et al., 2018; 2020), o bien la utilización de modelos de campo completo (Nagra et al., 2020; Roters et al., 2019).

Conclusiones y perspectivas futuras

7.1. Resumen general y conclusiones

El trabajo desarrollado en la presente tesis constituye una contribución al estudio experimental y al modelado de la plasticidad cristalina de aleaciones metálicas de estructura hexagonal compacta (HCP), en particular para las aleaciones de base zinc utilizadas en forma de chapa. La aleación Zn-Cu-Ti, sobre la que se enfocó el trabajo, se encuentra bien establecida en la industria arquitectónica como revestimiento estético y protectorio de fachadas y techos. Sin embargo, la optimización de sus propiedades tecnológicas (principalmente la formabilidad) y la comprensión de su comportamiento en relación a su compleja microestructura, implican un amplio campo de estudio científico aún no del todo explorado. Los aportes a este campo presentados en la tesis involucran dos grandes enfoques mutuamente relacionados: un enfoque experimental, cuyas principales conclusiones resumiremos a continuación, y un enfoque de modelado computacional, que se nutrió del estudio experimental y a la vez sirvió de complemento para la interpretación de los experimentos desarrollados.

En lo que respecta al enfoque experimental, se realizó una caracterización exhaustiva de chapas comerciales de la aleación Zn-Cu-Ti en dos espesores. El abordaje involucró un nivel dado por el comportamiento mecánico y otro por el análisis de microestructura mediante técnicas diversas. La respuesta mecánica, estudiada por medio de ensayos de tracción uniaxial, abarcó una serie de características relevantes tales como la evolución de la tensión de fluencia con la deformación y sus variaciones con la dirección de sollicitación, la sensibilidad a la velocidad de deformación, y la anisotropía plástica. Además, se analizó la localización de la deformación del material, resaltando la importancia de la estricción difusa y el desarrollo de bandas múltiples en esta aleación de Zn. A esto se le sumó un estudio detallado de la conformabilidad bajo trayectorias monótonas y con cambios de camino de deformación, obteniendo como resultado diagramas límite de conformado (FLD) tanto lineales como bilineales en tres direcciones de anisotropía de la chapa.

En relación a la microestructura, su caracterización comprendió el empleo de las técnicas de microscopía óptica y electrónica de barrido, con especial aplicación del método de difracción de electrones retro-dispersados (EBSD). Asimismo, se reveló la textura cristalográfica de las chapas bajo estudio por medio de difracción de rayos X (XRD) y EBSD, aspecto que resulta fundamental para comprender la anisotropía de metales HCP deformados plásticamente, como la presente aleación.

Consideramos que el estudio experimental llevado adelante, en continuidad con la tesis precedente del Dr. Fernando Schlosser (2018), contribuye a una caracterización más completa de la aleación Zn-Cu-Ti en forma de chapa que la existente en la literatura. En particular, a partir de los capítulos 3 y 5, pudo establecerse una correlación microestructural y fenomenológica entre la CDRX, la

sensibilidad a la velocidad de deformación y la elongación post-uniforme. Este último aspecto fenomenológico, a su vez, está directamente relacionado con la ductilidad extendida hallada en los ensayos de formabilidad bilineales del Capítulo 4. Por otro lado, el análisis de la textura cristalográfica de la chapa y su evolución con la deformación permitió comprender más cabalmente la marcada anisotropía plástica de la aleación, y se identificaron correlaciones entre la textura, la respuesta mecánica y los mecanismos de plasticidad cristalina mediante el empleo del modelo VPSC.

La evaluación de trayectorias de deformación no monótonas, como las efectuadas en el Capítulo 4, se inscribe en la tendencia creciente del estudio de la formabilidad bajo condiciones mecánicas más cercanas a los procesos de conformado existentes en la industria. En este marco, el hallazgo de la formabilidad extendida en ensayos de estirado biaxial seguido de tracción uniaxial resulta relevante, no sólo a efectos de incrementar la capacidad de conformado sino también por la relativa disminución de la anisotropía en la respuesta límite del material.

El fenómeno microestructural estudiado mediante EBSD en el Capítulo 5 configura el primer reporte detallado del proceso de recristalización dinámica continua (CDRX) en chapas comerciales de la aleación Zn-Cu-Ti. Este fenómeno, como se explicó, emerge como el responsable de la elevada ductilidad del material y su moderadamente alta sensibilidad a la velocidad de deformación a temperatura ambiente. Asimismo, el efecto de corto alcance de la CDRX en términos de la orientación cristalográfica, se reveló como un aspecto importante a tener en cuenta para explicar la estabilidad de la textura del material ante procesos de deformación diversos.

Con respecto al modelado de la plasticidad de la aleación Zn-Cu-Ti, se realizó un detallado repaso del estado del arte actual de la modelización micromecánica aplicada a metales HCP y al zinc en particular. Esto sirvió de base para encarar el modelado del material objeto de estudio mediante el modelo viscoplástico auto-consistente (VPSC) con linealización afín, cuyo desarrollo no se encontraba completamente abarcado en la literatura. Se encontró que el uso de la aproximación afín mejora las predicciones de la anisotropía plástica, pero no así de la evolución de textura del material, sobre todo en sollicitaciones de tracción transversales a la dirección de laminado. En base a la evidencia encontrada en el trabajo experimental, se propuso el empleo de sub-modelos incorporados al marco VPSC capaces de tratar, de manera diversa, con la influencia de la CDRX en la evolución de textura. La propuesta más simple en términos de implementación radicó en emular el efecto de corto alcance de la CDRX imponiendo la continuidad del campo de rotaciones entre grupos aleatorios de orientaciones (modelo VPSC-SRE). Un abordaje más representativo del fenómeno de CDRX a nivel microestructural consistió en el modelo de grano compuesto con ley de fragmentación probabilística (VPSC-CDRX-CG). Dicho modelo, desarrollado originalmente bajo linealización tangente para simular la CDRX del mineral olivino, se probó para la aleación objeto de estudio adoptando la linealización afín.

De la comparación de ambos enfoques, el modelo VPSC-SRE resultó el más adecuado para reproducir las texturas experimentales de la chapa de Zn-Cu-Ti deformada por tracción, a pesar de su falta de descripción local del fenómeno de fragmentación. Además, mejoró la predicción de los coeficientes de anisotropía plástica y pudo ser validado mediante la simulación de ensayos de corte

simple. El modelo VPSC-CDRX-CG, por su parte, no logró capturar la atenuación de la textura en tracción debida a la CDRX, ni tampoco predecir la estabilidad de la componente basal principal durante la sollicitación transversal. Sin embargo, el análisis del efecto de la variación de sus parámetros permitió lograr una mayor comprensión de la causa de la estabilidad de la evolución de textura por plasticidad cristalina. Esto inspiró los lineamientos propuestos en la sección 6.4 para la implementación de una ley de evolución gradual de la misorientación embebida en el modelo VPSC-CDRX-CG. Más allá de no haberse contado con el tiempo suficiente para implementar y validar dicha propuesta, creemos que la imposición del criterio planteado –basado en la evidencia microscópica experimental– podrá dar cuenta de la estabilidad de la textura global, logrando así una capacidad predictiva del modelo superadora y manteniendo su eficiencia numérica.

7.2. Trabajo en curso y perspectivas a futuro

El fenómeno de recristalización dinámica, en nuestro trabajo identificado como de tipo continuo (CDRX), puede presentar diferencias importantes frente a la modificación de las condiciones de deformación, tal como se vio en el ensayo realizado a alta velocidad (sección 5.3.6). Para diversos materiales es ampliamente conocido que la temperatura y la velocidad, como así también la orientación, inciden decisivamente en la evolución microestructural durante la deformación plástica. Por lo tanto, surge a futuro la oportunidad de profundizar en el estudio de la CDRX de la aleación Zn-Cu-Ti bajo condiciones distintas, explorando en la microestructura posibles variantes hacia regímenes discontinuos (DDRX) o asistidos por maclado (TDRX), habituales en otras aleaciones HCP (Jäger et al., 2015; Huang y Logé, 2016). Asimismo, la comparación con otras aleaciones comerciales en forma de chapa con diferente composición química (como el caso de la aleación Zn83, prácticamente Zn puro), resultaría útil para comprender mejor la influencia de elementos aleantes en solución (como el Cu) y/o formando partículas intermetálicas (como el Ti). Actualmente se encuentra en desarrollo un estudio complementario al aquí presentado sobre la influencia de la orientación y la velocidad de deformación en la CDRX de la chapa Zn-Cu-Ti de 0,80 mm (Leonard et al., 2022)⁵⁶.

El hecho de que se haya encontrado que el proceso de CDRX ocurre bajo condiciones de deformación “simples” (ensayos de tracción uniaxial a baja temperatura y velocidad) abre caminos colaterales interesantes. Por un lado, desde la perspectiva de las potenciales aplicaciones biomédicas del Zn, resulta de gran interés tecnológico optimizar las propiedades mecánicas de aleaciones de bajo contenido de soluto mediante tratamientos termomecánicos sencillos y de bajo costo (Mostaed et al., 2018). Esto contrasta favorablemente, por ejemplo, con los procesos de deformación severa o los materiales sinterizados de grano ultrafino (Dirras et al., 2013; Bednarczyk et al., 2018). Así, el afinamiento de grano logrado por CDRX, con los posibles incrementos de resistencia y ductilidad consiguientes, emerge como una vía atractiva para explorar (Liu et al., 2021). Por otro lado, la posibilidad de analizar combinadamente los mecanismos de plasticidad por deslizamiento, maclado y

⁵⁶ Resumen enviado al XX Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales, SAM 2022, Mar del Plata, Argentina.

CDRX a temperatura ambiente, con la correspondiente evolución de textura cristalográfica y morfológica, posiciona al Zn como un material ideal para facilitar el estudio de dichos aspectos microestructurales en relación a otros metales hexagonales de gran interés tecnológico. En efecto, como se mencionó a lo largo de la tesis, la formabilidad de aleaciones de Mg puede mejorarse sensiblemente mediante optimización de textura, proceso que suele verificarse cuando actúa la CDRX en ciertas condiciones. Dichas condiciones abarcan un rango de temperaturas usualmente reportado como bajas e intermedias, pero para el Mg éste es siempre superior a los ~ 150 °C, lo cual dificulta el estudio microestructural tanto de manera *in situ* como *ex situ*.

Desde la perspectiva de la respuesta mecánica anisótropa y la conformabilidad, existe todavía un vasto campo por explorar en las aleaciones de base Zn. En efecto, la marcada textura de las chapas laminadas y su gran heterogeneidad microestructural pueden inducir respuestas mecánicas variables ante trayectorias de deformación no monótonas o cambios en el camino de deformación. En este sentido, el trabajo de tesis en curso del Ing. Emanuel Nicoletti profundiza en el estudio de la formabilidad de chapas de Zn sometidas a cambios de camino, tanto con predeformaciones monótonas (por ejemplo, tracción uniaxial seguida de deformación plana y estirado biaxial) como no monótonas (extrusión de chapas en canal angular de sección constante) (Nicoletti et al., 2022)⁵⁷. Asimismo, en dicho trabajo de tesis se encuentran en desarrollo ensayos de deformación de corte y de tracción-compresión (Roatta et al., 2020; Alister et al., 2021).

El empleo de la técnica DIC para disponer del campo completo de deformaciones y su evolución temporal será de gran utilidad para profundizar en el estudio de la heterogeneidad de la deformación macroscópica (estricción difusa, desarrollo de bandas múltiples de estricción local). Parte de un estudio de esta índole fue comenzado por Schlosser (2018), en conjunción con un análisis de la microestructura en las regiones de localización mediante EBSD. Además, la disponibilidad de la evolución de la deformación mediante DIC augura una consolidación de los métodos temporales para determinar deformaciones límite, como así también de establecer criterios para definir una banda límite de conformado en los FLD (Leonard et al., 2016; Bertinetti et al., 2021). Actualmente, en el IFIR, se encuentra en fase de instalación un sistema DIC tridimensional, el cual permitirá aplicar la técnica a ensayos con estados de deformación no planos.

Finalmente, como puede inferirse de las conclusiones planteadas respecto del modelado, las limitaciones pendientes para predecir la evolución de textura de nuestro material suponen una oportunidad para implementar modelos de CDRX en el marco VPSC, lo cual es un campo aún no del todo desarrollado. A la vez, la evidencia experimental del comportamiento de las aleaciones de Zn y su evolución microestructural sirven de base para validar dichos modelos. Es de esperar que en los próximos años se consolide el desarrollo de modelos acoplados más sofisticados, como aquéllos que contemplan las fluctuaciones de tensiones intragranulares y el correspondiente efecto en las misorientaciones locales (VPSC-SO con CDRX, por ejemplo: Zecevic et al., 2020); o bien el acople multiescala con modelos de campo completo (Ueda et al., 2016; Roters et al., 2019). No obstante, la

⁵⁷ *Ibidem*.

incorporación de leyes de evolución empíricas simples, como la propuesta al final del presente trabajo, resultan de interés a efectos de aprovechar la gran eficiencia computacional del modelo VPSC con linealización de primer orden.

