

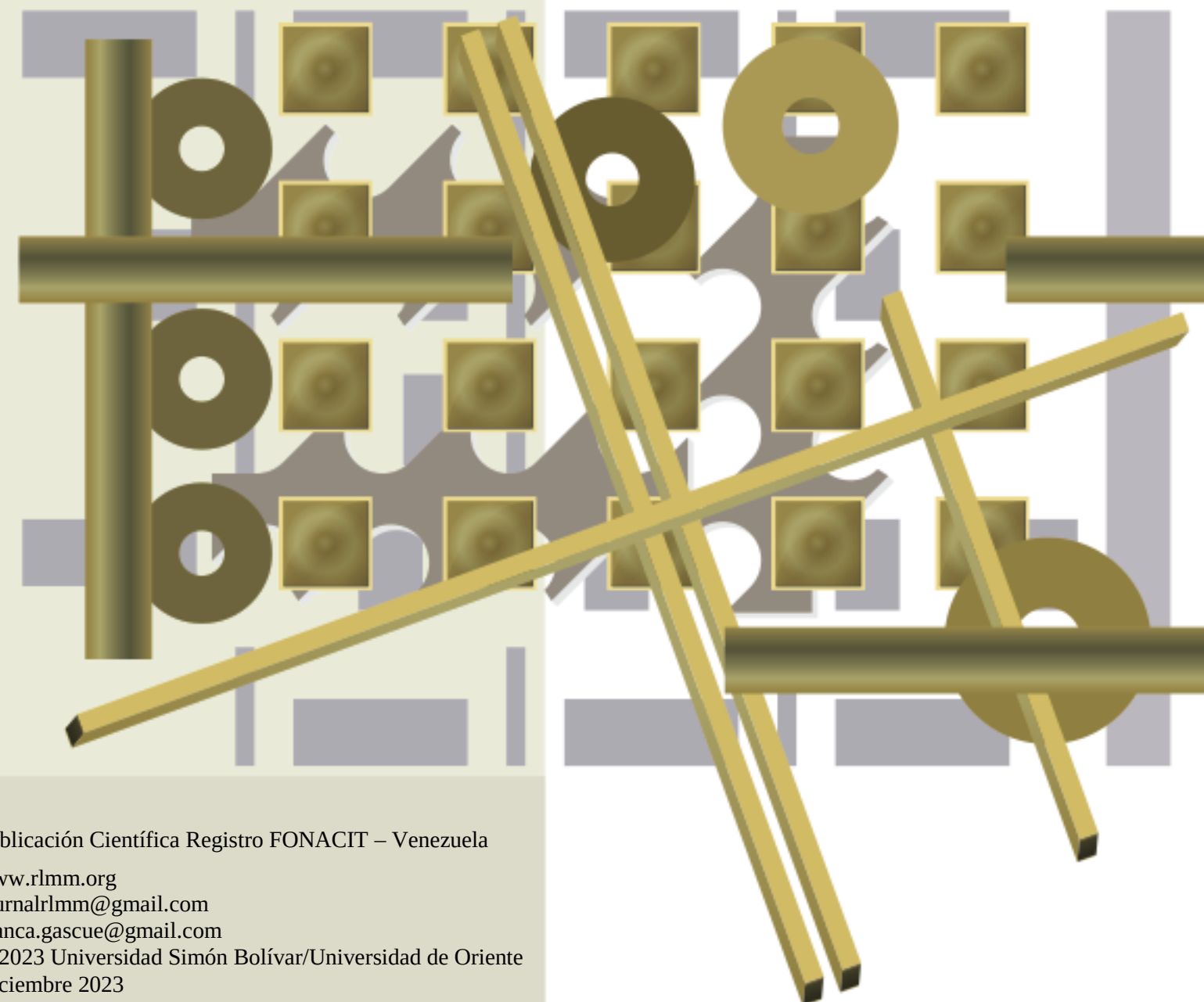


Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales

Rev. LatinAm. Metal. Mater

Universidad Simón Bolívar
Caracas, Venezuela

Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales - Vol. 43 No. 1 (p. 1-56)



Dirección (address): Dpto. de Ciencia de los Materiales. Universidad Simón Bolívar (USB). Edif. MEM, 2do Piso, Of. 207C. Sartenejas, Baruta - Miranda, Aptdo 89000. Caracas 1080-A. Venezuela.
Teléfonos (Phone numbers): Directo: 0058-212-9063387 y 3389, ext. 104; 0058-212-9063930 / 3931 Fax: 0058-212-9063388

Publicación Científica Registro FONACIT – Venezuela

www.rlmm.org

journalrlmm@gmail.com

blanca.gascue@gmail.com

© 2023 Universidad Simón Bolívar/Universidad de Oriente

Diciembre 2023

COMITÉ EDITORIAL | EDITORIAL BOARD

Editores Jefe | Chief Editors

Dra. Blanca Rojas de Gascue
IIBCAUDO
Universidad de Oriente
Cumaná, Estado Sucre, Venezuela

Editores de Área | Area Editors

Caracterización de Materiales (*Materials Characterization*)

PhD. Edwain Jesus Carrasquero Rogriguez
Facultad de Ciencias de la Ingeniería. UNEMI - Ecuador

Cerámicas (*Ceramics*)

Dr. Afonso R. G. de Azevedo
Universidade Federal Fluminense, Niteroi, Brazil.

Metales (*Metals*)

Dr. José Gregorio La Barbera
Université Polytechnique Hauts-de-France, UPHF, LAMIH UMR CNRS 8201, F-59313, Valenciennes, France

Nuevos Materiales y Procesos (*New Materials and Processes*)

Dr. Pedro Delvasto
Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga, Colombia.

Polímeros y Biomateriales (*Polymers and Biomaterials*)

Dra. Rose Mary Michell
Institut für Physik, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 06099 Halle, Alemania.

Editor Invitado Suplemento Especial

Dr. José Eduardo Rengel
Coordinador Comisión de Investigación Núcleo Anzoategui, Universidad de Oriente. Venezuela

Editores de Diagramación | Layout and Proofreading Editors

Dr. Ricardo Pérez
Universidad del País Vasco (UPV/EHU), España
Lcdo. Valentín Brito, Venezuela
TSU. Rafael Gascue, Venezuela

Consejo Directivo / Directive Council

Presidente: *Dr. Julio César Ohep, UCV*
Vice-presidente: *Ing. Carlos E. León-Sucre, UCV*
Secretario: *Prof. José G. La Barbera S., UCV*
Tesorero: *Dr. Alejandro J. Müller, USB*

Colaboradores Especiales / Special Collaborators

Asesoría Técnica: *Dr. Arnaldo T. Lorenzo*
Administración: *Lic. Nubia Cáceres, USB*

Consejo Editorial | Editorial Board

Ballester P., Antonio (España)
Bencomo, Alfonso (Venezuela)
Carda C., Juan B. (España)
Codaro, Eduardo N. (Brasil)
Davim, J. Paulo (Portugal)
Delgado, Miguel (Venezuela)
Escobar G., Jairo A. (Colombia)
Gandini, Alessandro (Portugal)
Genesca L., Juan (México)
González, Felisa (España)

Hilders, Oswaldo (Venezuela)
Lira O., Joaquín (Venezuela)
López C., Francisco (Venezuela)
Manrique, Milton (Venezuela)
Manzano R., Alejandro (México)
Medina P., Jorge A. (Colombia)
Moreno P., Juan C. (Colombia)
Perilla P., Jairo E. (Colombia)
Puchi C., Eli Saúl (Venezuela)
Quintero, Omar (Venezuela)

Ramírez, Arnaldo (Venezuela)
Rincón, Jesús M. (España)
Rodríguez R., Juan M. (Perú)
Sabino, Marcos (Venezuela)
Staia, Mariana H. (Venezuela)
Suarez, Maribel (Venezuela)
Troconis de Rincón, O. (Venezuela)
Vélez, Mariano (USA)

Patrocinadores | Sponsors

FONDO NACIONAL DE CIENCIA, TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN FONACIT - Caracas, Venezuela
UNIVERSIDAD SIMÓN BOLÍVAR (USB) - Caracas, Venezuela
UNIVERSIDAD DE ORIENTE (UDO) - Sucre, Venezuela

La **Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales (RLMM)** es una publicación científica semestral de carácter internacional, registrada y reconocida por el FONDO NACIONAL DE CIENCIA, TECNOLOGÍA E INNOVACIÓN (FONACIT), institución adscrita al MINISTERIO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA (MCT) de Venezuela, el cual la clasifica como publicación Tipo A de acuerdo a la Evaluación de Mérito 2007.

Depósito Legal No. PP198102DF784
ISSN 0255-6952 (Versión impresa) | ISSN 2244-7113 (Versión online)

Diseño de portada: Luis Müller

La **RLMM** se encuentra indexada en las siguientes bases de datos e índices bibliográficos:

Scopus, EBSCO, CSA Engineering Research Database (CSA / ASCE Civil Engineering Abstracts, Earthquake Engineering Abstracts, Mechanical & Transportation Engineering Abstracts); CSA High Technology Research Database with Aerospace (Aerospace & High Technology Database, Computer and Information Systems Abstracts, Electronics and Communications Abstracts, Solid State and Superconductivity Abstracts); CSA Materials Research Database with METADEX (Aluminium Industries Abstracts, Ceramic Abstracts / World Ceramic Abstracts, Copper Data Center Database, Corrosion Abstracts, Engineered Materials Abstracts -Advanced Polymer Abstracts, Composite Industry Abstracts, Engineered Materials Abstracts, Ceramics-, Materials Business File, Metals Abstracts/METADEX); Catálogo LATINDEX: Sistema Regional de Información en Línea para Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal; PERIÓDICA: Índice de Revistas Latinoamericanas en Ciencias; REDIB: Red Iberoamericana de Innovación y Conocimiento Científico; REVENCYT: Índice y Biblioteca Electrónica de Revistas Venezolanas de Ciencia y Tecnología; y SCieLo Venezuela: Scientific Electronic Library Online.