Referencias

- Abedini, A., Butcher, C., y Worswick, M. J. (2018). Experimental fracture characterisation of an anisotropic magnesium alloy sheet in proportional and non-proportional loading conditions. *International Journal of Solids and Structures*, 144-145, 1-19. doi:10.1016/j.ijsolstr.2018.04.010
- Abril, Eduardo R. (1974). *Metalurgia: procesos y transformaciones estructurales*. Buenos Aires: Ediciones Marymar.
- Agnew, S.R., Yoo, M. H., y Tomé, C. N. (2001). Application of texture simulation to understanding mechanical behavior of Mg and solid solution alloys containing Li or Y. *Acta Materialia*, 49(20), 4277-4289. doi:10.1016/S1359-6454(01)00297-X
- Agnew, Sean R., y Duygulu, Özgür. (2005). Plastic anisotropy and the role of non-basal slip in magnesium alloy AZ31B. *International Journal of Plasticity*, 21(6), 1161-1193. doi:10.1016/j.ijplas.2004.05.018
- Al-Samman, T., y Gottstein, G. (2008). Dynamic recrystallization during high temperature deformation of magnesium. *Materials Science and Engineering A*, 490(1-2), 411-420. doi:10.1016/j.msea.2008.02.004
- Alister, Francisco, Celentano, Diego, Nicoletti, Emanuel, Signorelli, Javier, Bouchard, Pierre-Olivier, Pino, Daniel, ... Cruchaga, Marcela. (2021). Elastoplastic Characterization of Zn-Cu-Ti Alloy Sheets: Experiments, Modeling, and Simulation. *Journal of Materials Engineering and Performance*. doi:10.1007/s11665-021-06226-w
- Alister, Francisco, Celentano, Diego, Signorelli, Javier, Bouchard, Pierre-olivier, Pino, Daniel, y Cruchaga, Marcela. (2019). Characterization of the Elastoplastic Response of Low Zn-Cu-Ti Alloy Sheets Using the CPB-06 Criterion. *Materials*, 12(3072), 1-14. doi:10.3390/ma12193072
- Allain-Bonasso, Nathalie, Wagner, Francis, Berbenni, Stéphane, y Field, David P. (2012). A study of the heterogeneity of plastic deformation in IF steel by EBSD. *Materials Science and Engineering A*, 548, 56-63. doi:10.1016/j.msea.2012.03.068
- Ashby, Michael, Shercliff, Hugh, y Cebon, David. (2010). *Materials: engineering, science, processing and design. Materials Today* (Vol. 13). doi:10.1016/s1369-7021(10)70042-0
- ASM. (1992). *ASM Handbook, Vol. 3: Alloy Phase Diagrams* (Vol. 3). Materials Park, OH: ASM International.
- ASM. (1993). *ASM Handbook, Vol. 6: Welding, Brazing and Soldering* (Vol. 6). Materials Park, OH: ASM International.
- ASTM. (2004). E8/E8M: Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. *ASTM Book of Standards*. doi:10.1520/E0008
- Avrami, Melvin. (1939). Kinetics of Phase Change. I General Theory. *The Journal of Chemical Physics*, 7(12), 1103-1112. doi:10.1063/1.1750380
- Bachmann, F., Hielscher, Ralf, y Schaeben, Helmut. (2010). Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox. *Solid State Phenomena*, 160, 63-68. doi:10.4028/www.scientific.net/SSP.160.63
- Bachmann, Florian, Hielscher, Ralf, y Schaeben, Helmut. (2011). Grain detection from 2d and 3d EBSD data-Specification of the MTEX algorithm. *Ultramicroscopy*, 111(12), 1720-1733. doi:10.1016/j.ultramic.2011.08.002
- Backofen, Walter A. (1972). *Deformation Processing*. Addison-Wesley Publishing Company.
- Badr, O. M., Rolfe, B., Hodgson, P., y Weiss, M. (2015). Forming of high strength titanium sheet at room temperature. *Materials and Design*, 66(PB), 618-626. doi:10.1016/j.matdes.2014.03.008
- Baltus, Roger. (2017). History Review of La Vieille Montagne Zinc. *VMZinc webpage*. Recuperado el 15

de septiembre de 2020 de: <https://www.v zinc.com/history65/saga-veille-montagne.html>

- Banabic, Dorel. (2010). *Sheet Metal Forming Processes: Constitutive Modelling and Numerical Simulation*. Berlin, Heidelberg: Springer. doi:10.1007/978-3-540-88113-1
- Barnhurst, R. (1993). Zinc and Zinc Alloys. En *ASM Handbook, Vol. 2: Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*. Materials Park, OH: ASM International.
- Barrett, Christopher D., Imandoust, Aidin, Oppedal, Andrew L., Inal, Kaan, Tschopp, Mark A., y El Kadiri, Haitham. (2017). Effect of grain boundaries on texture formation during dynamic recrystallization of magnesium alloys. *Acta Materialia*, 128, 270-283. doi:10.1016/j.actamat.2017.01.063
- Barsoum, M. W., y Basu, S. (2010). Kinking Nonlinear Elastic Solids. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, 4(Mugge 1898), 1-23. doi:10.1016/b978-008043152-9.02245-4
- Basu, Saurabh, Wang, Zhiyu, y Saldana, Christopher. (2016). Deformation heterogeneity and texture in surface severe plastic deformation of copper. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 472(2187), 20150486. doi:10.1098/rspa.2015.0486
- Beausir, Benoît, Tóth, L. S., y Neale, Kenneth W. (2007). Ideal orientations and persistence characteristics of hexagonal close packed crystals in simple shear. *Acta Materialia*, 55(8), 2695-2705. doi:10.1016/j.actamat.2006.12.021
- Bednarczyk, Wiktor, Kawalko, Jakub, Wątroba, Maria, y Bała, Piotr. (2018). Achieving room temperature superplasticity in the Zn-0.5Cu alloy processed via equal channel angular pressing. *Materials Science and Engineering: A*, 723(February), 126-133. doi:10.1016/j.msea.2018.03.052
- Beer, Aiden G., y Barnett, M. R. (2007). Microstructural development during hot working of Mg-3Al-1Zn. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 38(8), 1856-1867. doi:10.1007/s11661-007-9207-5
- Bell, R. L., y Cahn, R. W. (1957). The dynamics of twinning and the interrelation of slip and twinning in zinc crystals. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 239(1219), 494-521. doi:10.1098/rspa.1957.0058
- Benmhenni, N., Bouvier, S., Brenner, R., Chauveau, T., y Bacroix, B. (2013). Micromechanical modelling of monotonic loading of CP α -Ti: Correlation between macroscopic and microscopic behaviour. *Materials Science and Engineering A*, 573, 222-233. doi:10.1016/j.msea.2013.02.022
- Bertinetti, M. A., Roatta, Analía, Nicoletti, Emanuel, Leonard, Martín E., Stout, Michael, y Signorelli, Javier W. (2021). How Strain-Rate Sensitivity Creates Two Forming-Limit Diagrams: Bragard-Type Versus Instability-Strain, Correlation-Coefficient-Based Temporal Curves. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 30(6), 4183-4193. doi:10.1007/s11665-021-05745-w
- Beyerlein, Irene J., y Tomé, Carlos N. (2007). Modeling transients in the mechanical response of copper due to strain path changes. *International Journal of Plasticity*, 23(4), 640-664. doi:10.1016/j.ijplas.2006.08.001
- Bishop, J. F. W., y Hill, R. (1951). A theory of the plastic distortion of a polycrystalline aggregate under combined stresses. *Philosophical Magazine*, 42(327), 414-427. doi:10.1080/14786445108561065
- Blaber, J., Adair, B., y Antoniou, A. (2015). Ncorr: Open-Source 2D Digital Image Correlation Matlab Software. *Experimental Mechanics*, 55(6), 1105-1122. doi:10.1007/s11340-015-0009-1
- Boczkal, G., y Mikulowski, B. (2004). Precipitation hardening of Zn0.1 at.%Ti single crystals deformed on the (0001) $\langle 11-20 \rangle$ system. *Journal of Alloys and Compounds*, 378(1-2), 135-139. doi:10.1016/j.jallcom.2003.12.054
- Bolmaro, R. E., Fourty, A., Roatta, A., Bertinetti, M. A., Turner, P. A., y Signorelli, J. W. (2000). A new approach to crystal spin calculation during deformation texture development. *Scripta Materialia*, 43(6), 553-559. doi:10.1016/S1359-6462(00)00432-2
- Bolmaro, R. E., Fourty, A., Signorelli, J. W., y Brokmeier, H. G. (2006). Development of wire drawing textures in Cu-Fe: the influence of macroscopic and microscopic heterogeneities. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 14(1), 1-19. doi:10.1088/0965-0393/14/1/001

- Borodachenkova, M., Gracio, J. J., Picu, R., y Barlat, F. (2013). A microstructure-based model for describing softening process during compression of Al-30%wt Zn alloy. *International Review of Mechanical Engineering*, 7(6), 1115-1120. doi:10.1260/1750-9548.7.1.77
- Borodachenkova, M., Wen, W., Barlat, F., Pereira, A., y Grácio, J. (2015). Modeling of the mechanical behavior and texture evolution in Zn alloys during reverse shear loading. *Journal of Materials Processing Technology*, 224, 143-148. doi:10.1016/j.jmatprotec.2015.04.021
- Bouvier, S., Haddadi, H., Levée, P., y Teodosiu, C. (2006). Simple shear tests: Experimental techniques and characterization of the plastic anisotropy of rolled sheets at large strains. *Journal of Materials Processing Technology*, 172(1), 96-103. doi:10.1016/j.jmatprotec.2005.09.003
- Bragard, A., Baret, J. C., y Bonnarens, H. (1972). A simplified technique to determine the FLD at the onset of necking. *Rapport Centre de Recherche de la Metallurgie*, 33(December), 53-63.
- Bramley, A. N., y Mellor, P. B. (1968). Plastic Anisotropy of Titanium and Zinc Sheet-I. Macroscopic Approach. *International Journal of Mechanical Sciences*, 10, 211-219.
- Brewer, L., Field, David P., y Merriman, C. (2009). Mapping and Assessing Plastic Deformation Using EBSD. En Adam J. Schwartz, Mukul Kumar, Brent L. Adams, & David P. Field (Eds.), *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science* (pp. 251-262). Boston, MA: Springer US. doi:10.1007/978-0-387-88136-2
- Britton, T. B., Dunne, F. P. E., y Wilkinson, A. J. (2015). On the mechanistic basis of deformation at the microscale in hexagonal close-packed metals. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 471(2178), 20140881. doi:10.1098/rspa.2014.0881
- Bunge, H. J. (2015). *Texture Analysis in Materials Science: Mathematical Methods* (Digital.). Helga and Hans-Peter Bunge.
- Buzolin, R. H., Krumphals, F., Lasnik, M., Krumphals, A., y Poletti, M. C. (2019). A continuous dynamic recrystallization model to describe the hot deformation behaviour of a Ti5553 alloy. *Journal of Physics: Conference Series*, 1270, 012048. doi:10.1088/1742-6596/1270/1/012048
- Callister, William D. (2007). *Materials Science and Engineering. An Introduction* (7.^a ed.). New York: John Wiley & Sons, Inc.
- Carino, Ricolindo L., y Horstemeyer, Mark F. (2016). Case Studies in Using MATLAB to Build Model Calibration Tools for Multiscale Modeling. En Jan Valdman (Ed.), *Applications from Engineering with MATLAB Concepts* (pp. 139-156). InTech. doi:10.5772/62348
- Castelnau, O., Blackman, D. K., Lebensohn, R. A., y Castañeda, P. Ponte. (2008). Micromechanical modeling of the viscoplastic behavior of olivine. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 113(9), 1-18. doi:10.1029/2007JB005444
- Cauvin, L., Raghavan, B., Bouvier, S., Wang, X., y Meraghni, F. (2018). Multi-scale investigation of highly anisotropic Zinc alloys using crystal plasticity and inverse analysis. *Materials Science and Engineering: A*, 729(February). doi:https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.05.038
- Cazacu, Oana, Plunkett, Brian, y Barlat, Frédéric. (2006). Orthotropic yield criterion for hexagonal closed packed metals. *International Journal of Plasticity*, 22(7), 1171-1194. doi:10.1016/j.ijplas.2005.06.001
- Chandola, Nitin, Mishra, Raja K., y Cazacu, Oana. (2015). Application of the VPSC Model to the Description of the Stress-Strain Response and Texture Evolution in AZ31 Mg for Various Strain Paths. *Journal of Engineering Materials and Technology*, 137(4), 041007. doi:10.1115/1.4030999
- Chapuis, Adrien, y Liu, Qing. (2018). Effect of strain rate sensitivity in visco-plastic modeling. *International Journal of Solids and Structures*, 152-153, 217-227. doi:10.1016/j.ijsolstr.2018.06.029
- Chastel, Yvan B., Dawson, Paul R., Wenk, H. R., y Bennett, Kristin. (1993). Anisotropic convection with implications for the upper mantle. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 98(B10), 17757-17771. doi:10.1029/93JB01161
- Chen, L., Chen, J., Lebensohn, R. A., Ji, Y. Z., Heo, T. W., Bhattacharyya, S., ... Chen, L. Q. (2015). An integrated fast Fourier transform-based phase-field and crystal plasticity approach to model recrystallization of three dimensional polycrystals. *Computer Methods in Applied Mechanics and*

- Chen, S. F., Li, D. Y., Zhang, S. H., Han, H. N., Lee, H. W., y Lee, M. G. (2020). Modelling continuous dynamic recrystallization of aluminum alloys based on the polycrystal plasticity approach. *International Journal of Plasticity*, (September 2019). doi:10.1016/j.ijplas.2020.102710
- Chen, Xue-an, Jeitschko, Wolfgang, Danebrock, Martin E., Evers, Christoph B. H., y Wagner, Klaus. (1995). Preparation, Properties, and Crystal Structures of Ti₃Zn₂₂ and TiZn₁₆. *Journal of Solid State Chemistry*, 118(2), 219-226. doi:10.1006/jssc.1995.1337
- Chollet, P. (1968). Recent progress in the metallurgy of wrought-zinc alloys. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 7(3), 177-185. doi:10.1179/cm.1968.7.3.177
- Chun, Y. B., y Davies, C. H. J. (2011). Twinning-induced negative strain rate sensitivity in wrought Mg alloy AZ31. *Materials Science and Engineering A*, 528(18), 5713-5722. doi:10.1016/j.msea.2011.04.059
- Davis, J. R. (2001). Zinc and Zinc Alloys. En *Alloying: Understanding the Basics* (pp. 520-527). doi:10.1361/autb2001p520
- Deighton, M., y Parkins, R. (1969). The Work Softening of Zinc and other Hexagonal Metals, and Creep of Zinc. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 245, 1917-1927.
- del Valle, J. A., y Ruano, O. A. (2008). Influence of texture on dynamic recrystallization and deformation mechanisms in rolled or ECAPed AZ31 magnesium alloy. *Materials Science and Engineering: A*, 487(1-2), 473-480. doi:10.1016/j.msea.2007.11.024
- Delannay, L., Logé, Roland E., Signorelli, Javier W., y Chastel, Y. (2004). Prediction of the planar anisotropy of springback after bending of a textured zinc sheet. En *NUMIFORM* (Vol. 712, pp. 1058-1063). doi:10.1063/1.1766668
- Delannay, L., Melchior, M., Kanjarla, A., Van Houtte, P., y Signorelli, Javier W. (2008). CPFEM Investigation of the Effect of Grain Shape on the Planar Anisotropy and the Shear Banding of Textured Metal Sheets. En A. D. Rollett (Ed.), *Applications of Texture Analysis* (Vol. 201, pp. 745-756). Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc. doi:10.1002/9780470444214
- Dhara, S., Basak, S., Panda, S. K., Hazra, S., Shollock, B., y Dashwood, R. (2016). Formability analysis of pre-strained AA5754-O sheet metal using Yld96 plasticity theory: Role of amount and direction of uni-axial pre-strain. *Journal of Manufacturing Processes*, 24, 270-282. doi:10.1016/j.jmapro.2016.09.014
- Dieter, George E. (1962). *Metalurgia Mecanica*. Aguilar.
- Dieter, George E., Kuhn, Howard A., y Semiatin, S. Lee. (2003). *Handbook of Workability and Process Design*. (George E. Dieter, Howard A. Kuhn, & S. Lee Semiatin, Eds.) *Metalworking: Bulk Forming*. Materials Park, OH: ASM International. doi:10.31399/asm.hb.v14a.a0009003
- Dirras, G., Gubicza, J., Couque, H., Ouarem, A., y Jenei, P. (2013). Mechanical behaviour and underlying deformation mechanisms in coarse- and ultrafine-grained Zn over a wide range of strain rates. *Materials Science and Engineering A*, 564, 273-283. doi:10.1016/j.msea.2012.12.010
- Emmens, Wilko C. (2011). *Formability: A Review of Parameters and Processes that Control, Limit or Enhance the Formability of Sheet Metal*. Berlin, Heidelberg: Springer. doi:10.1007/978-3-642-21904-7
- Engler, O., y Randle, V. (2010). *Introduction to Texture Analysis* (2nd. Ed.). Boca Raton, FL.: CRC Press.
- Engler, O., Schäfer, C., y Brinkman, H. J. (2012). Crystal-plasticity simulation of the correlation of microtexture and roping in AA 6xxx Al-Mg-Si sheet alloys for automotive applications. *Acta Materialia*, 60(13-14), 5217-5232. doi:10.1016/j.actamat.2012.06.039
- Eshelby, John D. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 241(1226), 376-396. doi:10.1098/rspa.1957.0133
- Estrin, Y., Tóth, L. S., Molinari, A., y Bréchet, Y. (1998). A dislocation-based model for all hardening stages in large strain deformation. *Acta Materialia*, 46(15), 5509-5522. doi:[https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(98\)00196-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00196-7)