Queda prohibida la reproducción total o parcial de todo material publicado en esta revista, aún citando su procedencia, sin autorización expresa de la RLMM.

CONTENIDO: Volumen 43, No. 1 (2023)

CONTENTS: Volume 43 Nr. 1 (2023)

EDITORIAL

Rev. LatinAm. Metal. Mat. **2023, 43(1)**: 01-02

ARTÍCULOS REGULARES

POLVOS CERÁMICOS DE LICO₂O₃ DOPADOS CON EUROPIO

(*LiCoO₂ CERAMICS POWDERS DOPED WITH EUROPIUM*)

María del Rosario González García, Antonieta García Murillo, Felipe de Jesús Carrillo Romo,, José Ortíz Landeros,
Hiram Joazet Ojeda Galvan

Rev. LatinAm. Metal. Mat. **2023, 43(1)**: 03-18

FRACTOGRAPHIC AND MECHANICAL PROPERTIES OF ALLOY AA7075 SUBJECTED TO T6, T7 AND RRA
HEAT TREATMENTS.

(*FRACTOGRAFIAS Y PROPIEDADES MECÁNICAS DE LA ALEACIÓN AA7075 SOMETIDA A LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS
T6, T7 Y RRA*)

María del V. Valera, Ney J. Luiggi A.

Rev. LatinAm. Metal. Mat. **2023, 43(1)**: 19-36

MODELADO DE LA DISTORSIÓN DURANTE EL TEMPLE DE PROBETAS C-RING DE ACERO AISI-SAE 4340.

(*MODELING OF DISTORTION DURING QUENCHING OF C-RING SPECIMENS OF AISI-SAE 4340 STEEL*)

Israel Medina Juárez, Ricardo Daniel López García, María Magdalena Reyes Gallegos, Carlos Puga Patlán Marco
Antonio González Melo

Rev. LatinAm. Metal. Mat. **2023, 43(1)**: 37-46

INSTRUCCIONES PARA EL AUTOR

Rev. LatinAm. Metal. Mat. **2023, 43(1)**: 47-53

INFORMACIÓN DE LA REVISTA

Rev. LatinAm. Metal. Mat. **2023, 43(1)**: 54-56

EDITORIAL

Nos complace presentar el **número 1** del **año 2023** del **volumen 43** de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales (RLMM). En este número se publican varios artículos que evidencian las colaboraciones internacionales entre autores iberoamericanos que laboran en diferentes países.

La colección COMPLETA de la RLMM se encuentra digitalizada y a disposición de todos de manera gratuita (open access) en nuestra página web:

www.rlmm.org

El prestigio y la labor de la RLMM depende de la labor de sus excelentes Editores de Área, ubicados en diferentes latitudes (Brasil, Colombia, Francia, España, Ecuador, Venezuela y Alemania), quienes se esfuerzan para mantener la calidad que la ha caracterizado, a pesar de la difícil situación de estos últimos años producida por la pandemia 2020-2022. La RLMM comprende las siguientes áreas, cuyos editores de área conforman el **Equipo Editorial** de la Revista:

Cerámicas:

Editor del área: *Dr. Afonso Rangel Garcez de Azevedo*, Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro, Campos dos Goytacazes, Brasil.

Metales:

Editor del área: *Dr. José Gregorio La Barbera-Sosa*, University of Valenciennes LAMIH UMR 8201 CNRS, Campus Mont Houy, 59313, Valenciennes, Francia.

Metalurgia y Nanomateriales:

Editor del área: *Dr. Pedro Delvasto*, Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga, Colombia.

Caracterización de Materiales:

Editores del área: *Dr. Edwin Jesus Carrasquero Rogriguez*, Facultad de Ciencias de la Ingeniería. UNEMI - Ecuador.
Dr. Emilio Rayon Encinas, Instituto de Tecnología de Materiales Universitat Politècnica de Valencia, España.

Polímeros y Biomateriales:

Editores del área: *Dra. Rose Mary Michell*, Institut für Physik, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, 06099 Halle, Alemania.

La labor altruista desarrollada por el Comité Editorial, cuidando que los trabajos publicados sean rigurosamente arbitrados y bien editados, convierte a la RLMM en una de las pocas y más antiguas revistas científicas especializadas en Metalurgia y Materiales en Iberoamérica.

Agradecemos especialmente a los autores y evaluadores que participaron en la presente edición y ampliamos nuestra invitación a los pares y lectores, para que sigan participando y colaborando con nuestra revista.

Esperando seguir contando con su apoyo, extendemos nuestros mejores deseos de que la RLMM progrese y perdure por muchos años más.

Atentamente,

Profa. Blanca Rojas de Gascue

Editora Jefe de la RLMM

LiCoO₂ CERAMICS POWDERS DOPED WITH EUROPIUM

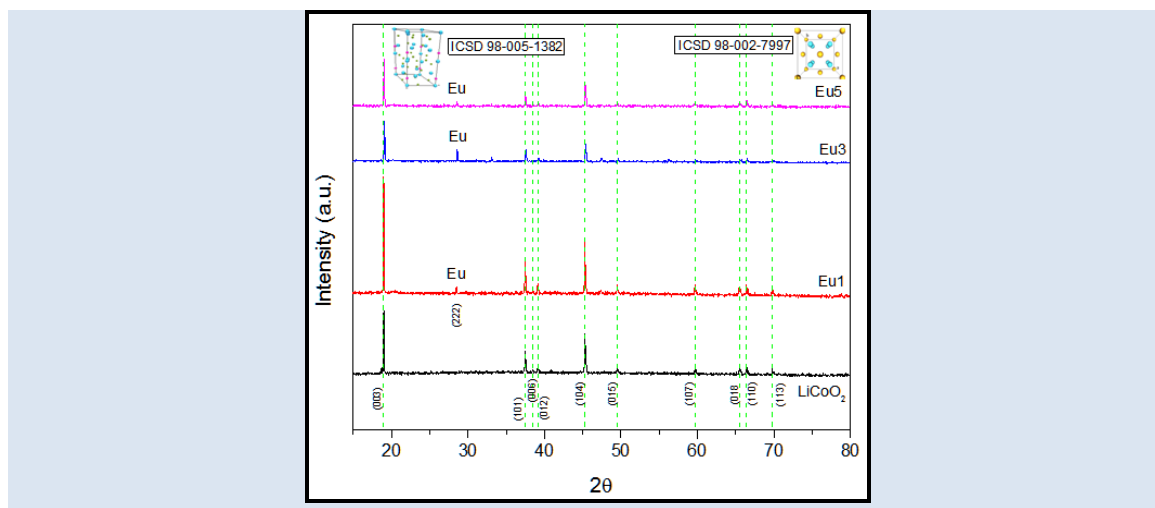
María del Rosario González¹, Antonieta García^{1*}, Felipe de Jesús Carrillo¹, José Ortiz Landeros², Hiram Joazet Ojeda Galvan³

1: Instituto Politécnico Nacional (IPN), Centro de Investigación e Innovación Científica (CIITEC), Cerrada de Cecati s/n, Azcapotzalco, Santa Catarina, CdMx, CP 02250, México

2: Instituto Politécnico Nacional-ESIQIE, Av. Instituto Politécnico Nacional s/n. CDMX CP 07738, México

3: Coordinación para la Innovación y la Aplicación de la Ciencia y la Tecnología (CIACYT), Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Álvaro Obregón 64, San Luis Potosí, S.L.P. 78000, México

* e-mail: *angarciam@ipn.mx



ABSTRACT

Lithium cobaltate (LiCoO₂) is one of the materials used to make cathodes for lithium-ion batteries. However, it is subject to various limitations, such as structural and thermal instability, low electrochemical capacity, irreversibility, and insecurity. Newer materials are designed and produced with rare earths at a low concentration, to promote the better electrochemical performance of lithium-ion batteries. The europium ion (Eu³⁺) has advantageous properties, such as an ionic radius that is larger than the radii of lithium and cobalt, and thermomechanical and structural stability. In this paper, is reported on the production of crystalline lithium cobaltate (LiCoO₂) powders doped with Eu³⁺ at different concentrations (0.01, 0.03, and 0.05 mol %). There are various methods for producing these powders, such as the solid-state, hydrothermal, and sol gel methods, among others. However, the sol-gel method makes it possible to obtain crystalline materials at low residence temperatures, to control variables during synthesis, and to produce materials of high purity at nanometric sizes. The materials obtained were analyzed by various characterization techniques such as, IR spectroscopy (FTIR), x-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectroscopy (EDS) and transmission electron microscopy (TEM) to determine the morphological and compositional properties after doping with Eu³⁺. Structural analysis and Rietveld refinement showed a hexagonal structure at 800 °C, with planes attributable to the R-3m space group. By means of FTIR, bands characteristic of LiCoO₂ and the band corresponding to Eu³⁺ were observed. When the Eu³⁺ ion was added at different concentrations, the morphology of the particles was uniform and quasispherical. The elements were identified by EDS as cobalt and europium. Through TEM, the interplanar distance of the main plane of LiCoO₂ doped with Eu³⁺ were obtained, that is, (003) and an increase in the plane took place when the Eu³⁺ was incorporated ion into the crystalline structure.

Keywords: sol-gel, lanthanide, europium, nanoparticles, lithium-cobalt, powders.

POLVOS CERÁMICOS DE LiCoO_2 DOPADOS CON EUROPIO**RESUMEN**

El cobaltato de litio (LiCoO_2) es uno de los materiales utilizados en las baterías de ion-litio como cátodo. Sin embargo, ha presentado diversas limitaciones como: inestabilidad estructural y térmica, baja capacidad electroquímica, irreversibilidad e inseguridad. La producción de nuevos materiales está diseñando con tierras raras en bajas concentraciones, para promover un mejor rendimiento electroquímico de las baterías de ion-litio. Debido a las propiedades del ion europio (Eu^{3+}) como el radio iónico que es más grande comparado con el del litio y cobalto, estabilidad termomecánica y estructural. En este artículo, se reporta la producción de polvos cristalinos de cobaltato de litio (LiCoO_2) dopados con Eu^{3+} a diferentes concentraciones (0.01, 0.03 y 0.05 % mol). Para la producción de los polvos de LiCoO_2 dopados con Eu^{3+} existen diversos métodos como: estado sólido, hidrotermal, sol gel, entre otros. Sin embargo, el método sol-gel permite la obtención de materiales cristalinos a bajas temperaturas de residencia, un control de las variables durante la síntesis, materiales altamente puros y de tamaños nanométricos. Los materiales obtenidos fueron analizados por diversas técnicas de caracterización como: espectroscopia Infrarroja (IR), difracción de rayos x (DRX), microscopia electrónica de barrido (MEB), espectroscopia dispersiva de energía (EDS) y microscopia electrónica de transmisión (MET) para analizar las propiedades morfológicas y composicionales después de dopar con Eu^{3+} . El análisis estructural y el refinamiento Rietveld mostraron una estructura hexagonal a 800 °C con planos atribuidos al grupo espacial R-3m. Por medio de FT-IR, se observaron bandas características del LiCoO_2 y la banda correspondiente al Eu^{3+} . La morfología de las partículas fueron uniformes y quasiesféricas cuando se agregó el ion Eu^{3+} a diferentes concentraciones. Finalmente, los elementos fueron identificados por EDS como cobalto y europio. Por MET se obtuvieron las distancias interplanares de los planos principales de LiCoO_2 dopado con Eu^{3+} , es decir, (003) y un aumento del plano al incorporar el ion Eu^{3+} en la estructura cristalina.

Palabras Claves: sol-gel, lantánidos, europio, nanopartículas, litio-cobalto, polvos.

1. INTRODUCTION

Lithium cobaltate (LiCoO_2) is a layered material with a rhombohedral structure with a space group $R\bar{3}m$. It has two structural phases, a high-temperature (HT-LiCoO_2) and a low-temperature (LT-LiCoO_2) phase and is commonly used in the production of cathodes for lithium-ion batteries. According to Tan et al. [1] LiCoO_2 is reversible, that is, it can generate the deintercalation and intercalation of lithium ions during charging and discharging respectively, with an operating voltage of 4.2 V and a capacity theoretical 274 mAhg^{-1} . In lithium-ion battery cathodes, it has various applications, as in electric vehicles or portable devices; however, it has an experimental capacity well below the theoretical capacity, as Zeng et al. y Wright et al. [2], [3] point out, and become irreversible, promoting structural and thermal changes that limit its use in high-energy systems. Given the limitations presented by current materials, new technologies are being developed to obtain cathode materials doped with transition metals; for instance, Sivaraj et al. [4] proposed the substitution of trivalent rare-earth ions to improve electrochemical performance, causing a defect in the network by partial replacement. Furthermore, these strategies are aimed at improving structural stability, electronic conductivity, and discharge capacity. Rare-earth elements comprise 17 elements of the periodic table: scandium and yttrium and a group of elements called lanthanides (La-Lu). According to Zhao et al. [5] these elements have been used in low concentrations as doping agents. Tamura et al. [6], Wu et al. [7], and Yanwen et al. [8] report that lanthanides are of great interest as doping agents because of their thermomechanical stability and their ionic radius, which is greater than those of cobalt ($0.63 \text{ \AA}$) and lithium ($0.60 \text{ \AA}$). Specifically, europium has an ionic radius of $1.12 \text{ \AA}$, which can cause an increase in the lattice parameter, leading to a greater ease of Li transport and, causing a deformation in the crystal lattice, according to Ning et al. [9]. In addition, incorporating the europium ion in the lithium cobaltate structure provides ionic, chemical, and mechanical stability. It is well-known that properties of materials depend on the use of appropriate synthesis method. The choice of the sol-gel method was due to advantages that it offers, such as, chemical purity, low residence times and greater control of experimental variables. Rahim et al. [10] mentions that it prevents unwanted

impurities and makes it possible to obtain fine particles. Also, with the sol-gel method, different precursors can be used, such as alkoxides, nitrates, sulfates, and oxides, among others. However, alkoxides are more expensive than the other precursors. For this reason, nitrates were selected to produce Eu^{3+} -doped LiCoO_2 crystalline materials. The cost of the synthesis in terms of electrical and thermal expense are lower compared to other synthesis methods, such as the solid-state method, where the residence temperatures are $>1000 \text{ }^\circ\text{C}$. In the synthesis by the sol-gel method, the europium nitrate content was used in low quantities, however, the method can produce large quantities of products for application in lithium-ion batteries.

2. EXPERIMENTAL PROCEDURE

Different europium doped LiCoO_2 systems were obtained at different mol % concentrations (0.01, 0.03 and 0.05) with a stoichiometric ratio of [1:1] for the transition metal and the alkali metal. Lithium nitrate (LiNO_3), cobalt nitrate hexahydrate ($\text{Co(NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), europium (III) nitrate hexahydrate ($\text{Eu(NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) and citric acid ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$) (Sigma Aldrich 99 %) were used as precursor sources. Initially, the metal salt was prepared with precursors to form homogeneous colloidal particles under constant agitation. Subsequently, the synthesis temperature was increased to $60 \text{ }^\circ\text{C}$ for 30 min to obtain a homogeneous solution, and the doping agent for each matrix was added after 30 min under constant stirring. Then, chelating agent (citric acid) was added to the precursors at a stoichiometric ratio of [1:2], and the temperature was increased to $80 \text{ }^\circ\text{C}$ to accelerate the reaction and obtain a wet gel. Finally, the wet gel was heated at $130 \text{ }^\circ\text{C}$ for 24 h to remove the remaining agents, followed by a heat treatment at $800 \text{ }^\circ\text{C}$ for 24 h which yielded a crystalline ceramic material as seen in Figure 1.

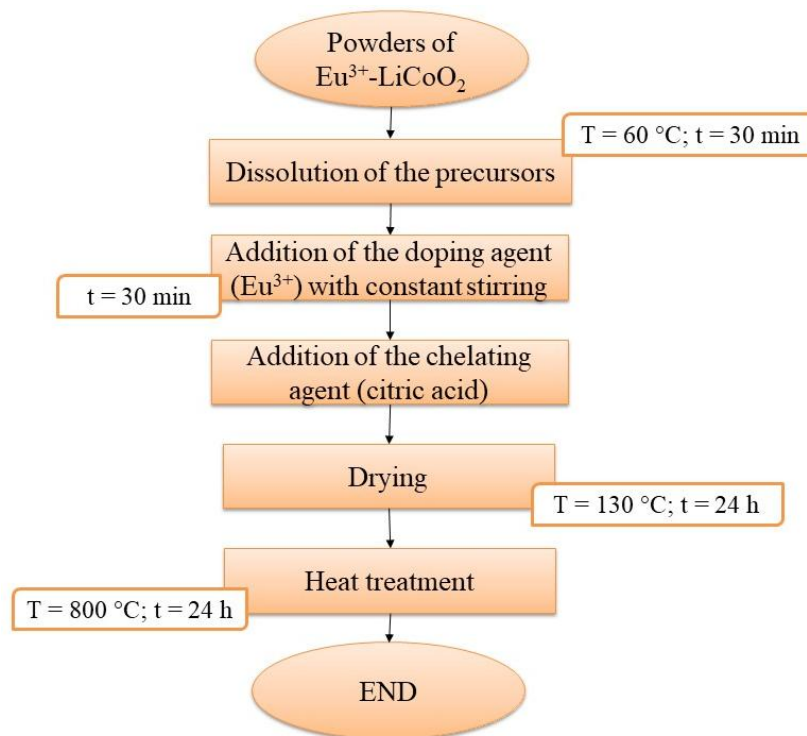


Figure 1. Method for producing the Eu^{3+} -doped LiCoO_2 powders.

The powders obtained by the sol-gel route were characterized by various analytical techniques to evaluate their structural, chemical, morphological, and compositional properties. Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) to used KBr pellets was performed with a Perkin Elmer Spectrum 65 Spectrometer to analyze the powders and identify the characteristic vibrational absorption bands of LiCoO_2 treated with a Eu^{3+} doping agent. X-ray diffraction (XDR) with a Bruker Eco D8 ADVANCE diffractometer was used to determine the crystalline structure. The XRD pattern of the powder was recorded using $\text{CuK}\alpha 1$ radiation ($1.5418\text{ \AA}$) with a fraction angle range of 15° to 80° , (0.02 s steps). The Bragg reflections of the prepared material and the influence of the dopant in the structure were established by Rietveld refinement. The morphological characteristics of the samples were examined with scanning electron microscope (SEM), using a HITACHI TM3030 microscope at 15 kV , with graphite tape and a charge reduction (NL), to avoid excessive charging of the particles. In addition, a high-resolution analysis was done with JSM 6701F-6701 microscope. Finally, a semi-quantitative chemical

analysis of the elements was performed by energy dispersed x-ray spectroscopy 7 (EDS) at resolutions of $3,000\times$ and $25,000\times$, and transmission electron microscopy (TEM) with a JEM-2100 microscope.