- Fan, Haidong, y El-Awady, Jaafar A. (2015). Molecular Dynamics Simulations of Orientation Effects During Tension, Compression, and Bending Deformations of Magnesium Nanocrystals. *Journal of Applied Mechanics*, 82(10). doi:10.1115/1.4030930
- Farge, J. C. T., y Williams, W. M. (1966). The recrystallization behaviour of zinc alloys containing magnesium, cadmium, copper, silver, lead and iron. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 5(4), 265-272. doi:10.1179/cm.1966.5.4.265
- Faur, M., y Cosmeleață, G. (2006). Effects of hot and cold rolling on the microstructure of low alloy Zn-Cu and Zn-Cu-Ti zinc alloy with improved corrosion resistance. *UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science*, 68(1), 67-74.
- Flipon, B., Grand, V., Murgas, B., Gaillac, A., Nicolaj, A., Bozzolo, N., y Bernacki, M. (2021). Grain size characterization in metallic alloys using different microscopy and post-processing techniques. *Materials Characterization*, 174(November 2020), 110977. doi:10.1016/j.matchar.2021.110977
- Frost, H. J., y Ashby, M. F. (1982). *Deformation-mechanism Maps: The Plasticity and Creep of Metals and Ceramics*. Elsevier Science Limited.
- Fundenberger, J. J., Philippe, M. J., Wagner, F., y Esling, C. (1997). Modelling and prediction of mechanical properties for materials with hexagonal symmetry (Zn, Ti and Zr alloys). *Acta Materialia*, 45(10), 4041-4055. doi:10.1016/S1359-6454(97)00099-2
- Galiyev, A., y Kaibyshev, R. (2001). Microstructural Evolution in ZK60 Magnesium Alloy during Severe Plastic Deformation. *Materials Transactions*, 42(7), 1190-1199. doi:10.2320/matertrans.42.1190
- Ghosh, A. K. (1977). The Influence of Strain Hardening and Strain-Rate Sensitivity on Sheet Metal Forming. *Journal of engineering materials and technology*, 99(3), 264-274.
- Gilman, J. J. (1956). Plastic anisotropy of zinc monocrystals. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 206, 1326-1336.
- Gourdet, S., y Montheillet, F. (2003). A model of continuous dynamic recrystallization. *Acta Materialia*, 51(9), 2685-2699. doi:10.1016/S1359-6454(03)00078-8
- Graf, A., y Hosford, W. (1993). Effect of Changing Strain Paths on Forming Limit Diagrams of Al 2008-T4. *Metallurgical Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 24(11), 2503-2512. doi:10.1007/BF02646529
- Graf, A., y Hosford, W. (1994). The influence of strain-path changes on forming limit diagrams of Al 6111-T4. *International Journal of Mechanical Sciences*, 36(10), 897-910. doi:10.1016/S0924-0136(02)00311-4
- Griffiths, D. (2015). Explaining texture weakening and improved formability in magnesium rare earth alloys. *Materials Science and Technology*, 31(1), 10-24. doi:10.1179/1743284714Y.0000000632
- Hagihara, Koji, Mayama, Tsuyoshi, Honnami, Masahito, Yamasaki, Michiaki, Izuno, Hitoshi, Okamoto, Takuya, ... Kawamura, Yoshihito. (2016). Orientation dependence of the deformation kink band formation behavior in Zn single crystal. *International Journal of Plasticity*, 77, 174-191. doi:10.1016/j.ijplas.2015.10.005
- Hart, E. (1967). Theory of Tensile Test. *Acta Metallurgica*.
- Hershey, A. V. (1954). The Elasticity of an Isotropic Aggregate of Anisotropic Cubic Crystals. *Journal of Applied Mechanics*, 21(3), 236-240. doi:10.1115/1.4010899
- Hess, J. B., y Barrett, C. S. (1949). Structure and nature of kink bands in zinc. *Jom*, 1(9), 599-606. doi:10.1007/bf03398902
- Hielscher, Ralf, y Schaeben, H. (2008). A novel pole figure inversion method: Specification of the MTEX algorithm. *Journal of Applied Crystallography*, 41(6), 1024-1037. doi:10.1107/S0021889808030112
- Hildenbrand, A., Tóth, L. S., Molinari, A., Baczynski, J., y Jonas, J. J. (1999). Self-consistent polycrystal modelling of dynamic recrystallization during the shear deformation of a Ti steel. *Acta Materialia*, 47(2), 447-460. doi:10.1016/S1359-6454(98)00384-X
- Hill, R. (1948). A theory of the yielding and plastic flow of anisotropic metals. *Proceedings of the Royal*

- Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 193(1033), 281-297.
doi:10.1098/rspa.1948.0045
- Hill, R. (1990). Constitutive modelling of orthotropic plasticity in sheet metals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 38(3), 405-417. doi:10.1016/0022-5096(90)90006-P
- Hirsch, J., y Al-Samman, T. (2013). Superior light metals by texture engineering: Optimized aluminum and magnesium alloys for automotive applications. *Acta Materialia*, 61(3), 818-843.
doi:10.1016/j.actamat.2012.10.044
- Honneff, Heinz, y Mecking, Heinrlch. (1981). Analysis of the deformation texture at different rolling conditions. En *Proc. ICOTOM* (Vol. 6, pp. 347-355).
- Hosford, W. (2010). *Mechanical Behavior of Materials* (2nd ed.). Cambridge, UK: Cambridge University Press.
- Hosford, W., y Caddell, R. (2011). *Metal Forming: Mechanics and Metallurgy*. Cambridge University Press.
- Huang, K., y Logé, Roland E. (2016). A review on dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. *Materials and Design*, 111(October), 548-574. doi:10.1016/j.matdes.2016.09.012
- Hughes, G. M., Smith, G. E., Flewitt, P. E. J., y Crocker, A. G. (2007). The brittle fracture of polycrystalline zinc. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 463(2085), 2129-2151. doi:10.1098/rspa.2007.1866
- Humphreys, F., y Hatherly, M. (2004). *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (2nd. Ed.). Oxford: Elsevier Ltd.
- Humphreys, F. J. (1997). A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures—I. The basic model. *Acta Materialia*, 45(10), 4231-4240. doi:10.1016/S1359-6454(97)00070-0
- Humphreys, F. J., Rohrer, G. S., y Rollett, A. D. (2017). Computer Modeling and Simulation of Annealing. En F. J. Humphreys, G. S. Rohrer, & A. D. Rollett (Eds.), *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (3.^a ed., pp. 569-604). Oxford: Elsevier. doi:https://doi.org/10.1016/B978-0-08-098235-9.00016-1
- Hutchinson, B. (2015). Critical Assessment 16: Anisotropy in metals. *Materials Science and Technology*, 0836. doi:10.1179/1743284715Y.0000000118
- Hutchinson, W. B., Arthey, R., y Malmström, P. (1976). On anomalously low work-hardening in pre-strained metals. *Scripta Metallurgica*, 10(8), 673-675. doi:10.1016/0036-9748(76)90340-9
- Ion, S. E., Humphreys, F. J., y White, S. H. (1982). Dynamic recrystallisation and the development of microstructure during the high temperature deformation of magnesium. *Acta Metallurgica*, 30(10), 1909-1919. doi:10.1016/0001-6160(82)90031-1
- ISO. (2016). Standard 6892-1: Metallic materials - Tensile testing - Part 1: Method of test at room temperature. *International Organization for Standardization*. doi:10.3403/30268532
- Jäger, A., Gärtnerová, V., y Mukai, T. (2014). Micromechanisms of grain refinement during extrusion of Mg-0.3 at.% Al at low homologous temperature. *Materials Characterization*, 93, 102-109.
doi:10.1016/j.matchar.2014.03.023
- Jansen, Yann, Logé, Roland E., Milesi, Marc, y Massoni, Elisabeth. (2013). An anisotropic stress based criterion to predict the formability and the fracture mechanism of textured zinc sheets. *Journal of Materials Processing Technology*, 213(6), 851-855. doi:10.1016/j.jmatprotec.2012.12.006
- Juan Hu, Li, Peng, Ying Hong, Yong Li, Da, y Rui Zhang, Shao. (2010). Influence of dynamic recrystallization on tensile properties of AZ31B magnesium alloy sheet. *Materials and Manufacturing Processes*, 25(8), 880-887. doi:10.1080/10426910903496805
- Kaibyshev, O. A., Valiev, R. Z., y Astanin, V. V. (1976). On the nature of superplastic deformation. *Physica Status Solidi (a)*, 35(1), 403-413. doi:10.1002/psa.2210350144
- Kaibyshev, R. (2012). *Dynamic recrystallization in magnesium alloys. Advances in Wrought Magnesium Alloys*. Woodhead Publishing Limited. doi:10.1533/9780857093844.1.186

- Kaminski, y Ribe, N. M. (2001). A kinematic model for recrystallization and texture development in olivine polycrystals. *Earth and Planetary Science Letters*, 189(3-4), 253-267. doi:10.1016/S0012-821X(01)00356-9
- Kitayama, K., Tomé, Carlos N., Rauch, E. F., Gracio, J. J., y Barlat, F. (2013). A crystallographic dislocation model for describing hardening of polycrystals during strain path changes. Application to low carbon steels. *International Journal of Plasticity*, 46, 54-69. doi:10.1016/j.ijplas.2012.09.004
- Kocks, U. F., Tomé, Carlos N., Wenk, H. R., y Mecking, H. (1998). *Texture and Anisotropy: Preferred Orientations in Polycrystals and their Effect on Materials Properties*. Cambridge University Press.
- Kröner, E. (1961). Zur plastischen verformung des vielkristalls. *Acta Metallurgica*, 9(2), 155-161. doi:10.1016/0001-6160(61)90060-8
- Laasraoui, A., y Jonas, John J. (1991). Prediction of steel flow stresses at high temperatures and strain rates. *Metallurgical Transactions A*, 22(7), 1545-1558. doi:10.1007/BF02667368
- Langdon, Terence G. (2009). Seventy-five years of superplasticity: Historic developments and new opportunities. *Journal of Materials Science*, 44(22), 5998-6010. doi:10.1007/s10853-009-3780-5
- Langdon, Terence G. (2013). Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement. *Acta Materialia*, 61(19), 7035-7059. doi:10.1016/j.actamat.2013.08.018
- Lankford, W. T., Snyder, S. C., y Bausher, J. A. (1950). New criteria for predicting the press performance of deep drawing sheets. *Transactions of the American Society of Metals*, 42, 1197-1205.
- Laukonis, J., y Ghosh, A. K. (1978). Effects of Strain Path Changes on the Formability of Sheet Metals. *Metallurgical Transactions A*, 9A, 1849-1856.
- Lebensohn, R. A., Castañeda, P. Ponte, Brenner, R., y Castelnau, O. (2011). Full-Field vs. Homogenization Methods to Predict Microstructure-Property Relations for Polycrystalline Materials. En *Computational Methods for Microstructure-Property Relationships* (pp. 393-441). Boston, MA: Springer US. doi:10.1007/978-1-4419-0643-4_11
- Lebensohn, R. A., y Tomé, C. N. (1993). A self-consistent anisotropic approach for the simulation of plastic deformation and texture development of polycrystals: Application to zirconium alloys. *Acta Metallurgica Et Materialia*, 41(9), 2611-2624. doi:10.1016/0956-7151(93)90130-K
- Lebensohn, R., Uhlenhut, H., Hartig, C., y Mecking, H. (1998). Plastic flow of γ -TiAl-Based polysynthetically twinned crystals: Micromechanical modeling and experimental validation. *Acta Materialia*, 46(13), 4701-4709. doi:10.1016/S1359-6454(98)00132-3
- Lebensohn, R.A., y Canova, G. R. (1997). A self-consistent approach for modelling texture development of two-phase polycrystals: Application to titanium alloys. *Acta Materialia*, 45(9), 3687-3694. doi:10.1016/S1359-6454(97)00067-0
- Lebensohn, R.A., Turner, P. A., y Canova, G. R. (1997). Recent advances in modelling polycrystals with complex microstructures. *Computational Materials Science*, 9(1-2), 229-236. doi:10.1016/S0927-0256(97)00078-5
- Lebensohn, Ricardo A., Kanjarla, A., y Eisenlohr, P. (2012). An elasto-viscoplastic formulation based on fast Fourier transforms for the prediction of micromechanical fields in polycrystalline materials. *International Journal of Plasticity*, 32-33, 59-69. doi:https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2011.12.005
- Ledbetter, H. M. (1977). Elastic properties of zinc: A compilation and a review. *Journal of Physical and Chemical Reference Data*, 6(4), 1181-1203. doi:10.1063/1.555564
- Lee, J. D., y Niessen, P. (1973). Superplasticity in a New Dispersion Strengthened Zinc Alloy. *Metallurgical Transactions*, 4(April), 949-957.
- Leonard, Martín E., Signorelli, Javier W., Stout, Michael, y Roatta, Analía. (2018). Métodos temporales para determinar deformaciones límite en chapas metálicas / Time-dependent methods for limit strains determination of sheet metal. *Matéria*, 22(2). doi:10.1590/s1517-707620180002.0332
- Leotoing, Lionel, y Guines, Dominique. (2015). Investigations of the effect of strain path changes on forming limit curves using an in-plane biaxial tensile test. *International Journal of Mechanical Sciences*, 99, 21-28. doi:10.1016/j.ijmecsci.2015.05.007