3. RESULTS AND DISCUSSION

Compositional Analysis: Fourier Transform Infrared Spectroscopy.

Once the powders were obtained with heat treatment at $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, the samples were prepared as KBr pellets to be analyzed by (FT-IR). Figure 2 shows the spectra of the powders obtained from LiCoO_2 doped with europium at 0.01 (Eu1), 0.03 (Eu3) and 0.05 (Eu5) mol %.

Frequency bands were found at approximately 528 cm^{-1} [11] corresponding to the Li-O bond, with a stretching vibration at approximately 1390 cm^{-1} , which can be attributed to the carbonyl group with the lithium and cobalt metal ions [12].

Finally, the europium bond, shown as M-O at 598 cm^{-1} [13], correlates with the lack of an O-Co-O bond, due to the large ionic radius of europium, which has the benefit of binding with oxygen and reducing the presence of cobalt (Co-O), which results in HT- LiCoO_2 (high temperature LiCoO_2).

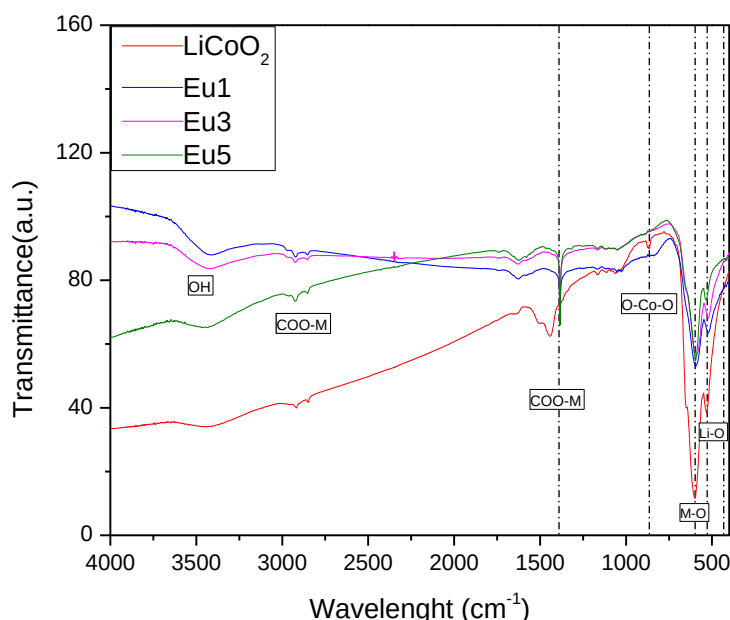


Figure 2. Spectra of LiCoO_2 ceramic powders doped with europium at 0.01, 0.03, and 0.05 mol %, with heat treatment at 800 °C.

Structural Analysis: X-Ray Diffraction

Figure 3 shows the XRD patterns of the powders heat-treated at 800 °C, they exhibit a hexagonal crystalline structure corresponding a stratified layer with the space group R-3m [14]. Two peaks of greater intensity are observed at approximately 18° and 45°, which correspond to the (003) and (104) planes, respectively, and which can be attributed to the layered oxide materials. In addition, there are two double peaks associated with a high degree of crystallinity, corresponding to planes (006) and (012), at 38° and 39°, respectively [15], and to planes (018) and (110), found at 65° and 66° [16], respectively. In addition, in the doped samples, a small diffraction peak attributable to the Eu^{3+} ion is seen at approximately 29° corresponding to the (222) crystal plane. The presence of the Eu^{3+} ion within the crystalline structure of LiCoO_2 caused a shifting of the planes to the right, due to the ionic radius of the europium ion, which is larger than those of cobalt and lithium. To calculate the average size of the crystallite, the Scherrer equation was used, as seen in Figure 4. The values in the equation

are as follows: K is the Scherrer constant, λ is the wavelength of the light rays used, $\Delta 2\theta$ is the full width at half-maximum of the peak (i.e., the FWHM), and θ is the Bragg angle. The calculated values for pure LiCoO_2 and LiCoO_2 doped with Eu^{3+} at 0.01, 0.03, and 0.05 mol % are shown in Table 1; due to the incorporation of the europium ion in the structure, there was an increase in the size of the crystallite. Rietveld refinement values of 1.89, 1.81, 1.94, and 1.82 were obtained for LiCoO_2 , doped with Eu^{3+} at 0.01, 0.03, and 0.05 mol %, respectively: these values represent the R factor ($R = (I(006) + I(012)) / I(101)$), indicating a hexagonal ordering. On the other hand, the ratios of the values of the lattice $I(003)/I(104)$ were 0.8414 for the LiCoO_2 sample, 1.03 for the sample doped with 0.01 mol %, 1.25 for the sample doped with 0.03 mol %, and 1.009 for the one doped at 0.05 mol %. According to the literature, the ratio of the (003)/(104) peaks indicates the presence of a mixture of cations in the layered structure.

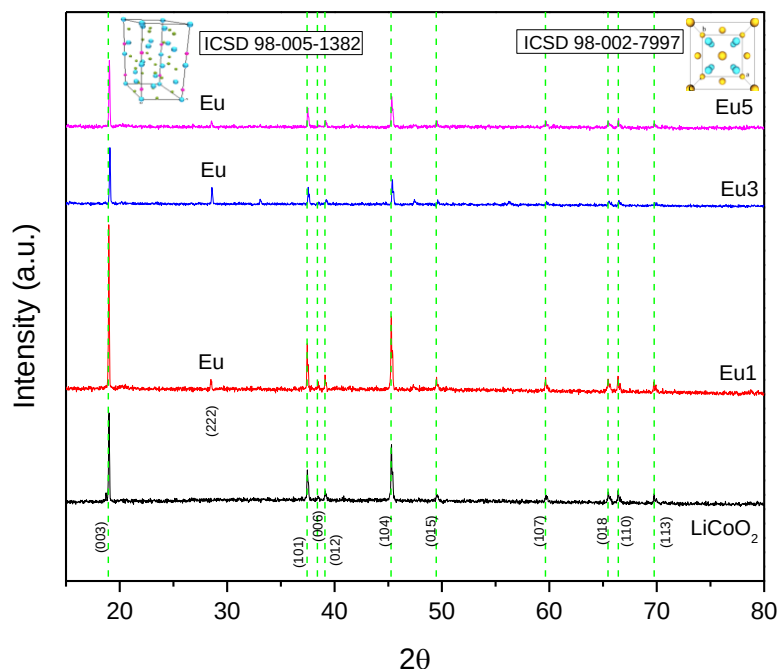


Figure 3. Diffractograms of the LiCoO_2 ceramic powders doped with europium at 0.01, 0.03, and 0.05 mol %, with heat treatment at 800 °C.

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta}$$

Figure 4. Scherrer equation for calculating the average crystallite size.

Table 1. Average crystallite sizes calculated by means of the Scherrer equation.

Samples	Crystallite size (nm)
LiCoO_2	12.89
$\text{LiCoO}_2\text{:Eu1}$	18.60
$\text{LiCoO}_2\text{:Eu3}$	26.07
$\text{LiCoO}_2\text{:Eu5}$	23.04

For cathodic materials suitable for electrochemical tests, the desired values are > 1.2 [17]. The 0.03 mol % sample presents a low mixture of cations (Li and Co), therefore, the sample doped at 0.03 mol % possesses the properties required for cathodes in lithium-ion batteries. Table 2 shows the Rietveld refinement data for LiCoO_2 and the doped powders. The values of the structural parameters of the lattice of the non-doped powders differ from those of the doped powders, confirming the distortion of the structure and the displacement of the peaks due to the presence of the doping agent (europium ions) [16], [18]. Also, the values of goodness of fit (GOF) are lower than 2. Nageswara et al. [19] report that the c/a ratio corresponds to the structure stability possessed by the LiCoO_2 layered structure. The theoretical value of the c/a ratio is 4.899, and the calculated values for the synthesized samples ($\text{LiCoO}_2\text{:Eu1}$, $\text{LiCoO}_2\text{:Eu3}$, and $\text{LiCoO}_2\text{:Eu5}$) are higher than that (4.992, 4.991, 4.991, and 4.993, respectively), which indicated that the samples have excellent structural stability.

Table 2. Rietveld refinement values: lattice parameters of the samples obtained by the sol-gel method.

Samples	a	c	c/a	I(003)/I(104)	R	GOF	d-spacing plane (003) LiCoO ₂
LiCoO ₂	2.8154	14.0547	4.992	0.843	1.893	0.868	4.640
LiCoO ₂ :Eu1	2.8156	14.0551	4.991	1.032	1.813	0.989	4.672
LiCoO ₂ :Eu3	2.8159	14.0568	4.991	1.257	1.946	1.130	4.648
LiCoO ₂ :Eu5	2.8161	14.0609	4.993	1.009	1.829	0.841	4.661

Morphological Analysis: Scanning Electron Microscopy (SEM)

The results from the morphological analysis of the LiCoO₂ powders with a thermal treatment of 800 °C are reported in Figure 5, at two powers of magnifications (3,000x and 25,000x). The micrographs showed irregular morphologies with

micrometric sizes. According to the Jing et al. [20] two factors that characterize an excellent material for use in cathodes are the size and morphology of the particles. At nanometric sizes, there is a greater surface area between the electrolyte and the active material (LiCoO₂), which promotes a greater electrochemical response.

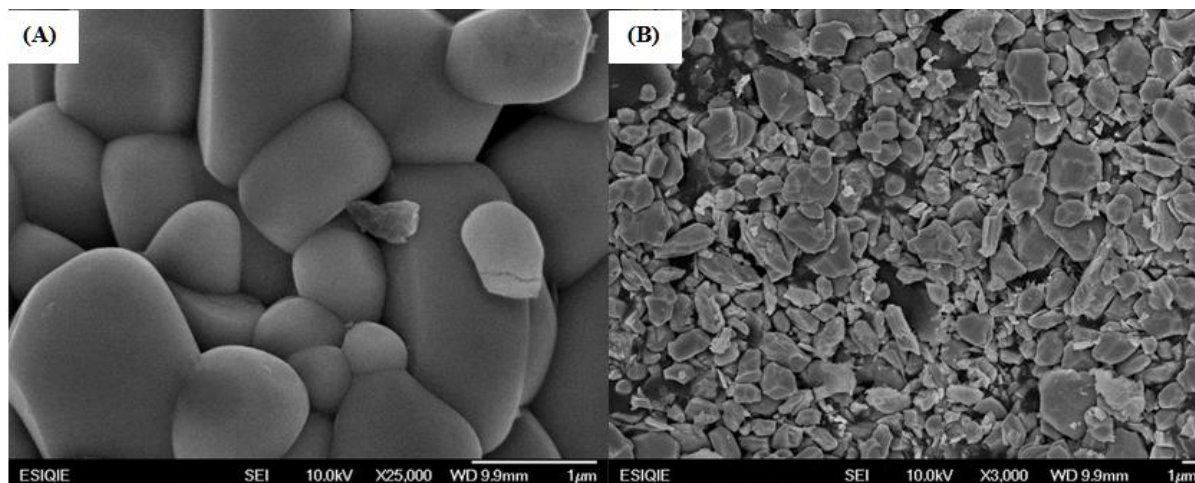


Figure 5. High resolution micrograph of the LiCoO₂ ceramic powders, with heat treatment at 800 °C at magnifications of 3,000x (A) and 25,000x (B).

Micrographs of the LiCoO₂ powders doped with Eu³⁺ at 0.01, 0.03, and 0.05 mol % are shown in Figure 6. The morphology of the particles became quasiespherical and uniform in the presence of the

Eu³⁺ ion at the different molar concentrations. According to the Guofeng et al. [21], “Smooth surfaces and clear boundaries indicate the crystallinity of the powders.”

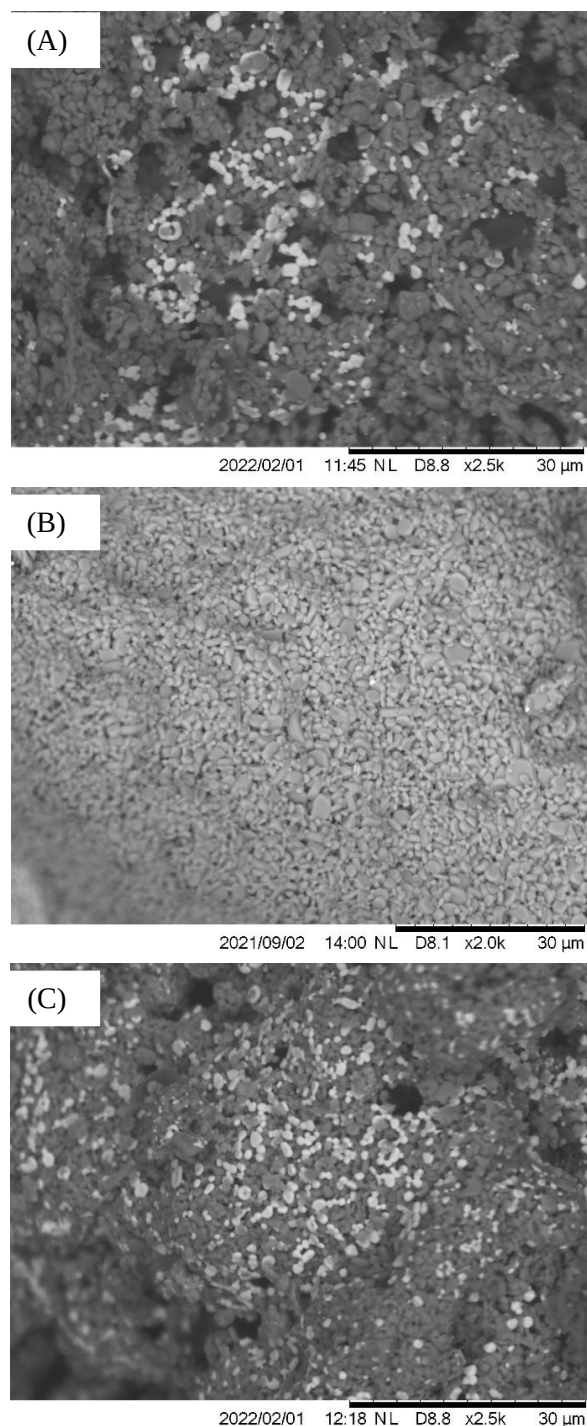


Figure 6. High resolution micrograph of ceramic powders of the LiCoO_2 doped with europium at 0.01 (A), 0.03 (B), and 0.05 (C) mol %, with heat treatment at 800 °C.

Elemental Chemical Analysis: Energy Dispersive Spectroscopy (EDS)

Upon examination by energy dispersion spectroscopy (EDS), peaks associated with the presence of cobalt, carbon, and oxygen were

observed, as can be seen in Figure 7. Lithium was not observed because it has a very low energy value and is not detectable. The mapping of the sample indicates the presence of cobalt in blue and of oxygen in red. According to the Xiabo et al. [22], it

can be observed that “the elements are distributed on the surface of the particles.” In addition, there are a few peaks, such as peaks for gold (Au) and

palladium (Pd), which were part of the holder. Furthermore, Table 3 shows the values for oxygen and cobalt as regards weight % and atomic %.

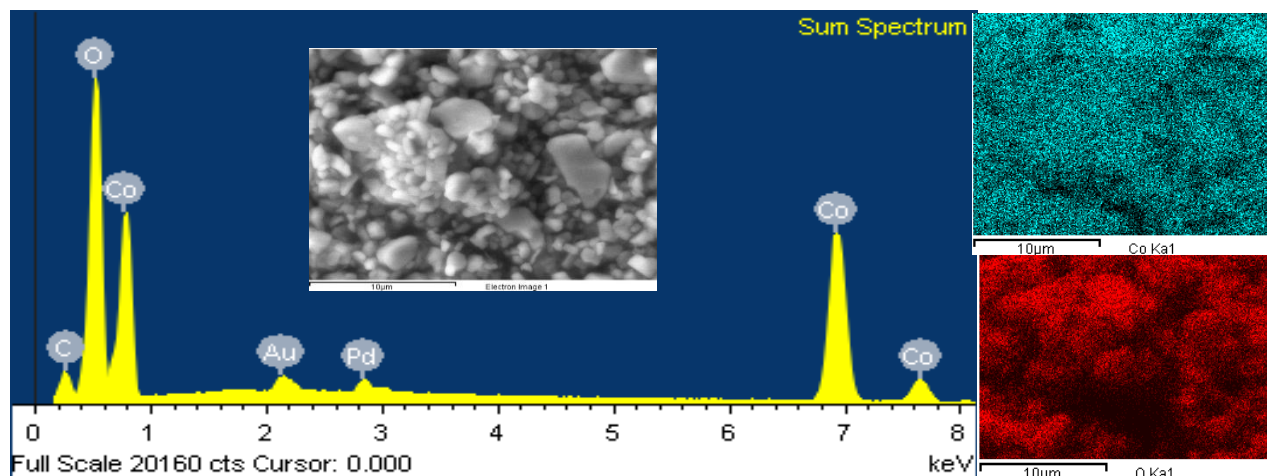


Figure 7. Semiquantitative analyses of the elements present in the LiCoO_2 ceramic powders, with heat treatment at 800 °C.

Table 3. Values (weight % and atomic %) of the elements present in the samples, obtained by EDS on the LiCoO_2 sample.

Element	Weight%	Atomic%
Oxygen	30.99	62.33
Cobalt	69.01	37.67
Total	100	

In the europium-doped samples presented in Figures 8-10, cobalt, oxygen, and europium were found. These caused the amount of cobalt to decrease, at 0.05 mol % more dopant (17.59 %) and less cobalt (37.11 %) were obtained. Examined by means of EDS, the main elements obtained were attributed to the HT- LiCoO_2 powders and to the presence of the europium at different concentrations.

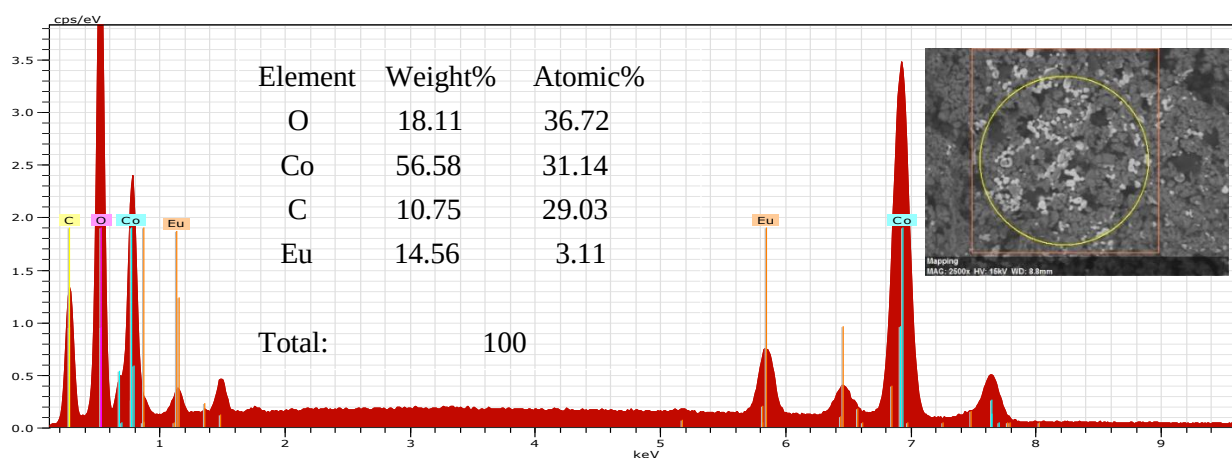


Figure 8. Semiquantitative analysis of the elements present in the LiCoO_2 ceramic powders doped with Eu^{3+} at a 0.01 mol %, with heat treatment at 800 °C.