- Liu, Shiyang, Kent, Damon, Zhan, Hongyi, Doan, Nghiem, Dargusch, Matthew, y Wang, Gui. (2020). Dynamic recrystallization of pure zinc during high strain-rate compression at ambient temperature. *Materials Science and Engineering A*, 784(March), 139325. doi:10.1016/j.msea.2020.139325
- Liu, Shiyang, Kent, Damon, Zhan, Hongyi, Doan, Nghiem, Wang, Chang, Yu, Sen, ... Wang, Gui. (2021). Influence of strain rate and crystallographic orientation on dynamic recrystallization of pure Zn during room-temperature compression. *Journal of Materials Science and Technology*, 86, 237-250. doi:10.1016/j.jmst.2020.12.077
- Liu, Yi, y Ponte Castañeda, Pedro. (2004). Second-order theory for the effective behavior and field fluctuations in viscoplastic polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 52(2), 467-495. doi:10.1016/S0022-5096(03)00078-4
- Loge, R., Bernacki, M., Resk, H., Delannay, L., Digonnet, H., Chastel, Y., y Coupez, T. (2008). Linking plastic deformation to recrystallization in metals using digital microstructures. *Philosophical Magazine*, 88(30-32), 3691-3712. doi:10.1080/14786430802502575
- Lopez-Sanchez, M. .., Tommasi, Andréa, Ben Ismail, W., y F, Barou. (2021). *Dynamic recrystallization by subgrain rotation in olivine revealed by high-spatial resolution electron backscatter diffraction. Tectonophysics* (Vol. submitted).
- Ma, Bo Lin, Wu, Xiang Dong, Li, Xin Jun, Wan, Min, y Cai, Zheng Yang. (2016). Investigation on the hot formability of TA15 titanium alloy sheet. *Materials and Design*, 94, 9-16. doi:10.1016/j.matdes.2016.01.010
- Malin, A. S., Hatherly, M., y Piegerova, V. (1982). Microstructure and Texture of Rolled C.P.H. Metals. En R. C. Gifkins (Ed.), *6th International Conference of Strength of Metals and Alloys (ICSMA 6)* (Vol. 1, pp. 523-528). Melbourne, Australia.
- Marciniak, Z., Duncan, J., y Hu, S. (2002). *Mechanics of Sheet Metal Form* (2nd ed.). Woburn, MA: Butterworth-Heinemann.
- Marciniak, Z., y Kuczyński, K. (1967). Limit strains in the processes of stretch-forming sheet metal. *International Journal of Mechanical Sciences*, 9(9), 609-620. doi:10.1016/0020-7403(67)90066-5
- Martin, Étienne, y Jonas, John J. (2010). Evolution of microstructure and microtexture during the hot deformation of Mg-3% Al. *Acta Materialia*, 58(12), 4253-4266. doi:10.1016/j.actamat.2010.04.017
- Martin, Etienne, Mishra, Raj K., y Jonas, John J. (2011). Deformation Structures and Recrystallization in Magnesium Alloys. En F. Czerwinski (Ed.), *Magnesium Alloys - Design, Processing and Properties* (pp. 21-42). InTech. doi:10.5772/13023
- Masson, R., Bornert, M., Suquet, P., y Zaoui, A. (2000). An affine formulation for the prediction of the effective properties of nonlinear composites and polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48(6-7), 1203-1227. doi:10.1016/S0022-5096(99)00071-X
- Milesi, Marc. (2018). *La formabilité du zinc et de ses alliages*.
- Milesi, Marc, Logé, Roland E., y Jansen, Yann. (2014). Anisotropic mechanical behavior and formability criterion for zinc sheets. *Journal of Materials Processing Technology*, 214(12), 2869-2876. doi:10.1016/j.jmatprotec.2014.06.023
- Milesi, Marc, Logé, Roland E., Pino Muñoz, Daniel, Jansen, Yann, y Bouchard, P. O. (2017). Accounting for material parameters scattering in rolled zinc formability. *Journal of Materials Processing Technology*, 245, 134-148. doi:10.1016/j.jmatprotec.2017.02.021
- Miura, H., Ito, M., Yang, X., y Jonas, John J. (2012). Mechanisms of grain refinement in Mg-6Al-1Zn alloy during hot deformation. *Materials Science and Engineering A*, 538, 63-68. doi:10.1016/j.msea.2012.01.014
- Miyauchi, K. (1984). A proposal of a planar simple shear test in sheet metals. *Sci. Papers Inst. Phys. Chem. Res.*, 78(3)(1984), 27-40.
- Molinari, A., Canova, G. R., y Ahzi, S. (1987). A self consistent approach of the large deformation polycrystal viscoplasticity. *Acta Metallurgica*, 35(12), 2983-2994. doi:10.1016/0001-6160(87)90297-5

- Mongeon, L., y Barnhurst, R. (2004). Metallography and Microstructures of Zinc and Its Alloys. En *ASM Handbook, Vol. 9: Metallography and Microstructures* (Vol. 9, pp. 933-941). Materials Park, OH: ASM International. doi:10.1361/asmhba0003769
- Morawiec, A. (1995). Misorientation-Angle Distribution of Randomly Oriented Symmetric Objects. *Journal of Applied Crystallography*, 28(3), 289-293. doi:10.1107/S0021889894011088
- Mostaed, Ehsan, Ardakani, Morteza Shaker, Sikora-Jasinska, Malgorzata, y Drelich, Jaroslaw W. (2019). Precipitation induced room temperature superplasticity in Zn-Cu alloys. *Materials Letters*, 244, 203-206. doi:10.1016/j.matlet.2019.02.084
- Mostaed, Ehsan, Sikora-Jasinska, Malgorzata, Drelich, Jaroslaw W., y Vedani, Maurizio. (2018). Zinc-based alloys for degradable vascular stent applications. *Acta Biomaterialia*, 71, 1-23. doi:10.1016/j.actbio.2018.03.005
- Mozzani, N., Auzoux, Q., Le Boulch, D., Andrieu, E., Blanc, C., Scott, C. P., y Barnel, N. (2014). Mechanical behavior of recrystallized Zircaloy-4 under monotonic loading at room temperature: Tests and simplified anisotropic modeling. *Journal of Nuclear Materials*, 447(1-3), 94-106. doi:10.1016/j.jnucmat.2014.01.003
- Muster, Tim H., Ganther, Wayne D., y Cole, Ivan S. (2007). The influence of microstructure on surface phenomena: Rolled zinc. *Corrosion Science*, 49(4), 2037-2058. doi:10.1016/j.corsci.2006.10.007
- Nagra, Jaspreet S., Brahme, Abhijit, Lévesque, Julie, Mishra, Raja, Lebensohn, Ricardo A., y Inal, Kaan. (2020). A new micromechanics based full field numerical framework to simulate the effects of dynamic recrystallization on the formability of HCP metals. *International Journal of Plasticity*, 125(March), 210-234. doi:10.1016/j.ijplas.2019.09.011
- Nakazima, K., Kikuma, T., y Hasuka, K. (1968). Study on the formability of Steel Sheets. *Yawata Technical Report*, (264), 141-154.
- Naziri, H., y Pearce, R. (1969a). Anisotropic superplasticity. *Scripta Metallurgica*, 3(11), 807-810.
- Naziri, H., y Pearce, R. (1969b). The effect of grain size on workhardening superplasticity in Zn-0.4% Al alloy. *Scripta Metallurgica*, 3(11), 811-814.
- Naziri, H., y Pearce, R. (1974). Superplasticity in a Zn-0.4%Al alloy. *Acta Metallurgica*, 22(November).
- Neumeier, L. A., y Risbeck, J. S. (1970). *Influence of Rolling Temperature and Cu content on creep and other properties of Zn-Cu and Zn-Cu-Ti alloys*. U.S. Dept. of Interior - Bureau of Mines (Vol. 7363).
- Neumeier, L. A., y Risbeck, J. S. (1971). *Effects of Rolling Temperature and Titanium Content on Creep and Other Properties of Zn-Ti and Zn-Cu-Ti Alloys.pdf*.
- Pantazopoulos, G., Toulfatzis, A., Vazdirvanidis, A., y Rikos, A. (2017). Fundamental aspects of rolled Zn alloy sheet formability: Structure-property and failure mode relationships. *Materials Science Forum*, 879, 1443-1448. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.879.1443
- Pantazopoulos, G., Vazdirvanidis, A., Rikos, A., y Toulfatzis, A. (2013). Failure investigation of cold-rolled ZnTiCu alloy fracture during bending under ambient temperature conditions. *Journal of Failure Analysis and Prevention*, 13(6), 757-764. doi:10.1007/s11668-013-9743-9
- Parisot, R., Forest, S., Gourgues, A. F., Pineau, A., y Mareuse, D. (2000). Modeling the mechanical behavior of a multicrystalline zinc coating on a hot-dip galvanized steel sheet. *Computational Materials Science*, 19(1-4), 189-204. doi:10.1016/S0927-0256(00)00155-5
- Parisot, R., Forest, S., Pineau, A., Grillon, F., Demonet, X., y Maigne, J. M. (2004). Deformation and damage mechanisms of zinc coatings on hot-dip galvanized steel sheets: Part II. Damage modes. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 35(3), 813-823. doi:10.1007/s11661-004-0008-9
- Petzow, G. (1999). *Metallographic Etching: Techniques for Metallography, Ceramography, Plastography* (2.^a ed.). Materials Park, OH: ASM International.
- Philippe, M. J., Fundenberger, J. J., Galledou, Y., Humbert, M., Wegria, J., y Esling, C. (1991). Influence of Texture on Low Temperature Bendability of Zn Alloys. *Textures and Microstructures*, 14(C), 471-476. doi:10.1155/tsm.14-18.471
- Philippe, M. J., Serghat, M., Van Houtte, P., y Esling, C. (1995). Modelling of texture evolution for

- materials of hexagonal symmetry–II. application to zirconium and titanium α or near α alloys. *Acta Metallurgica et Materialia*, 43(4), 1619-1630. doi:10.1016/0956-7151(94)00329-G
- Philippe, M. J., Wagner, F., Mellab, F. E., Esling, C., y Wegria, J. (1994). Modelling of texture evolution for materials of hexagonal symmetry–I. Application to Zn alloys. *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(1), 239-250.
- Pieła, K. (2006). Modes of plastic flow of Zn-Cu single crystals compressed along the [1120] direction. *Archives of Metallurgy and Materials*, 51(3), 475-480.
- Pochettino, Alberto A. (2019). El Hombre, Los Materiales Y El Medioambiente. *Ciencia e Investigación*, 69(4), 67-88.
- Poirier, Jean-Paul, y Guillopé, Michel. (1979). Deformation induced recrystallization of minerals. *Bulletin de Minéralogie*, 102(2), 67-74. doi:10.3406/bulmi.1979.7256
- Porter, Frank. (1991). *Zinc Handbook: Properties, Processing and Use in Design Mechanical Engineering* (1.ª ed.). New York: sc.
- Proust, G., Tomé, C. N., y Kaschner, G. C. (2007). Modeling texture, twinning and hardening evolution during deformation of hexagonal materials. *Acta Materialia*, 55(6), 2137-2148. doi:10.1016/j.actamat.2006.11.017
- Quintana Hernández, María José, García, José Ovidio, González Ojeda, Roberto, y Verdeja, José Ignacio. (2016). Influence of strain rate and heat treatments on tensile and creep properties of Zn-0.15Cu-0.07Ti alloys. *Dyna*, 83(195), 77-83. doi:10.15446/dyna.v83n195.44926
- Raabe, Dierk, y Becker, R. C. (2000). Coupling of a crystal plasticity finite-element model with a probabilistic cellular automaton for simulating primary static recrystallization in aluminium. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 8(4), 445.
- Ranta-Eskola, A. J. (1980). Effect of loading path on stress-strain relationships of sheet steel and brass. *Metals Technology*, 7(1), 45-49. doi:10.1179/030716980803286928
- Reed-Hill, R., Abbaschian, R., y Abbaschian, L. (2009). *Physical Metallurgy Principles* (4.ª ed.). Cengage Learning.
- Roatta, Analía, Leonard, Martín E., Nicoletti, Emanuel, y Signorelli, Javier W. (2020). Modeling texture evolution during monotonic loading of Zn-Cu-Ti alloy sheet using the viscoplastic self-consistent polycrystal model. *Journal of Alloys and Compounds*, 860, 158425. doi:10.1016/j.jallcom.2020.158425
- Roatta, Analía, Stout, Michael, y Signorelli, Javier W. (2020). Determination of the Forming-Limit Diagram from Deformations within Necking Instability: A Digital Image Correlation-Based Approach. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 29(6), 4018-4031. doi:10.1007/s11665-020-04908-5
- Rogers, D. H., y Roberts, W. T. (1968). Plastic Anisotropy of Titanium and Zinc Sheet –II. Crystallographic Approach. *International Journal of Mechanical Sciences*, 10, 221-229.
- Roters, F., Diehl, M., Shanthraj, P., Eisenlohr, P., Reuber, C., Wong, S. L., ... Raabe, D. (2019). DAMASK – The Düsseldorf Advanced Material Simulation Kit for modeling multi-physics crystal plasticity, thermal, and damage phenomena from the single crystal up to the component scale. *Computational Materials Science*, 158(December 2018), 420-478. doi:10.1016/j.commatsci.2018.04.030
- Roters, F., Eisenlohr, P., Hantcherli, L., Tjahjanto, D. ..., Bieler, T. R., y Raabe, Dierk. (2010). Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: Theory, experiments, applications. *Acta Materialia*, 58(4), 1152-1211. doi:10.1016/j.actamat.2009.10.058
- Sachs, G. .. (1928). On the derivation of a condition of flowing. *Z Verein Deut Ing*, 72, 734–736.
- Sakai, Taku, Belyakov, Andrey, Kaibyshev, R., Miura, H., y Jonas, John J. (2014). Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions. *Progress in Materials Science*, 60(1), 130-207. doi:10.1016/j.pmatsci.2013.09.002
- Schlosser, Fernando. (2018). *Desarrollo de la modelización multiescala en agregados policristalinos HCP*

bajo sollicitación mecánica inducida en curso de procesos de conformado. Validación experimental en chapas de zinc texturado. Universidad Nacional del Sur.