Cobalt weight % of the sample doped with europium at 0.01, 0.03, and 0.05 mol % decreased when the europium ion is present in the structure.

The carbon possibly came from the graphite tape used for SEM analysis.

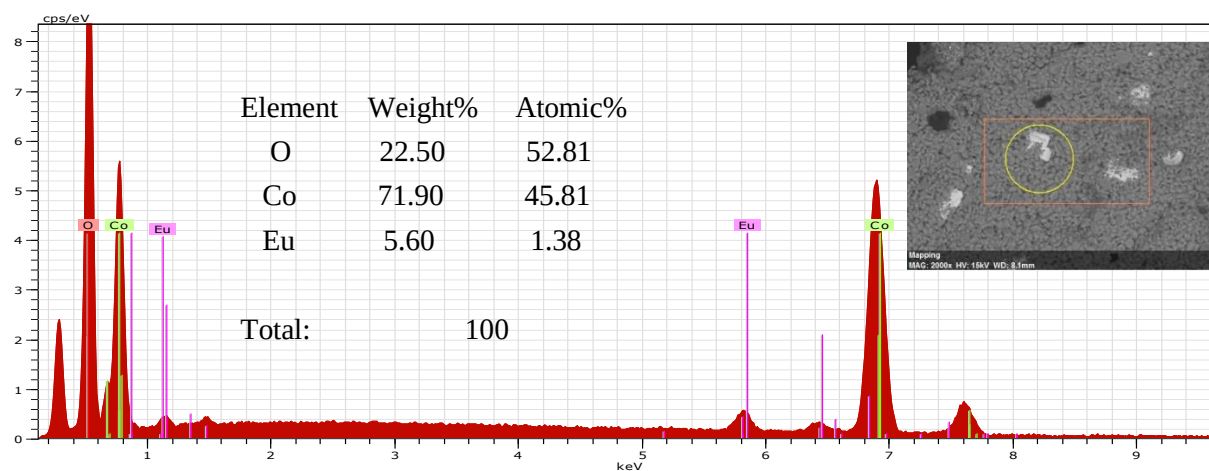


Figure 9. Semiquantitative analysis of the elements present in the LiCoO_2 ceramic powders doped with europium at a concentration of 0.03 mol %, with heat treatment at 800 °C.

At higher concentrations of the europium ion (0.03 and 0.05 mol %), the weight % cobalt decreases. Therefore, the higher the europium concentration, the lower the cobalt content, due to the partial replacement of cobalt ions by europium that form the structure.

The carbon possibly came from the graphite tape used for SEM analysis.

Oxygen was generated due to sample handling or ambient conditions.

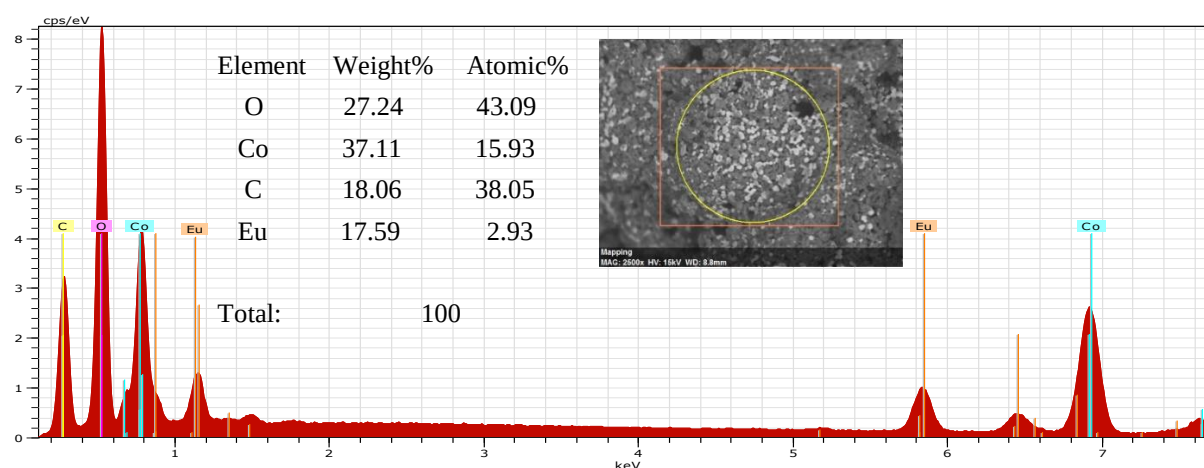


Figure 10. Semiquantitative analysis of the elements present in the LiCoO_2 ceramic powders doped with europium at a concentration of 0.05 mol %, with heat treatment at 800 °C.

Morphological Analysis: Transmission Electron Microscopy (TEM)

The powders obtained from the LiCoO_2 doped with Eu^{3+} at 0.01, 0.03, and 0.05 mol % were analyzed by transmission electron microscopy. Interplanar

distances were determined using Digital Micrograph software with selected area electron diffraction (SAED) analysis.

The values of the planes found by TEM were correlated with the values obtained by x-ray diffraction with the Rietveld refinement. Figure 11 shows the results of the SAED analysis of the LiCoO_2 powders doped with Eu^{3+} at 0.01 mol %.

The interplanar distance obtained was 4.683 nm, which corresponds to the (003) plane of LiCoO_2 fits with to the d-spacing value of the Rietveld refinement obtained from the diffractograms.

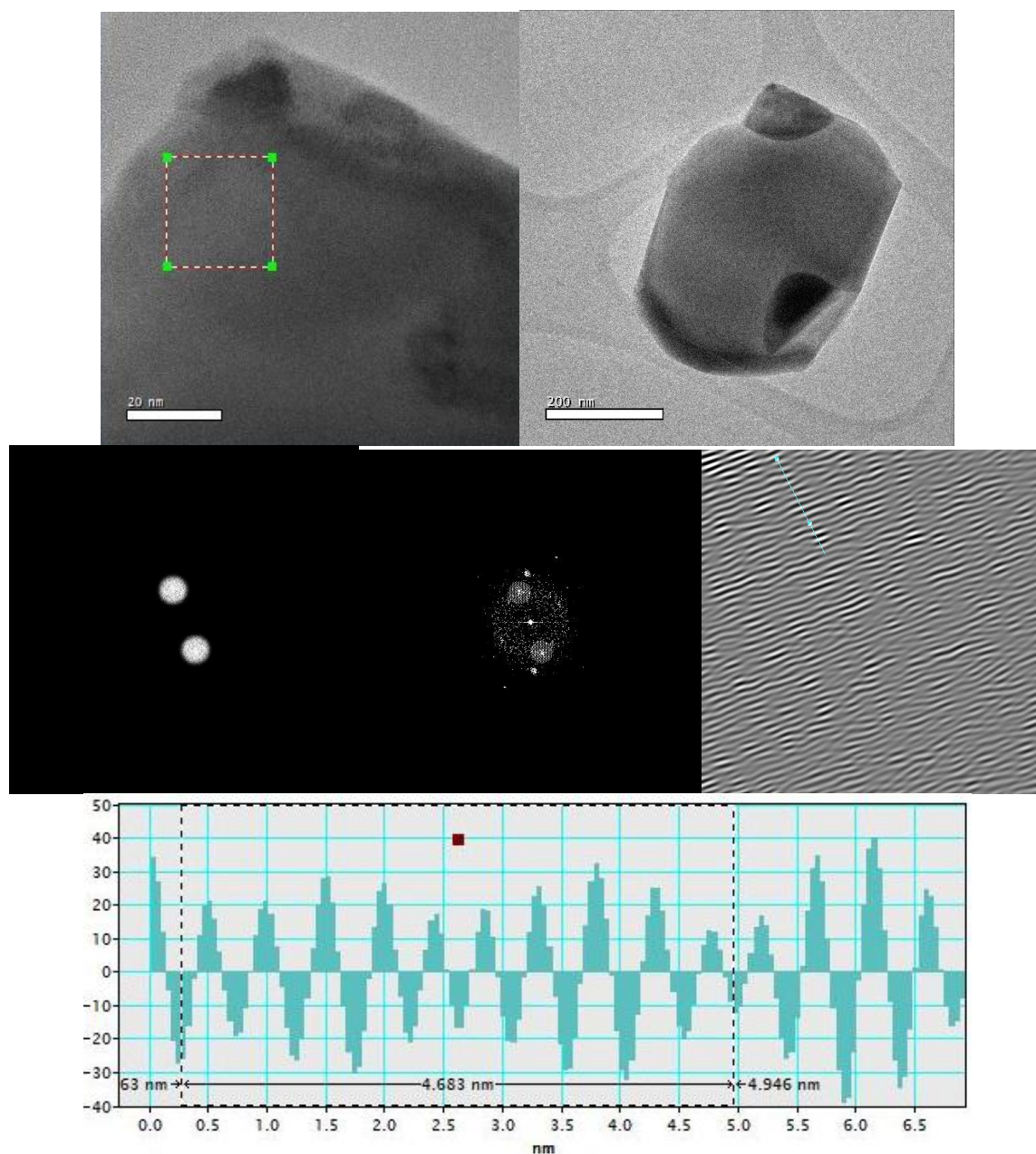


Figure 11. TEM micrographs of the LiCoO_2 powders doped with Eu^{3+} at 0.01 mol %, with the SAED analysis.

Figure 12 shows the results of the SAES analysis of the LiCoO_2 powders doped with Eu^{3+} at 0.03 mol

%. The interplanar distance obtained was 4.653 nm, which corresponds to the (003) plane of LiCoO_2

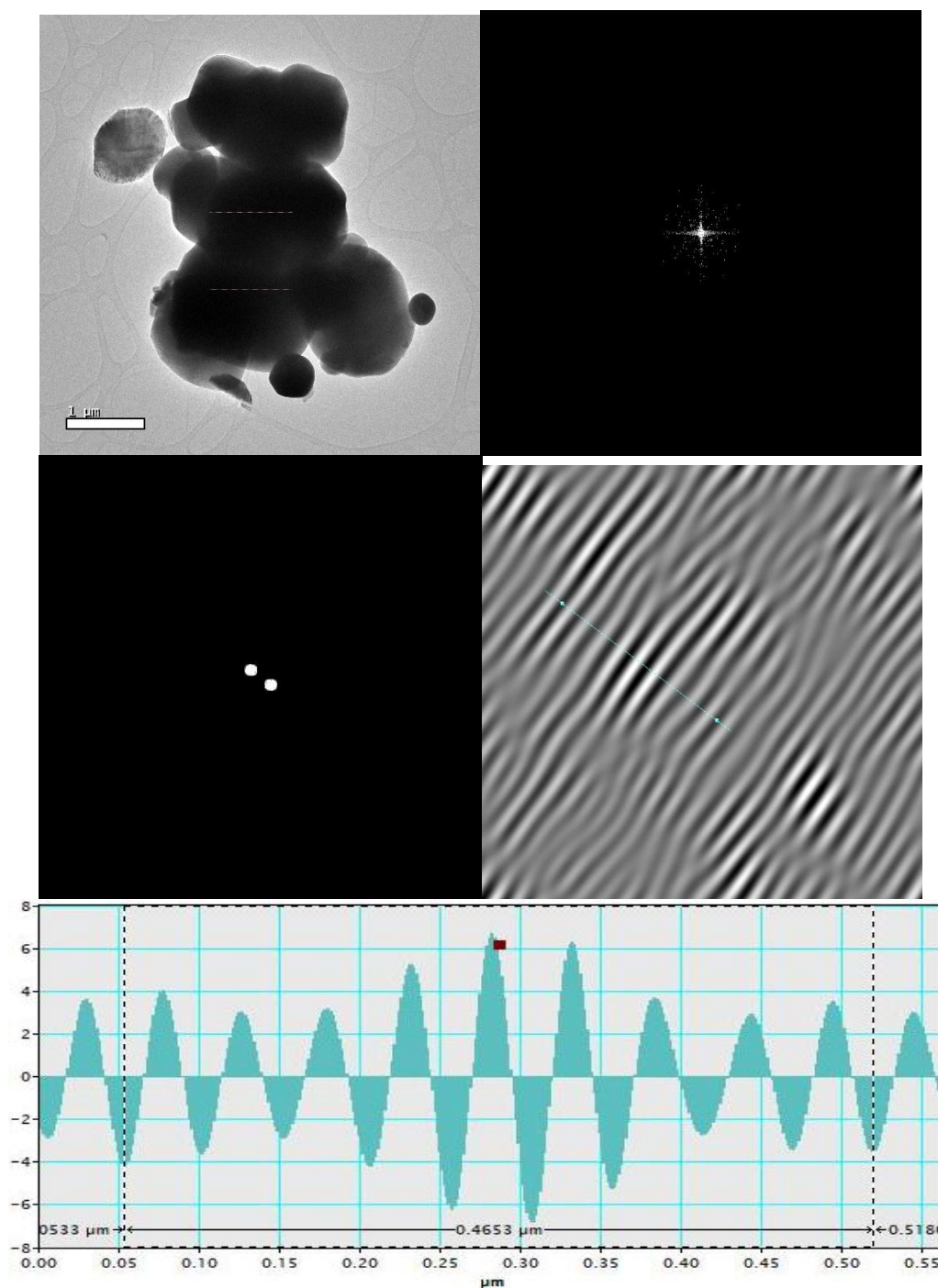


Figure 12. TEM micrographs of the LiCoO_2 powders doped with Eu^{3+} at 0.03 mol % with SAED analysis.

In Figure 13, the results of the SAED analysis of the LiCoO_2 powders doped with Eu^{3+} at 0.05 mol % are reported. The interplanar distance of the

(003) plane was 4,749 nm. The interplanar distance of all the samples are matches with to the d-spacing in the Rietveld refinement analysis.

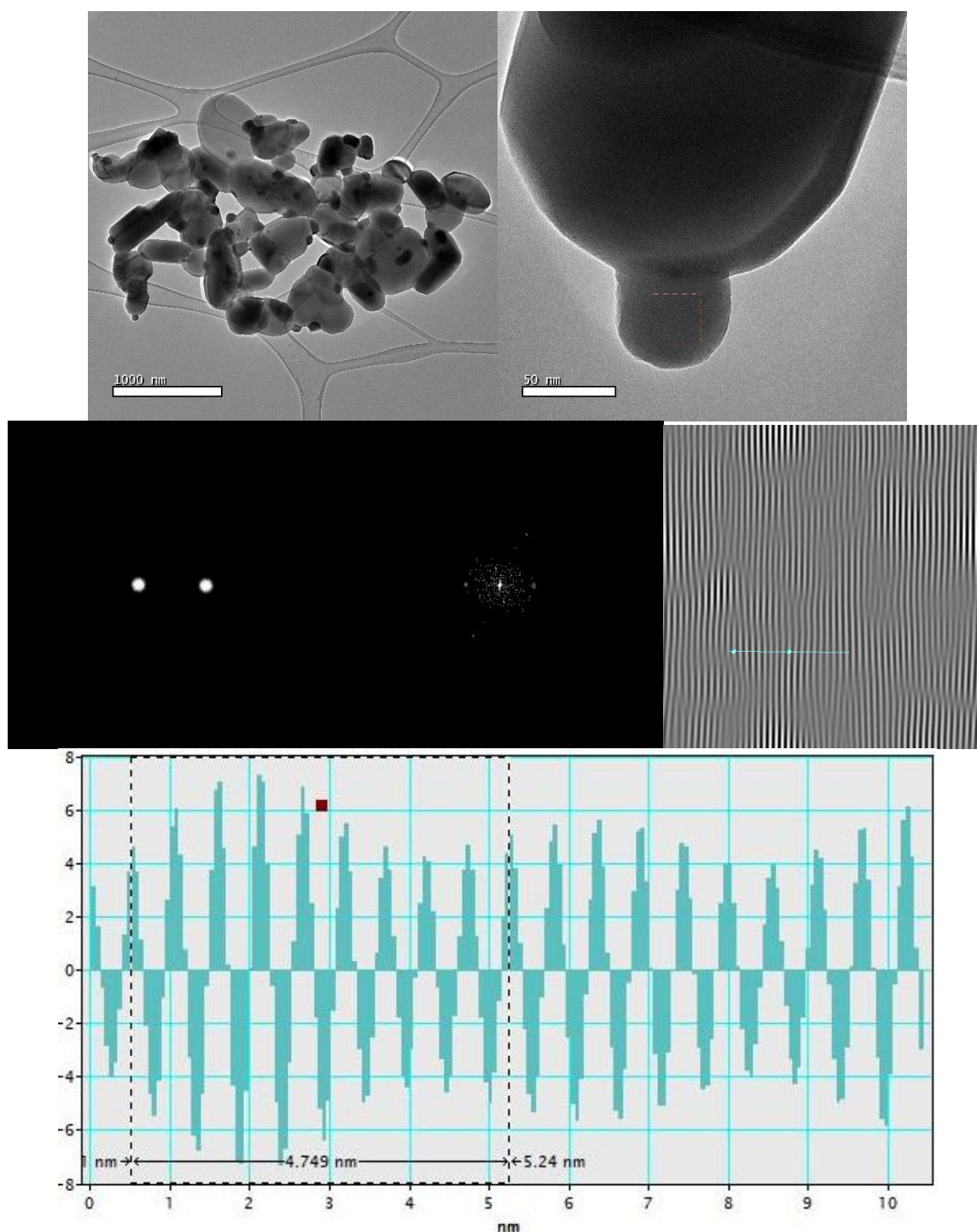


Figure 13. TEM micrographs of the LiCoO_2 powders doped with Eu^{3+} at 0.05 mol % with SAED analysis.

The distance from the (003) plane of pure LiCoO_2 increased when it was doped with Eu^{3+} at the different concentrations. According to Colín et al. [23], this behavior is caused by the presence of the

Eu^{3+} ion in the crystal structure.

4. CONCLUSION

The results of this study show that the use of the sol-gel route with a chelating agent was a satisfactory method for obtaining ceramic powders of HT-LiCoO₂ doped with europium at different molar concentrations. All the powders studied exhibited a hexagonal structure at a temperature of 800 °C. Judging from the goodness-of-fit values and the intensity of the (003)/(104) peaks, the outstanding sample was the one europium-doped at 0.03 mol %, which had peaks intensity values above 1.2.