- Schlosser, Fernando, Schwindt, Claudio, Fuster, Valeria, Tommasi, Andréa, y Signorelli, Javier W. (2017). Crystallographic Texture Evolution of a Zinc Sheet Subjected to Different Strain Paths. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 48(6), 2858-2867. doi:10.1007/s11661-017-4069-y
- Schlosser, Fernando, Signorelli, J., Leonard, M., Roatta, A., Milesi, M., y Bozzolo, N. (2019). Influence of the strain path changes on the formability of a zinc sheet. *Journal of Materials Processing Technology*, 271. doi:10.1016/j.jmatprotec.2019.03.026
- Schlosser, Fernando, y Signorelli, Javier W. (2014). Un Criterio Anisotrópico Basado En Deformación Para Predecir La Respuesta Mecánica Y La Formabilidad De Chapas De Zinc Texturadas. *Mecánica Computacional*, 33, 1271-1284.
- Schreier, Hubert, Orteu, Jean-José, y Sutton, Michael A. (2009). *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements*. Springer, New York. Boston, MA: Springer US. doi:10.1007/978-0-387-78747-3
- Schwindt, Claudio, Schlosser, Fernando, Bertinetti, M. A., Stout, Michael, y Signorelli, Javier W. (2015). Experimental and Visco-Plastic Self-Consistent evaluation of forming limit diagrams for anisotropic sheet metals: An efficient and robust implementation of the M-K model. *International Journal of Plasticity*, 73, 62-99. doi:10.1016/j.ijplas.2015.01.005
- Segurado, Javier, Lebensohn, Ricardo A., Llorca, Javier, y Tomé, Carlos N. (2012). Multiscale modeling of plasticity based on embedding the viscoplastic self-consistent formulation in implicit finite elements. *International Journal of Plasticity*, 28(1), 124-140. doi:10.1016/j.ijplas.2011.07.002
- Signorelli, J.W., Turner, P. A., Sordi, V., Ferrante, M., Vieira, E. A., y Bolmaro, R. E. (2006). Computational modeling of texture and microstructure evolution in Al alloys deformed by ECAE. *Scripta Materialia*, 55(12), 1099-1102. doi:10.1016/j.scriptamat.2006.08.042
- Signorelli, Javier, y Tommasi, Andréa. (2015). Modeling the effect of subgrain rotation recrystallization on the evolution of olivine crystal preferred orientations in simple shear. *Earth and Planetary Science Letters*, 430, 356-366. doi:10.1016/j.epsl.2015.08.018
- Signorelli, Javier W., Bertinetti, M. A., y Turner, P. A. (2009). Predictions of forming limit diagrams using a rate-dependent polycrystal self-consistent plasticity model. *International Journal of Plasticity*, 25(1), 1-25. doi:10.1016/j.ijplas.2008.01.005
- Signorelli, Javier W., Serenelli, Mariano, y Bertinetti, M. A. (2012). Experimental and numerical study of the role of crystallographic texture on the formability of an electro-galvanized steel sheet. *Journal of Materials Processing Technology*, 212(6), 1367-1376. doi:10.1016/j.jmatprotec.2012.01.020
- Solas, D. E., y Tomé, C. N. (2001). Texture and strain localization prediction using a N-site polycrystal model. *International Journal of Plasticity*, 17(5), 737-753. doi:10.1016/S0749-6419(00)00030-9
- Solas, D. E., Tomé, Carlos N., Engler, O., y Wenk, H. R. (2001). Deformation and recrystallization of hexagonal metals: Modeling and experimental results for zinc. *Acta Materialia*, 6454(October). doi:10.1016/S1359-6454(01)00261-0
- Song, Hongwu, He, Weijun, Helm, Dirk, y Zhang, Shihong. (2015). A CONSTITUTIVE MODEL FOR HCP METALS CONSIDERING TEXTURE EVOLUTION AND STRAIN PATH CHANGE. En *Forming Technology Forum* (pp. 159-164).
- Spittle, J. A. (1972). The Effects of Composition and Cooling Rate on the as-Cast Microstructures of Zn-Ti Alloys. *Metallography*, 447, 423-447.
- Steglich, D., y Jeong, Y. (2016). Texture-based forming limit prediction for Mg sheet alloys ZE10 and AZ31. *International Journal of Mechanical Sciences*, 117, 102-114. doi:10.1016/j.ijmecsci.2016.08.013
- Stout, Michael, y Kocks, U. F. (1998). Effects of Texture on Plasticity. En *Texture and Anisotropy: Preferred Orientations in Polycrystals and their Effect on Materials Properties* (pp. 420-464). Cambridge University Press.
- Sztiwertnia, K., Mueller, H., y Haessner, F. (1985). Interpretation of Flow-Stress of Textured Zinc Sheet.

Materials Science and Technology, 1(5), 380-384. doi:10.1179/026708385790124738

- Takajo, S., Vogel, S. C., y Tomé, Carlos N. (2019). Viscoplastic self-consistent polycrystal modeling of texture evolution of ultra-low carbon steel during cold rolling. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 27(4), 045003. doi:10.1088/1361-651X/ab0b92
- Tam, Kenneth J., Vaughan, Matthew W., Shen, Luming, Knezevic, Marko, Karaman, Ibrahim, y Proust, Gwénaëlle. (2021). Modelling dynamic recrystallisation in magnesium alloy AZ31. *International Journal of Plasticity*, 142(April), 102995. doi:10.1016/j.ijplas.2021.102995
- Tamimi, Saeed, Gracio, Jose J., Lopes, Augusto B., Ahzi, Said, y Barlat, Frederic. (2018). Asymmetric rolling of interstitial free steel sheets: Microstructural evolution and mechanical properties. *Journal of Manufacturing Processes*, 31, 583-592. doi:10.1016/j.jmapro.2017.12.014
- Tan, J. C., y Tan, M. J. (2003). Dynamic continuous recrystallization characteristics in two stage deformation of Mg-3Al-1Zn alloy sheet. *Materials Science and Engineering A*, 339(1-2), 124-132. doi:10.1016/S0921-5093(02)00096-5
- Taylor, G. I. (1938). Plastic Strain in Metals. *Journal of the Institute of Metals*, 62, 307-324.
- Tomé, C. N. (2001). Mechanical response of zirconium—I. Derivation of a polycrystal constitutive law and finite element analysis. *Acta Materialia*, 49(15), 3085-3096. doi:10.1016/S1359-6454(01)00190-2
- Tomé, C. N., Canova, G. R., Kocks, U. F., Christodoulou, N., y Jonas, John J. (1984). The relation between macroscopic and microscopic strain hardening in F.C.C. polycrystals. *Acta Metallurgica*, 32(10), 1637-1653. doi:10.1016/0001-6160(84)90222-0
- Tomé, C. N., Necker, C. T., y Lebensohn, R. A. (2002). Mechanical anisotropy and grain interaction in recrystallized aluminum. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 33(8), 2635-2648. doi:10.1007/s11661-002-0385-x
- Tomé, Carlos N. (1999). Self-consistent polycrystal models: a directional compliance criterion to describe grain interactions. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 7, 723-738.
- Tomé, Carlos N., Lebensohn, Ricardo A., y Kocks, U. F. (1991). A model for texture development dominated by deformation twinning: Application to zirconium alloys. *Acta Metallurgica et Materialia*, 39(11), 2667-2680. doi:https://doi.org/10.1016/0956-7151(91)90083-D
- Tommasi, A., Mainprice, D., Canove, G., y Chastel, Y. (2000). Olivine lattice preferred orientations: Implications for the upper mantle seismic anisotropy. *Journal of Geophysical Research*, 105(1999), 7893-7908.
- Tonda, Hideki, y Ando, Shinji. (2002). Effect of temperature and shear direction on yield stress by {11-22}<11-23> slip in HCP metals. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 33(13), 831-836. doi:10.1007/s11661-002-1015-3
- Tóth, L. S., Estrin, Y., Lapovok, R., y Gu, C. (2010). A model of grain fragmentation based on lattice curvature. *Acta Materialia*, 58(5), 1782-1794. doi:10.1016/j.actamat.2009.11.020
- Ueda, Yuhei, Goto, Yu, Yamaguchi, Toshihiko, Tomita, Yoshihiro, Morita, Yusuke, y Nakamachi, Eiji. (2016). Two-scale thermo-crystal plasticity finite element analysis of dynamic-recrystallization texture evolution. *ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition, Proceedings (IMECE)*, 14(1), 1-8. doi:10.1115/IMECE201666437
- Van Houtte, P., Delannay, L., y Samajdar, I. (1999). Quantitative Prediction of Cold Rolling Textures in Low-Carbon Steel by Means of the Lamel Model. *Textures and Microstructures*, 31(3), 109-149. doi:10.1155/tsm.31.109
- Van Houtte, Paul, Li, Saiyi, Seefeldt, Marc, y Delannay, Laurent. (2005). *Deformation texture prediction: From the Taylor model to the advanced Lamel model. International Journal of Plasticity* (Vol. 21). doi:10.1016/j.ijplas.2004.04.011
- Vander Voort, George F. (1999). *Metallography: Principles and Practice*. Materials Park, OH: ASM International.
- Vander Voort, George F. (2004). Color Metallography. En *ASM Handbook, Vol. 9: Metallography and*

- Microstructures* (pp. 493–512). Materials Park, OH: ASM International.
- Vassilev, G. P., Liu, X. J., y Ishida, K. (2004). Reaction kinetics and phase diagram studies in the Ti-Zn system. *Journal of Alloys and Compounds*, 375(1-2), 162-170. doi:10.1016/j.jallcom.2003.11.026
- Vel, Senthil S., Cook, Alden C., Johnson, Scott E., y Gerbi, Christopher. (2016). Computational homogenization and micromechanical analysis of textured polycrystalline materials. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 310, 749-779. doi:10.1016/j.cma.2016.07.037
- Vincent, G., Zhang, F., Fundenberger, J. J., y Esling, C. (2005). Experimental and simulation textures in an asymmetrically skin-passed zinc galvanized sheet. *Scripta Materialia*, 53(6), 775-779. doi:10.1016/j.scriptamat.2005.04.054
- Voce, E. (1955). Analysis of Stress Strain Curves. *Journal of the Royal Aeronautical Society*, 59(534), 442. doi:10.1017/S0368393100118759
- Wagoner, R. H. (1981). A technique for Measuring Strain-Rate Sensitivity. *Metallurgical Transactions A*, 12(1), 71-75. doi:10.1007/BF02648510
- Wagoner, R. H. (1984). Strain-rate sensitivity of zinc sheet. *Metallurgical Transactions A*, 15A(June), 1265-1271. doi:10.1007/BF02644721
- Wang, H., Raeisnia, B., Wu, P. D., Agnew, S. R., y Tomé, C. N. (2010). Evaluation of self-consistent polycrystal plasticity models for magnesium alloy AZ31B sheet. *International Journal of Solids and Structures*, 47(21), 2905-2917. doi:10.1016/j.ijsolstr.2010.06.016
- Wang, H., Wu, P. D., Boyle, K., y Neale, K. W. (2011). On crystal plasticity formability analysis for magnesium alloy sheets. *International Journal of Solids and Structures*, 48, 1000-1010. doi:10.1016/j.ijsolstr.2010.12.004
- Wang, Y. N., y Huang, J. C. (2003). Texture analysis in hexagonal materials. *Materials Chemistry and Physics*, 81(1), 11-26. doi:10.1016/S0254-0584(03)00168-8
- Wenk, H. R., Canova, G., Bréchet, Y., y Flandin, L. (1997). A deformation-based model for recrystallization of anisotropic materials. *Acta Materialia*, 45(8), 3283-3296. doi:10.1016/S1359-6454(96)00409-0
- Wenk, H. R., y Tomé, Carlos N. (1999). Modeling dynamic recrystallization of olivine aggregates deformed in simple shear. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 104(B11), 25513-25527. doi:10.1029/1999jb900261
- Wenk, H. R., y Van Houtte, P. (2004). Texture and anisotropy. *Reports on Progress in Physics*, 67(8), 1367-1428. doi:10.1088/0034-4885/67/8/R02
- Williams, D. A. C., Naziri, H., y Pearce, R. (1969). Extended plasticity in commercial-purity zinc. *Scripta Metallurgica*, 3, 117-120.
- Wright, Stuart I., Nowell, Matthew M., y Field, David P. (2011). A Review of Strain Analysis Using Electron Backscatter Diffraction. *Microscopy and Microanalysis*, 17(03), 316-329. doi:10.1017/S1431927611000055
- Wu, D., Chen, R. S., y Han, E. H. (2011). Excellent room-temperature ductility and formability of rolled Mg-Gd-Zn alloy sheets. *Journal of Alloys and Compounds*, 509(6), 2856-2863. doi:10.1016/j.jallcom.2010.11.141
- Yang, He, Fan, Xiao Guang, Sun, Zhi Chao, Guo, Liang Gang, y Zhan, Mei. (2011). Recent developments in plastic forming technology of titanium alloys. *Science China Technological Sciences*, 54(2), 490-501. doi:10.1007/s11431-010-4206-y
- Yang, Xuyue, Miura, H., y Sakai, Taku. (2002). Continuous Dynamic Recrystallization in a Superplastic 7075 Aluminum Alloy. *Materials Transactions*, 43(10), 2400-2407.
- Yang, Xuyue, Miura, H., y Sakai, Taku. (2003). Dynamic Evolution of New Grains in Magnesium Alloy AZ31 during Hot Deformation. *Materials Transactions*, 44(1), 197-203. doi:10.2320/matertrans.44.197
- Yapici, Guney Guven, Karaman, Ibrahim, y Luo, Zhi-Ping. (2006). Mechanical twinning and texture evolution in severely deformed Ti-6Al-4V at high temperatures. *Acta Materialia*, 54(14), 3755-

3771. doi:10.1016/j.actamat.2006.04.007

- Yi, Sangbong, Bohlen, Jan, Heinemann, Frank, y Letzig, Dietmar. (2010). Mechanical anisotropy and deep drawing behaviour of AZ31 and ZE10 magnesium alloy sheets. *Acta Materialia*, 58(2), 592-605. doi:10.1016/j.actamat.2009.09.038
- Yoo, M. H. (1981). Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals. *Metallurgical Transactions A*, 12(3), 409-418. doi:10.1007/BF02648537
- Zecevic, Miroslav, Knezevic, Marko, McWilliams, Brandon, y Lebensohn, Ricardo A. (2020). Modeling of the thermo-mechanical response and texture evolution of WE43 Mg alloy in the dynamic recrystallization regime using a viscoplastic self-consistent formulation. *International Journal of Plasticity*, 130(January), 102705. doi:10.1016/j.ijplas.2020.102705
- Zecevic, Miroslav, Lebensohn, Ricardo A., McCabe, Rodney J., y Knezevic, Marko. (2018). Modeling of intragranular misorientation and grain fragmentation in polycrystalline materials using the viscoplastic self-consistent formulation. *International Journal of Plasticity*, 109(May), 193-211. doi:10.1016/j.ijplas.2018.06.004
- Zhang, F., Vincent, G., Sha, Y. H., Zuo, L., Funderberger, J. J., y Esling, C. (2004). Experimental and simulation textures in an asymmetrically rolled zinc alloy sheet. *Scripta Materialia*, 50(7), 1011-1015. doi:10.1016/j.scriptamat.2003.12.031
- Zhang, Haiming, Diehl, Martin, Roters, F., y Raabe, Dierk. (2016). A virtual laboratory using high resolution crystal plasticity simulations to determine the initial yield surface for sheet metal forming operations. *International Journal of Plasticity*, 80, 111-138. doi:10.1016/j.ijplas.2016.01.002
- Zhang, X., Wang, H., y Koch, C. C. (2004). Mechanical behavior of bulk ultrafine-grained and nanocrystalline Zn. *Reviews on Advanced Materials Science*, 6(2), 53-93.
- Zhang, Xiaoge G. (1996). *Corrosion and Electrochemistry of Zinc*. Boston, MA: Springer US. doi:10.1007/978-1-4757-9877-7
- Zhou, Guowei, Jain, Mukesh K., Wu, Peidong, Shao, Yichuan, Li, Dayong, y Peng, Yinghong. (2016). Experiment and crystal plasticity analysis on plastic deformation of AZ31B Mg alloy sheet under intermediate temperatures: How deformation mechanisms evolve. *International Journal of Plasticity*, 79, 19-47. doi:10.1016/j.ijplas.2015.12.006
- Zhou, Guowei, Li, Zihan, Li, Dayong, Peng, Yinghong, Wang, Huamiao, y Wu, Peidong. (2018). Misorientation development in continuous dynamic recrystallization of AZ31B alloy sheet and polycrystal plasticity simulation. *Materials Science and Engineering A*, 730(May), 438-456. doi:10.1016/j.msea.2018.05.095
- Zhou, Guowei, Li, Zihan, Li, Dayong, Peng, Yinghong, Zurob, Hatem S., y Wu, Peidong. (2017). A polycrystal plasticity based discontinuous dynamic recrystallization simulation method and its application to copper. *International Journal of Plasticity*, 91, 48-76. doi:https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2017.01.001

Apéndice A

Formulación viscoplástica auto-consistente

Se presenta a continuación la formulación del modelo viscoplástico auto-consistente de 1-sitio con esquemas de linealización de primer orden. Se sigue el desarrollo matemático del artículo de Lebensohn et al. (2011) y el incluido en el manual del código VPSC7d (Tomé y Lebensohn, 2012), empleando una notación propia consistente con la utilizada en el resto de la Tesis.

El modelo autoconsistente se basa en la representación de un agregado policristalino por medio de orientaciones ponderadas. Las orientaciones representan granos y los pesos de la ponderación representan fracciones de volumen. A cada grano (orientación) se le asigna una forma elipsoidal con determinada relación de aspecto e inclinación respecto del sistema de referencia de la muestra; mientras que las fracciones de volumen de las orientaciones deben ser seleccionadas de forma tal de reproducir la textura cristalográfica experimental del agregado. Cada grano, entonces, será tratado como una inclusión elipsoidal de propiedades viscoplásticas embebida en un medio efectivo homogéneo (HEM). Éste representa el ambiente “promedio” con el que cada grano interactúa (Figura A-1). El comportamiento del HEM también se considera viscoplástico, y ambos dominios –inclusión y HEM– poseen propiedades totalmente anisótropas. La deformación viscoplástica al interior de los granos es desarrollada por mecanismos de plasticidad cristalina, esto es: sistemas de deslizamiento y maclado activados por una tensión de corte resuelta. Por tratarse de un régimen viscoplástico, las leyes constitutivas que lo rigen son no-lineales y, por ende, la aproximación auto-consistente requiere la propuesta de un procedimiento de linealización del comportamiento mecánico local. No se consideran mecanismos de deformación de alta temperatura (trepado, resbalamiento de bordes de grano, recristalización) y los efectos elásticos son despreciados (flujo plástico incompresible).

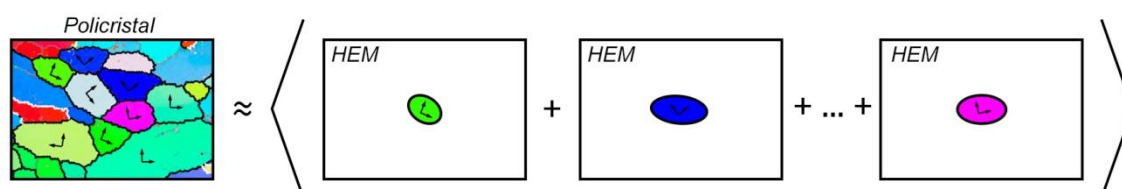


Figura A-1: Representación esquemática de la homogeneización auto-consistente.

A.1. Cinemática de la plasticidad cristalina

Empezamos planteando el gradiente de velocidad macroscópico ($\bar{\mathbf{v}}$) aplicado al agregado policristalino, descompuesto en sus partes simétrica (tensor velocidad de deformación, $\bar{\mathbf{d}}$) y antisimétrica (tensor velocidad de rotación, $\bar{\mathbf{w}}$):

$$\bar{\mathbf{v}} = \bar{\mathbf{d}} + \bar{\mathbf{w}} = \frac{1}{2}(\bar{\mathbf{v}} + \bar{\mathbf{v}}^T) + \frac{1}{2}(\bar{\mathbf{v}} - \bar{\mathbf{v}}^T). \quad (\text{A-1})$$

Esta descomposición permite construir el gradiente de velocidad impuesto al agregado mediante la suma de una velocidad de deformación y una rotación rígida. Por lo general, en un modelo CP, se impone el gradiente $\bar{\mathbf{v}}$ al policristal (o bien, una combinación de ciertas componentes conocidas de $\bar{\mathbf{v}}$ y las componentes complementarias del tensor de tensión macroscópico, $\bar{\mathbf{s}}$) y se calcula el gradiente local para cada grano, \mathbf{v} (y la tensión local, \mathbf{s}).

El gradiente de velocidad asociado al sistema de referencia del cristal está dado, en cada punto material \mathbf{x} , por la superposición lineal de las velocidades de corte ($\dot{\gamma}^s$) debidas a los sistemas de deslizamiento y maclado activos:

$$\mathbf{v}(\mathbf{x}) = \sum_s \dot{\gamma}^s(\mathbf{x}) \mathbf{n}^s(\mathbf{x}) \otimes \mathbf{b}^s(\mathbf{x}), \quad (\text{A-2})$$

donde $\mathbf{n}^s(\mathbf{x})$ es el vector normal al plano y $\mathbf{b}^s(\mathbf{x})$ el vector de Burgers de cada sistema de deslizamiento s , mientras que su producto externo conforma el tensor de Schmid del sistema, el cual puede descomponerse en sus partes simétrica y antisimétrica:

$$\mathbf{m}^s(\mathbf{x}) = \frac{1}{2}(\mathbf{n}^s(\mathbf{x}) \otimes \mathbf{b}^s(\mathbf{x}) + \mathbf{b}^s(\mathbf{x}) \otimes \mathbf{n}^s(\mathbf{x})), \quad (\text{A-3})$$

$$\mathbf{q}^s(\mathbf{x}) = \frac{1}{2}(\mathbf{n}^s(\mathbf{x}) \otimes \mathbf{b}^s(\mathbf{x}) - \mathbf{b}^s(\mathbf{x}) \otimes \mathbf{n}^s(\mathbf{x})). \quad (\text{A-4})$$

Esto, a su vez, nos permite representar el gradiente de velocidad del cristal como la suma de las velocidades de deformación y de rotación plástica:

$$\mathbf{v}(\mathbf{x}) = \mathbf{d}(\mathbf{x}) + \mathbf{w}_p(\mathbf{x}), \quad (\text{A-5})$$

con

$$\mathbf{d}(\mathbf{x}) = \sum_s \mathbf{m}^s(\mathbf{x}) \dot{\gamma}^s(\mathbf{x}), \quad (\text{A-6})$$

$$\mathbf{w}_p(\mathbf{x}) = \sum_s \mathbf{q}^s(\mathbf{x}) \dot{\gamma}^s(\mathbf{x}). \quad (\text{A-7})$$

A.2. Comportamiento constitutivo local y homogeneización

Para cada punto material al interior del cristal, se propone un comportamiento constitutivo viscoplástico descrito por la siguiente ley no lineal, dependiente de la velocidad:

$$\dot{\gamma}^s(\mathbf{x}) = \dot{\gamma}_0^s \left(\frac{|\mathbf{m}^s(\mathbf{x}) : \mathbf{s}(\mathbf{x})|}{\tau_c^s} \right)^{1/m} \cdot \text{sgn}(\mathbf{m}^s(\mathbf{x}) : \mathbf{s}(\mathbf{x})), \quad (\text{A-8})$$

donde \mathbf{s} es el tensor desviador de tensión (flujo incomprensible), τ_c^s la tensión de corte resuelta crítica o de referencia para cada sistema s , m es la sensibilidad a la velocidad de deformación, que puede o no variar con cada sistema; y $\dot{\gamma}_0^s$ un factor de normalización (a partir de ahora considerado único para todos los sistemas: $\dot{\gamma}_0^s = \dot{\gamma}_0$). Nótese que la formulación requiere explicitar el signo de la deformación resultante de la proyección de la tensión sobre cada sistema de deformación. Sumando sobre todos los sistemas y combinando con la Ec. (A-6), obtenemos la ley constitutiva viscoplástica para la velocidad de deformación en cada punto del grano:

$$\mathbf{d}(\mathbf{x}) = \dot{\gamma}_0 \sum_s \mathbf{m}^s(\mathbf{x}) \left(\frac{|\mathbf{m}^s(\mathbf{x}) : \mathbf{s}(\mathbf{x})|}{\tau_c^s} \right)^{1/m} \cdot \text{sgn}(\mathbf{m}^s(\mathbf{x}) : \mathbf{s}(\mathbf{x})). \quad (\text{A-9})$$

Para aproximar la ecuación no lineal (A-9) se asume una relación linealizada entre la tensión y la velocidad de deformación en el dominio del grano:

$$\mathbf{d}(\mathbf{x}) = \mathbf{M} : \mathbf{s}(\mathbf{x}) + \mathbf{d}^0, \quad (\text{A-10})$$

donde los módulos locales \mathbf{M} y \mathbf{d}^0 se denominan, respectivamente, cedencia (*compliance*) viscoplástica y término independiente. Existen varias propuestas de linealización posibles, cada una con sus correspondientes módulos (algunas de estas opciones se presentarán posteriormente). Considerando magnitudes promediadas en el volumen del grano, la ecuación anterior se puede escribir¹:

$$\bar{\mathbf{d}} = \mathbf{M} : \bar{\mathbf{s}} + \mathbf{d}^0. \quad (\text{A-11})$$

El paso siguiente consiste en homogeneizar el comportamiento de un medio heterogéneo cuyo comportamiento local linealizado está dado por la ecuación (A-10), asumiendo una relación lineal análoga a nivel macroscópico:

$$\bar{\mathbf{d}} = \bar{\mathbf{M}} : \bar{\mathbf{s}} + \bar{\mathbf{d}}^0, \quad (\text{A-12})$$

donde $\bar{\mathbf{d}}$ y $\bar{\mathbf{s}}$ son, respectivamente, los tensores desviadores de velocidad de deformación y de tensión macroscópicos; y $\bar{\mathbf{M}}$ y $\bar{\mathbf{d}}^0$ son la cedencia viscoplástica y el término independiente de un medio homogéneo equivalente (HEM), que en principio es desconocido. Esta respuesta homogeneizada de un policristal lineal es usualmente calculada mediante el método auto-consistente lineal. El problema subyacente a este método es el de un dominio no homogéneo (el grano) de módulos \mathbf{M} y \mathbf{d}^0 , embebido en un medio infinito de módulos $\bar{\mathbf{M}}$ y $\bar{\mathbf{d}}^0$. Si la inhomogeneidad es reemplazada por una inclusión equivalente –siguiendo el concepto de Mura (1987)–, el comportamiento constitutivo local puede ser

¹ En rigor, los promedios volumétricos sobre el dominio de cada grano g deberían indicarse explícitamente en las variables (por ejemplo: $\mathbf{M}^{(g)}$, $\mathbf{d}^{0(g)}$, $\mathbf{d}^{(g)}$, $\mathbf{s}^{(g)}$). No obstante, por simplicidad de la notación se obviarán estos superíndices.

descripto en términos de los módulos del HEM, sumando una velocidad de auto-deformación ficticia de la siguiente manera:

$$\mathbf{d}(\mathbf{x}) = \bar{\mathbf{M}} : \mathbf{s}(\mathbf{x}) + \bar{\mathbf{d}}^0 + \mathbf{d}^*(\mathbf{x}), \quad (\text{A-13})$$

donde $\mathbf{d}^*(\mathbf{x})$ es un campo de auto-deformaciones que “oculta” a la inhomogeneidad al ser ésta reemplazada por una inclusión equivalente. Restando miembro a miembro las ecuaciones (A-13) y (A-12) tenemos:

$$\mathbf{d}(\mathbf{x}) - \bar{\mathbf{d}} = \bar{\mathbf{M}} : (\mathbf{s}(\mathbf{x}) - \bar{\mathbf{s}}) + \mathbf{d}^*(\mathbf{x}). \quad (\text{A-14})$$

Definiendo $\bar{\mathbf{L}} = \bar{\mathbf{M}}^{-1}$ y utilizando el símbolo “ \sim ” para representar las desviaciones locales de las magnitudes tensoriales respecto de sus valores macroscópicos, reordenamos la ecuación previa y llegamos a la siguiente expresión para el desvío de la tensión local:

$$\tilde{\mathbf{s}}(\mathbf{x}) = \bar{\mathbf{L}} : (\tilde{\mathbf{d}}(\mathbf{x}) - \mathbf{d}^*(\mathbf{x})). \quad (\text{A-15})$$

Usando la definición del tensor de tensiones de Cauchy (suma del tensor desviador con la tensión media o hidrostática):

$$\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x}) = \mathbf{s}(\mathbf{x}) + \boldsymbol{\sigma}^m(\mathbf{x}), \quad (\text{A-16})$$

planteamos las condiciones de equilibrio para la desviación de la tensión local usando, por simplicidad la notación tensorial de índices:

$$\sigma_{ij,j}(\mathbf{x}) = \tilde{\sigma}_{ij,j}(\mathbf{x}) = \tilde{s}_{ij,j}(\mathbf{x}) + \sigma_{i,i}^m(\mathbf{x}). \quad (\text{A-17})$$

Siguiendo con la notación indicial, y teniendo en cuenta la relación entre las desviaciones de la velocidad de deformación y del gradiente de velocidades [cf. ecuación (A-1)]:

$$\tilde{d}_{ij}(\mathbf{x}) = \frac{1}{2}(\tilde{v}_{i,j}(\mathbf{x}) + \tilde{v}_{j,i}(\mathbf{x})), \quad (\text{A-18})$$

se pueden combinar la condición de equilibrio (A-17) con la ecuación (A-15) para obtener:

$$\begin{cases} \bar{L}_{ijkl}\tilde{v}_{k,lj}(\mathbf{x}) + \tilde{\sigma}_{i,i}^m(\mathbf{x}) + \varphi_{ij,j}(\mathbf{x}) = 0 \\ \tilde{v}_{k,k}(\mathbf{x}) = 0 \end{cases}, \quad (\text{A-19a})$$

$$(\text{A-19b})$$

donde además se agregó, en la segunda ecuación, la condición de incompresibilidad. El tensor $\boldsymbol{\varphi} = \varphi_{ij}$ es un campo de polarización asociado a la heterogeneidad:

$$\varphi_{ij}(\mathbf{x}) = -\bar{L}_{ijkl}d_{kl}^*(\mathbf{x}), \quad (\text{A-20})$$

y su divergencia: $\varphi_{ij,j}(\mathbf{x}) = -\bar{L}_{ijkl}d_{kl,j}^*(\mathbf{x})$ es un campo de fuerza volumétrica ficticia.

El sistema (A-19) comprende cuatro ecuaciones diferenciales con cuatro incógnitas: tres son las componentes del vector desviación de la velocidad, $\tilde{v}_i(\mathbf{x})$, y la restante es la desviación de la tensión media, $\tilde{\sigma}^m(\mathbf{x})$. Un sistema de N ecuaciones diferenciales con N incógnitas y un término de polarización puede ser resuelto empleando el método de aproximación por funciones de Green. Esta aproximación, para el problema que nos compete, fue resuelta originalmente por Molinari et al. (1987), aprovechando el formalismo de Eshelby para una inclusión elipsoidal elástica cuyo resultado permite suponer razonablemente que la tensión y la deformación se mantienen uniformes en el dominio del elipsoide (Eshelby, 1957). Por brevedad, obviaremos la resolución detallada del método de Green²; sólo explicaremos, para el desarrollo subsiguiente, los tensores de Eshelby simétrico y antisimétrico:

$$\mathbf{S}_{\text{Esh}} = S_{ijkl} = \frac{1}{4}(T_{ijmn} + T_{jimn} + T_{ijnm} + T_{jinm}) : \bar{L}_{mnkl}, \quad (\text{A-22})$$

$$\mathbf{\Pi}_{\text{Esh}} = \Pi_{ijkl} = \frac{1}{4}(T_{ijmn} - T_{jimn} + T_{ijnm} - T_{jinm}) : \bar{L}_{mnkl}, \quad (\text{A-23})$$

en los que \mathbf{T} es el llamado tensor de interacción de Green, el cual surge de resolver las funciones en un dominio elipsoidal con semiejes (a,b,c) . Vemos, entonces, que los tensores de Eshelby dependen de la morfología granular (forma e inclinación del elipsoide) y del módulo viscoplástico del HEM ($\bar{\mathbf{M}} = \bar{\mathbf{L}}^{-1}$). Esta derivación permite llegar a las siguientes expresiones para las desviaciones de la velocidad de deformación y de la velocidad de rotación, promediadas en el dominio de la inclusión:

$$\tilde{\mathbf{d}} = \mathbf{S}_{\text{Esh}} : \mathbf{d}^*, \quad (\text{A-24})$$

$$\tilde{\mathbf{w}} = \mathbf{\Pi}_{\text{Esh}} : \mathbf{d}^* = \mathbf{\Pi}_{\text{Esh}} : \mathbf{S}_{\text{Esh}}^{-1} : \tilde{\mathbf{d}}. \quad (\text{A-25})$$

Nótese que ahora las desviaciones están dadas por la diferencia entre las magnitudes *promedio* en la inclusión y las magnitudes macroscópicas: $\tilde{\mathbf{d}} = \mathbf{d} - \bar{\mathbf{d}}$ y $\tilde{\mathbf{w}} = \mathbf{w} - \bar{\mathbf{w}}$, y la misma homogeneización interna al elipsoide vale para el campo de auto-deformaciones \mathbf{d}^* .

A.3. Ecuaciones de interacción y localización

Tomando promedios volumétricos sobre el dominio de la inclusión en la ecuación (A-15) tenemos:

$$\tilde{\mathbf{s}} = \bar{\mathbf{L}} : (\tilde{\mathbf{d}} - \mathbf{d}^*). \quad (\text{A-26})$$

Al reemplazar en esta ecuación la auto-deformación dada por la relación de (A-24), y reordenando en términos de la desviación de la velocidad de deformación, llegamos a la *ecuación de interacción*:

$$\tilde{\mathbf{d}} = -\bar{\mathbf{M}} : \tilde{\mathbf{s}}, \quad (\text{A-27})$$

con el *tensor de interacción* definido de esta manera:

² Éste puede consultarse en Molinari et al. (1987), Lebesohn y Tomé (1993) y Lebesohn et al. (2011).

$$\tilde{\mathbf{M}} = (\mathbf{I} - \mathbf{S}_{\text{Esh}})^{-1} : \mathbf{S}_{\text{Esh}} : \bar{\mathbf{M}}. \quad (\text{A-28})$$

Definiendo los siguientes *tensores de localización*:

$$\mathbf{B} = (\mathbf{M} + \tilde{\mathbf{M}})^{-1} : (\bar{\mathbf{M}} + \tilde{\mathbf{M}}), \quad (\text{A-29})$$

$$\mathbf{b} = (\mathbf{M} + \tilde{\mathbf{M}})^{-1} : (\bar{\mathbf{d}}^0 - \mathbf{d}^0), \quad (\text{A-30})$$

se pueden introducir las relaciones constitutivas de la inclusión y del HEM (A-11 y (A-12) en la ecuación de interacción y, manipulación mediante, llegar a:

$$\mathbf{s} = \mathbf{B} : \bar{\mathbf{s}} + \mathbf{b}, \quad (\text{A-31})$$

que es la llamada *ecuación de localización* para la tensión en el grano.

A.4. Formalismo auto-consistente

Hasta este punto, la formulación desarrollada permite resolver el problema de una inclusión viscoplástica incompresible embebida en un medio efectivo viscoplástico incompresible. Ahora, vamos a usar el resultado previo para construir un modelo policristalino, el cual consiste en tratar cada grano como una inclusión elipsoidal contenida en un medio efectivo que representa al agregado policristalino. Las propiedades de dicho medio son desconocidas a priori, por lo que deben ser halladas mediante un procedimiento iterativo auto-consistente. Reemplazando la ecuación de localización de la tensión (A-31) en la ley constitutiva local promedio (A-11), obtenemos:

$$\mathbf{d} = \mathbf{M} : \mathbf{B} : \bar{\mathbf{s}} + \mathbf{M} : \mathbf{b} + \mathbf{d}^0. \quad (\text{A-32})$$

El esquema auto-consistente implica forzar la condición de que el promedio ponderado de la velocidad de deformación debe coincidir con el valor macroscópico:

$$\bar{\mathbf{d}} = \langle \mathbf{d} \rangle, \quad (\text{A-33})$$

donde " $\langle \ \rangle$ " denota promedio sobre todos los granos, ponderado por su fracción de volumen. Con esta condición, y mediante la ley constitutiva macroscópica (A-12) y la ecuación (A-32), llegamos a:

$$\bar{\mathbf{M}} : \bar{\mathbf{s}} + \bar{\mathbf{d}}^0 = \langle \mathbf{M} : \mathbf{B} \rangle : \bar{\mathbf{s}} + \langle \mathbf{M} : \mathbf{B} + \mathbf{d}^0 \rangle. \quad (\text{A-34})$$

A partir de esta relación obtenemos las siguientes *ecuaciones auto-consistentes* para la cedencia y el término independiente del HEM:

$$\bar{\mathbf{M}} = \langle \mathbf{M} : \mathbf{B} \rangle, \quad (\text{A-35a})$$

$$\bar{\mathbf{d}}^0 = \langle \mathbf{M} : \mathbf{b} + \mathbf{d}^0 \rangle. \quad (\text{A-35b})$$

Esta derivación se alcanzó a partir de la condición de equiparar la velocidad de deformación macroscópica con el promedio de las velocidades de deformación locales (A-33). Si todos los granos del agregado tienen la misma morfología (relación de aspecto del elipsoide e inclinación), puede demostrarse que se llega a las mismas ecuaciones (A-35) igualando el promedio ponderado de las tensiones locales con la tensión del HEM. No obstante, si los granos elipsoidales tienen formas distintas entre sí, sus tensores de Eshelby también serán diferentes y los tensores de interacción correspondientes no podrán ser derivados de los promedios. Para ese caso más general, se utilizan las siguientes ecuaciones auto-consistentes:

$$\bar{\mathbf{M}} = \langle \mathbf{M} : \mathbf{B} \rangle : \langle \mathbf{B} \rangle^{-1}, \quad (\text{A-36a})$$

$$\bar{\mathbf{d}}^0 = \langle \mathbf{M} : \mathbf{b} + \mathbf{d}^0 \rangle - \langle \mathbf{M} : \mathbf{B} \rangle : \langle \mathbf{B} \rangle^{-1} : \langle \mathbf{b} \rangle. \quad (\text{A-36b})$$

Las ecuaciones (A-35) son casos particulares de las últimas. Ambos conjuntos constituyen ecuaciones de punto fijo que, al ser resueltas iterativamente partiendo de una estimación inicial, proveen aproximaciones sucesivas de los módulos macroscópicos $\bar{\mathbf{M}}$ y $\bar{\mathbf{d}}^0$. Desde una perspectiva numérica, las ecuaciones (A-36) son más robustas y mejoran la estabilidad y velocidad del procedimiento de convergencia, incluso para el caso de elipsoides uniformes.

A.5. Esquemas de linealización

Como se comentó anteriormente [cf. ecuación (A-10)], existen diversas opciones para linealizar el comportamiento viscoplástico al interior del grano, y el resultado de la homogeneización auto-consistente depende de la opción elegida. A continuación se presentan varios esquemas de linealización de *primer orden*, es decir, basados en asumir una tensión constante (promedio) en el dominio de cada grano.

La aproximación *secante* (Hutchinson, 1976) consiste en considerar los siguientes módulos linealizados:

$$\mathbf{M}_{\text{sec}} = \dot{\gamma}_0 \sum_s \frac{\mathbf{m}^s \otimes \mathbf{m}^s}{\tau_c^s} \left(\frac{\mathbf{m}^s : \mathbf{s}}{\tau_c^s} \right)^{\frac{1}{m}-1}, \quad (\text{A-37})$$

$$\mathbf{d}_{\text{sec}}^0 = 0, \quad (\text{A-38})$$

donde el tensor de Schmid y la tensión crítica de cada sistema toman valores uniformes en el volumen de cada grano, y corresponden a una orientación y estado de endurecimiento asociados al grano.

En la aproximación *afín* (Masson et al., 2000) los módulos están definidos de esta manera:

$$\mathbf{M}_{\text{af}} = \frac{1}{m} \dot{\gamma}_0 \sum_s \frac{\mathbf{m}^s \otimes \mathbf{m}^s}{\tau_c^s} \left(\frac{\mathbf{m}^s : \mathbf{s}}{\tau_c^s} \right)^{\frac{1}{m}-1}, \quad (\text{A-39})$$

$$\mathbf{d}_{af}^0 = \left(1 - \frac{1}{m}\right) \dot{\gamma}_0 \sum_s \left(\frac{\mathbf{m}^s : \mathbf{s}}{\tau_c^s}\right)^{\frac{1}{m}} \cdot \text{sgn}(\mathbf{m}^s : \mathbf{s}). \quad (\text{A-40})$$

Para el caso de la linealización *tangente* (Molinari et al., 1987; Lebensohn y Tomé, 1993), en rigor los módulos locales son equivalentes a los de la aproximación afín: $\mathbf{M}_{tg} = \mathbf{M}_{af}$ y $\mathbf{d}_{tg}^0 = \mathbf{d}_{af}^0$. No obstante, con el fin de evitar el ajuste iterativo del término independiente macroscópico, se puede aprovechar la relación tangente-secante de la cedencia del medio efectivo: $\bar{\mathbf{M}}_{tg} = \frac{1}{m} \bar{\mathbf{M}}_{sec}$ (Hutchinson, 1976) para estimar la interacción a partir del $\bar{\mathbf{M}}_{sec}$. Así, el tensor de interacción (A-28) queda expresado de la siguiente manera:

$$\tilde{\mathbf{M}} = (\mathbf{I} - \mathbf{S}_{Esh})^{-1} : \mathbf{S}_{Esh} : \bar{\mathbf{M}}_{tg} = \frac{1}{m} (\mathbf{I} - \mathbf{S}_{Esh})^{-1} : \mathbf{S}_{Esh} : \bar{\mathbf{M}}_{sec}. \quad (\text{A-41})$$

Dado que el tensor de interacción resulta proporcional al módulo de cedencia macroscópico, al observar la ecuación de interacción (A-27) puede inferirse que, cuanto menor sea dicho módulo, menor será la desviación local de la velocidad de deformación respecto de la del HEM. Por lo tanto, para el comportamiento límite insensible a la velocidad ($m \rightarrow 0$), la aproximación tangente tiende a un estado de tensión uniforme (esquema de Sachs o de *límite inferior*). Por otro lado, la linealización secante implica una interacción rígida entre el medio y los granos, y en el límite de insensibilidad tiende a un estado de velocidad de deformación uniforme (modelo de Taylor o de *límite superior*). Por su parte, la interacción afín se mantiene en una zona media entre las fronteras cuando $m \rightarrow 0$.

A.6. Algoritmo de resolución

Resumimos aquí brevemente los pasos que sigue el código VPSC para la implementación numérica del modelo. En primer lugar, se requiere una estimación inicial de la tensión en cada grano, lo que se logra resolviendo la ley viscoplástica local (A-9) asumiendo la condición de Taylor FC, esto es, $\mathbf{d} = \bar{\mathbf{d}}$ para todos los granos:

$$\bar{\mathbf{d}} = \dot{\gamma}_0 \sum_s \mathbf{m}^s \left(\frac{|\mathbf{m}^s : \mathbf{s}|}{\tau_c^s}\right)^{1/m} \cdot \text{sgn}(\mathbf{m}^s : \mathbf{s}). \quad (\text{A-42})$$

Esta ecuación no lineal se resuelve para las cinco componentes del tensor desviador de la tensión local, consiguiendo así su estimación inicial. Luego, según el esquema de linealización elegido, se calculan los valores iniciales de los módulos \mathbf{M} y \mathbf{d}^0 para cada grano [ecuaciones (A-37) a (A-41)]. A continuación, se obtienen las aproximaciones iniciales de los módulos macroscópicos ($\bar{\mathbf{M}}$ y $\bar{\mathbf{d}}^0$), usualmente como promedio de los módulos locales. Con éstos y con la velocidad de deformación macroscópica es posible resolver la ecuación linealizada (A-12) para llegar a una primera aproximación de la tensión macro. Además, mediante el tensor inverso del módulo macro ($\bar{\mathbf{L}}$) y la forma del elipsoide se calculan los tensores de Eshelby para cada grano [(A-22) y (A-23)], a partir de los cuales es posible determinar los tensores de interacción [$\tilde{\mathbf{M}}$, ec. (A-28)] y de localización [\mathbf{B} y \mathbf{b} , ec. (A-29) y (A-30)]. Con estas

aproximaciones iniciales de dichos tensores se pueden obtener nuevas estimaciones de los módulos macroscópicos resolviendo iterativamente las ecuaciones auto-consistentes (A-35) para una morfología única, o (A-36) para una distribución de formas de grano.

Al alcanzar la convergencia de los módulos macroscópicos, también se logra actualizar los valores de la tensión macro y de los tensores de interacción y localización, lo que permite obtener una nueva estimación de la tensión local en cada grano combinando la ley constitutiva local y la ecuación de interacción (A-22) de esta manera:

$$\dot{\gamma}_0 \sum_s \mathbf{m}^s \left(\frac{|\mathbf{m}^s : \mathbf{s}|}{\tau_c^s} \right)^{1/m} \cdot \text{sgn}(\mathbf{m}^s : \mathbf{s}) - \bar{\mathbf{d}} = -\tilde{\mathbf{M}}(\mathbf{s} - \bar{\mathbf{s}}), \quad (\text{A-43})$$

donde las componentes de \mathbf{s} se determinan resolviendo numéricamente este sistema no lineal para cada grano. Si la diferencia entre las tensiones locales así recalculadas y sus valores anteriores resulta mayor a una tolerancia predefinida, se comienza una nueva iteración partiendo de los últimos valores de la tensión local.

Cuando se consigue la convergencia del esquema iterativo de punto fijo, se calculan para cada grano las velocidades de corte promedio de cada sistema de deslizamiento (o maclado):

$$\dot{\gamma}^s = \dot{\gamma}_0 \left(\frac{|\mathbf{m}^s : \mathbf{s}|}{\tau_c^s} \right)^{1/m} \cdot \text{sgn}(\mathbf{m}^s : \mathbf{s}), \quad (\text{A-44})$$

y con ellas se puede determinar la velocidad de rotación plástica (y así actualizar la orientación y la forma elipsoidal, sección A.7) y actualizar las tensiones críticas de cada sistema de acuerdo a la ley de endurecimiento que se adopte (sección A.8). De esta manera, el algoritmo numérico descrito permite tanto conocer la respuesta mecánica anisótropa de un policristal como predecir su evolución de textura, aplicando pasos de deformación incrementales. Esto se hace suponiendo una velocidad de deformación constante durante un intervalo de tiempo Δt , de forma tal que $\bar{\mathbf{d}}\Delta t$ corresponde a un incremento de deformación macroscópico pequeño.

A.7. Actualización de textura y la morfología

La ecuación (A-25) permite calcular la velocidad de rotación de la inclusión elipsoidal (\mathbf{w}) mediante el tensor de Eshelby antisimétrico y el campo de auto-deformación, a partir de la desviación con la velocidad de rotación macroscópica aplicada sobre el HEM ($\bar{\mathbf{w}}$):

$$\mathbf{w} = \bar{\mathbf{w}} + \tilde{\mathbf{w}}. \quad (\text{A-45})$$

Para conocer la evolución de textura debemos disponer de la *velocidad de rotación de la red cristalina* de cada grano, que depende de la rotación de la inclusión pero también de la velocidad de rotación plástica debida al deslizamiento (\mathbf{w}_p):

$$\mathbf{w}_{\text{red}} = \mathbf{w} - \mathbf{w}_p = \bar{\mathbf{w}} + \tilde{\mathbf{w}} - \mathbf{w}_p, \quad (\text{A-46})$$

la cual, recordemos, se calcula mediante el tensor de Schmid antisimétrico [cf. ecuación (A-7)], ahora promediado sobre el volumen del grano:

$$\mathbf{w}_p = \sum_s \mathbf{q}^s \dot{\gamma}^s. \quad (\text{A-47})$$

Entonces, podemos concluir que la rotación de la red cristalina (es decir, la evolución de la textura) está dada por tres componentes: la primera debida a la rotación macroscópica de la muestra (rotación de cuerpo rígido, $\bar{\mathbf{w}}$); la segunda componente debida a la morfología elipsoidal y su interacción con el HEM ($\tilde{\mathbf{w}}$); y la tercera dada por los mecanismos de deslizamiento y maclado (rotación plástica, \mathbf{w}_p). La segunda componente se interpreta como la acomodación que debe sufrir cada inclusión elipsoidal para caber en la cavidad del medio en deformación; si la morfología considerada es equiaxial, este término es nulo (Wenk y Tomé, 1999).

Ahora bien, para actualizar la orientación de cada grano en cada paso incremental de la deformación impuesta, se debe calcular incrementalmente la matriz de orientación cristalina del grano. Por cinemática se puede derivar la siguiente expresión para la tasa de cambio de la matriz de orientación:

$$\dot{\mathbf{R}} = \mathbf{w}_{\text{red}}^{\text{R}} : \mathbf{R}, \quad (\text{A-48})$$

donde $\mathbf{w}_{\text{red}}^{\text{R}}$ es la velocidad de rotación de la red cristalina (A-46) aplicando la transformación de coordenadas entre el sistema cristal y el sistema muestra:

$$\mathbf{w}_{\text{red}}^{\text{R}} = \bar{\mathbf{w}} + \tilde{\mathbf{w}} - \mathbf{w}_p^{\text{R}} = \bar{\mathbf{w}} + \tilde{\mathbf{w}} - \mathbf{R} : \mathbf{w}_p : \mathbf{R}^{\text{T}}. \quad (\text{A-49})$$

La ecuación diferencial (A-48) se resuelve incrementalmente aplicando la fórmula de Rodrigues:

$$\mathbf{R}_{(t+\Delta t)} = \mathbf{R}_{(t)} \exp(\mathbf{w}_{\text{red}}^{\text{R}} \Delta t). \quad (\text{A-50})$$

Por otra parte, la forma del grano se actualiza mediante el tensor gradiente de deformación (\mathbf{F}). Para ello, se utiliza la relación entre dicho tensor y el tensor velocidad de deformación:

$$\dot{\mathbf{F}} = \mathbf{v} : \mathbf{F}, \quad (\text{A-51})$$

y el gradiente de deformación del grano puede actualizarse incrementalmente de esta manera:

$$\mathbf{F}_{(t+\Delta t)} = \mathbf{F}_{(t)} + \dot{\mathbf{F}} \Delta t = (\mathbf{I} + \mathbf{v} \Delta t) \mathbf{F}_{(t)}. \quad (\text{A-52})$$

En términos tensoriales, la evolución de una esfera inicial a un elipsoide mediante el gradiente \mathbf{F} puede describirse con una matriz \mathbf{V} definida como:

$$\mathbf{V}^2 = \mathbf{F} \cdot \mathbf{F}^T. \quad (\text{A-53})$$

Los autovectores de \mathbf{V}^2 determinan la dirección de los ejes del elipsoide (inclinación del grano), mientras que las raíces cuadradas de sus autovalores definen su longitud (relación de aspecto). En este caso, para obtener la evolución incrementalmente, la ec. (A-53) se resuelve con el valor del gradiente actualizado en cada paso de deformación (A-52).

A.8. Ley de endurecimiento de Voce extendida

Dado que la resolución numérica del modelo se realiza aplicando pasos de deformación discretos, la tensión de corte crítica (CRSS) o de referencia en la ley viscoplástica (A-8) puede hacerse evolucionar con la deformación, de manera análoga a lo que ocurre con cualquier material que experimenta endurecimiento por trabajo mecánico. Para ello existen diversas leyes de endurecimiento propuestas, algunas empíricas y otras basadas en la densidad de dislocaciones. En particular, la ley empírica de Voce extendida (Tomé et al., 1984) –que es la adoptada en la presente Tesis– plantea una evolución de la CRSS con la deformación acumulada en cada grano de la siguiente forma:

$$\hat{\tau}^s = \tau_0^s + (\tau_1^s + \theta_1^s \Gamma) \left[1 - \exp\left(-\Gamma \left| \frac{\theta_0^s}{\tau_1^s} \right| \right) \right], \quad (\text{A-54})$$

donde τ_0 , θ_0 , θ_1 y $(\tau_0 + \tau_1)$ son la CRSS inicial, la tasa de endurecimiento inicial, la tasa de endurecimiento asintótica y la CRSS extrapolada hacia atrás, respectivamente, del sistema de deslizamiento (o maclado) s ; y Γ es la deformación de corte acumulada en cada grano:

$$\Gamma = \sum_s \Delta\gamma^s. \quad (\text{A-55})$$

La implementación de esta ley en el modelo VPSC permite considerar no sólo el *autoendurecimiento* dado por la influencia mutua de las dislocaciones que se van acumulando en un único sistema (s), sino también el endurecimiento *latente* debido a la interacción entre sistemas (es decir, los obstáculos que las dislocaciones asociadas a un sistema s' inducen sobre aquellas pertenecientes al sistema s). Para ello se define una matriz de coeficientes de interacción empíricos $h^{ss'}$, y el incremento de la CRSS debido a una actividad $\Delta\gamma^{s'}$ del sistema en el grano se calcula:

$$\Delta\tau_c^s = \frac{d\hat{\tau}^s}{d\Gamma} \sum_{s'} h^{ss'} \Delta\gamma^{s'}, \quad (\text{A-56})$$

con $\Delta\gamma^s = \dot{\gamma}^s \Delta t$ (si el paso temporal incremental es lo suficientemente pequeño) y $\frac{d\hat{\tau}^s}{d\Gamma}$ calculada como la derivada de la expresión (A-54) respecto de Γ .³

³ Para lograr que el resultado se independice del tamaño del paso, existe una implementación analítica de esta ley en el modelo VPSC que puede consultarse en el manual del código (Tomé y Lebensohn, 2012).

A.9. Esquema de maclado mecánico tipo PTR

Teniendo en mente la poca intervención del mecanismo de maclado en la estrategia de modelado adoptada en la Tesis, a continuación resumimos sólo brevemente el esquema numérico incluido en el código VPSC7 para tratar con dicho mecanismo, llamado *reorientación de maclado predominante* (PTR; Tomé et al., 1991). Existen otros modelos micro de maclado (por ejemplo, el esquema de transferencia de volumen, VFT; Lebensohn y Tomé, 1993), algunos más sofisticados con el fin de mejorar la predicción del comportamiento de aleaciones HCP con múltiples modos de macla ante cambios de camino de deformación (Proust et al., 2007).

En primer lugar recordemos que el maclado es tratado como un mecanismo de pseudo-deslizamiento, en el sentido de que se activa al superarse una tensión de corte resuelta crítica sobre el plano y dirección del modo de macla considerado. Difiere con el deslizamiento por su carácter polar, ya que se activa solamente si la tensión resuelta es positiva (paralela al vector de Burgers de la macla). Por otra parte, la obstaculización al deslizamiento de dislocaciones (y a la generación de nuevas maclas) que implican las regiones macladas es modelada empíricamente mediante los coeficientes de endurecimiento latente descriptos previamente.

En lo que respecta al efecto del maclado sobre la textura cristalográfica, el esquema PTR consiste en un enfoque estadístico que simplifica notablemente el tratamiento numérico que implicaría considerar a cada volumen maclado como una nueva orientación. Para cada grano g se lleva un registro de la deformación de corte $\gamma^{t,g}$ aportada por cada sistema de maclado t , y de la fracción de volumen asociada:

$$f^{t,g} = \frac{\gamma^{t,g}}{\Gamma^t}, \quad (\text{A-57})$$

donde Γ^t es el corte característico del sistema de maclado t . La suma de fracciones de volumen de todos los sistemas asociados a un modo de macla determinado (m), y sobre todos los granos del agregado, representa una *fracción de maclado acumulada* para cada modo de maclado particular:

$$f_{ac}^m = \sum_g \sum_t f^{t,g} = \sum_g \sum_t \frac{\gamma^{t,g}}{\Gamma^t}. \quad (\text{A-58})$$

El enfoque estadístico que propone el modelo PTR es el siguiente: en cada paso incremental algunos granos se reorientan completamente por efecto del maclado, si se satisfacen algunas condiciones. Se define una *fracción de maclado efectiva* para cada modo (f_{ef}^m) como el volumen asociado a los granos totalmente reorientados de dicho modo. Y también se define una *fracción de volumen umbral* como:

$$f_{umb}^m = A_{umb}^1 + A_{umb}^1 \frac{f_{ef}^m}{f_{ac}^m}. \quad (\text{A-59})$$

Luego de cada paso de deformación incremental, se toma un grano al azar y se identifica el sistema de maclado con la mayor fracción de volumen acumulada. Si ésta es mayor que el valor umbral (f_{umb}^m), el grano es reorientado y las fracciones f_{ef}^m y f_{ac}^m son actualizadas. El proceso se repite hasta que todos los granos son aleatoriamente verificados, o bien hasta que el volumen de macla efectivo supera al acumulado ($f_{ef}^m/f_{ac}^m > 1$). En esta última situación, la reorientación por maclado se detiene y se procede al siguiente paso de deformación.

Vale mencionar dos aspectos que se consiguen mediante este procedimiento. Por un lado, sólo el sistema de maclado históricamente más activo en cada grano es el que se considera capaz de reorientarlo. En segundo lugar, la fracción de volumen de maclas es consistente con la actividad de corte con la que el maclado contribuye a la deformación. El esquema dado por la ecuación (A-59) previene la reorientación por maclado hasta que un valor umbral dado por el parámetro A_{umb}^1 es acumulado en un sistema (típicamente 10–25% del volumen del grano); y luego aumenta el umbral rápidamente a un valor cercano a $A_{umb}^1 + A_{umb}^2$ (típicamente 50–60% del volumen del grano).

A.10. Referencias

- Eshelby, John D. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, 241(1226), 376-396. doi:10.1098/rspa.1957.0133
- Hutchinson, J. W. (1976). Bounds and self-consistent estimates for creep of polycrystalline materials. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 348(1652), 101-127. doi:10.1098/rspa.1976.0027
- Lebensohn, R. A., Castañeda, P. Ponte, Brenner, R., y Castelnau, O. (2011). Full-Field vs. Homogenization Methods to Predict Microstructure–Property Relations for Polycrystalline Materials. En *Computational Methods for Microstructure-Property Relationships* (pp. 393-441). Boston, MA: Springer US. doi:10.1007/978-1-4419-0643-4_11
- Masson, R., Bornert, M., Suquet, P., y Zaoui, A. (2000). An affine formulation for the prediction of the effective properties of nonlinear composites and polycrystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 48(6-7), 1203-1227. doi:10.1016/S0022-5096(99)00071-X
- Molinari, A., Canova, G. R., y Ahzi, S. (1987). A self consistent approach of the large deformation polycrystal viscoplasticity. *Acta Metallurgica*, 35(12), 2983-2994. doi:10.1016/0001-6160(87)90297-5
- Mura, Toshio. (1987). *Micromechanics of defects in solids* (Vol. 3). Dordrecht: Springer Netherlands. doi:10.1007/978-94-009-3489-4
- Proust, G., Tomé, C. N., y Kaschner, G. C. (2007). Modeling texture, twinning and hardening evolution during deformation of hexagonal materials. *Acta Materialia*, 55(6), 2137-2148. doi:10.1016/j.actamat.2006.11.017
- Tomé, C. N., Canova, G. R., Kocks, U. F., Christodoulou, N., y Jonas, John J. (1984). The relation between macroscopic and microscopic strain hardening in F.C.C. polycrystals. *Acta Metallurgica*, 32(10), 1637-1653. doi:10.1016/0001-6160(84)90222-0
- Tomé, Carlos N., y Lebensohn, Ricardo A. (2012). *Manual for Code VISCO-PLASTIC SELF-CONSISTENT (VPSC) Version 7d*. Los Alamos.

- Tomé, Carlos N., Lebensohn, Ricardo A., y Kocks, U. F. (1991). A model for texture development dominated by deformation twinning: Application to zirconium alloys. *Acta Metallurgica et Materialia*, 39(11), 2667-2680. doi:[https://doi.org/10.1016/0956-7151\(91\)90083-D](https://doi.org/10.1016/0956-7151(91)90083-D)
- Wenk, H. R., y Tomé, Carlos N. (1999). Modeling dynamic recrystallization of olivine aggregates deformed in simple shear. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 104(B11), 25513-25527. doi:[10.1029/1999jb900261](https://doi.org/10.1029/1999jb900261)