These results reflect an increase in cell volume due to the ionic radius of europium. In addition, although the incorporation of europium did not modify the morphology of the particles since the chelating agent facilitated the formation of crystallites but not the union of the species or the growth of the grains. Elemental chemical analysis confirmed the composition of the material. However, a small amount of carbon and oxygen were present. The results obtained by TEM showed a correlation with the results obtained by XRD, that is, the interplanar distance of the (003) plane coincided with the d-spacing identified by the Rietveld analysis. According to the results of this study, LiCoO₂ materials doped with europium at various concentrations show promise for future electrochemical evaluations provided their synthesis is carefully managed so as not to generate impurities in the materials. On the other hand, it is suggested to pay attention to the modification of the pH to study the behavior of the reaction kinetics and the morphology of nanoparticles. The materials obtained in this research have a potential use in cathodes in lithium-ion batteries, because, in the industry, the material of choice since the 1990's has been LiCoO₂, but its electrochemical performance is limited by several factors. However, the incorporation of rare-earth ions makes it possible to produce lithium-ion batteries with better electrochemical performance and better thermal and structural stability. In this study, the most promising sample was LiCoO₂ doped with Eu³⁺ at 0.03 mol %.

5. ACKNOWLEDGMENT

The authors would like to thank the CONACYT and the BEIFI for their scholarship support and the ESQIE-IPN for its experimental support. The Materials Characterization Laboratory (CREA) and the Center for Nanosciences and Micro and Nanotechnologies of the IPN, and the Universidad

Autónoma de San Luis Potosí (UASLP) for the analyses carried out for this project. The authors also would like to thank Henry Jankiewicz for the editing work that he did for this paper and M. García Murillo for her assistance.

6. REFERENCES

- [1]. Tan J, Wang Z, Li G, Hu H, Li J, Han R, Zhang D. *Materials*. 2021; 14 (2): 1–10.
- [2]. Zeng F, Zhang Y, Shao Z. *Materials and Manufacturing Processes*. 2023; 38(2): 197–205.
- [3]. Wright D, Garcia-Araez N, Owen J. “Review on high temperature secondary Li-ion batteries,” in *Energy Procedia*, Elsevier Ltd, 2018, p. 174–181.
- [4]. Sivaraj P, Abhilash KP, Christopher Selvin P, Nalini B. *Materials Today: Proceedings*. 2019; 8: 346–351.
- [5]. Zhao H, Xia J, Yin D, Luo M, Yan C, Du Y. *Coordination Chemistry Reviews*. 2019; 390: 32–49.
- [6]. Tamura S, Mori A, Imanaka N. *Electrochem. Commun.* 2007; 9 (2): 245–248.
- [7]. Wu W, Qin X, Guo J, Wang J, Yang H, Wang L. *Journal of Rare Earths*. 2017; 35 (9): 887–895.
- [8]. Yanwen T, Kang X, Liu L, Chaqing X, Tao Q. *Journal of Rare Earths*. 2008; 26(2): 279–283
- [9]. Ning F, Xu B, Shi J, Wu M, Hu Y, Ouyang C. *Journal of Physical Chemistry C*. 2016; 120 (33): 18428–18434.
- [10]. Rahim A. S, Aziz N, Nor N. A. M, Osman Z. *Molecular Crystals and Liquid Crystals*. 2019; 695 (1): 10–18.
- [11]. Wang H, Wei Y, Wang J, D. Long. *Electrochim. Acta*. 2018; 269: 724–732.
- [12]. Aziz NA, Abdullah TK, Mohamad A. *Procedia Chem* 2016; 19: 861–864.
- [13]. Aykut Y, Pourdeyhimi B, Khan SA. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*. 2013; 74 (11): 1538–1545.
- [14]. Xie K, Qian J, Zhou Y, Chen Z, Lin Y, Chen F, Shen Z. *Powder Technol*, 2018; 339: 838–845.
- [15]. Lu G, Li X, Wang Z, Song D, Zhang H, Li C, Zhang L, Zhu L. *J Power Sources*. 2020; 468: 228372.
- [16]. Neira-Guio Y, Canaria LC, Gómez JA, Vera E. *Univ. Sci*. 2020; 25 (2): 203–225.
- [17]. Li X, Liu L, Yang Y, Niu Q, Zheng L, Sun X, Wu J. *Ionics* 2021; 27 (7): 2889 - 2900
- [18]. Freitas B, Siqueira J, Da Costa L, Ferreira G, Resende J. J. *Braz. Chem. Soc*. 2017; 28 (11): 2254–2266.
- [19]. Nageswara B, Kiran J, Satyanarayana N. “Structural and Morphological Studies of Two-Step Synthesized LiCoO₂ and Microwave Synthesized LiFePO₄

- Particles,” Transactions of the Indian Ceramic Society, 2023
- [20]. Jing Q, Zhang J, Yang C, Chen Y, Wang C. *Ceram. Int.* 2020; 46 (12): 20020–20026.
- [21]. Xu G, Xue Q, Li J, Li Z, Li X, Yu T, Li J, Wang X, Kang F. *Solid State Ion.* 2016; 293: 7–12.
- [22]. Jia X, Yan M, Zhou Z, Chen X, Yao C, Li D, Chen D, Chen Y. *Electrochim. Acta.* 2017; 254: 50–58.
- [23]. Calderón V, Murillo A, Carrillo F, Tobón A. *Adv. Nanopart.* 2022; 11(1): 1–12.

7. MINIBIOGRAFÍA DE AUTORES



MARÍA DEL ROSARIO GONZÁLEZ GARCÍA. Estudio la Ingeniería en Nanotecnología y obtuvo su grado de Maestría en Tecnología Avanzada en el Centro de Investigación e Innovación Tecnológica (CIIITEC) del Instituto Politécnico Nacional (IPN), con un proyecto relacionado con la síntesis de materiales dopados con tierras raras para su uso como cátodos en baterías de ion litio. Actualmente se encuentra estudiando el 1er semestre de Doctorado con un proyecto relacionado con tierras raras y su aplicación en materiales luminiscencia. (ORCID: 0000-0002-9908-6187).



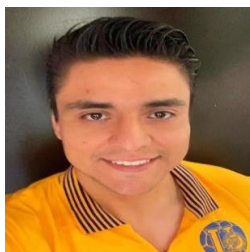
ANTONIETA GARCÍA MURILLO. Ingeniera Química Industrial por el Instituto Politécnico Nacional (IPN) de México. Docteur es Sciences en Físico química de materiales luminiscentes por la Universidad Lyon I. Francia. Actualmente Profesor Investigador en el Centro de Investigación e Innovación Tecnológica del I.P.N. – México. Líneas de investigación: Nanopartículas (fotocatálisis, materiales altamente energéticos, aerogeles, preservación del patrimonio arquitectónico). Nanoestructuras (baterías de Litio, celdas de perovskitas, recubrimientos anticorrosivos, guías de onda, sensores.) (ORCID 0000-0001-6711-2638).



FELIPE DE JESÚS CARRILLO ROMO. Ingeniero Metalúrgico por el Instituto Politécnico Nacional (IPN) de México. DEA en Química aplicada por la Universidad Lyon I. Francia. Docteur es Sciences en Termodinámica de materiales inorgánicos por la Universidad Lyon I. Francia. Posdoctorado en Física de materiales cristalinos por la Universidad Lyon I. Francia. Actualmente Profesor Investigador en el Centro de Investigación e Innovación Tecnológica del I.P.N. – México. Líneas de investigación: Nanopartículas (fotocatálisis, materiales altamente energéticos, aerogeles, preservación del patrimonio arquitectónico). Nanoestructuras (baterías de Litio, celdas de perovskitas, recubrimientos anticorrosivos, guías de onda, sensores.) (ORCID 0000-0002-7513-8472).



JOSÉ ORTÍZ LANDEROS. Nació en la Ciudad de México, México. Realizó su doctorado en Metalurgia y Materiales en el Instituto Politécnico Nacional-ESIQIE, donde en 2015 se integró como profesor investigador en los programas de licenciatura y posgrado. Su trabajo de investigación se centra en la síntesis química, procesamiento, caracterización y análisis de materiales funcionales, principalmente cerámicos avanzados, para aplicaciones ambientales y energéticas.

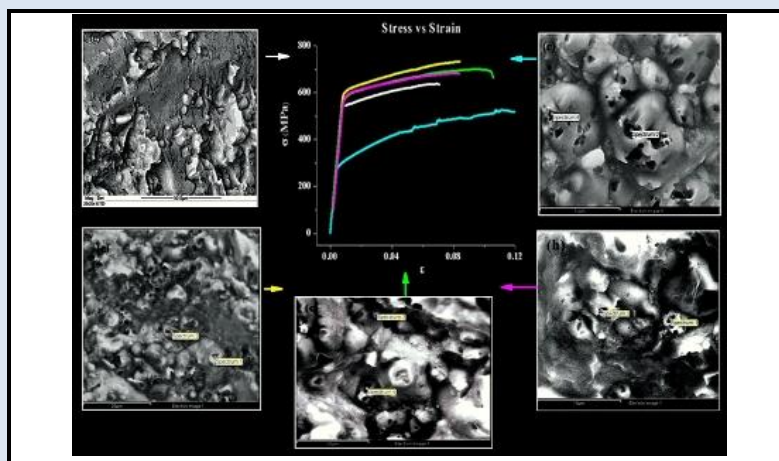


HIRAM JOAZET OJEDA GALVÁN Obtuvo su título de licenciatura en Ingeniería Electrónica en 2011, seguido de un título de maestría en 2013 y un doctorado en 2017 de la Universidad Autónoma de San Luis Potosí (UASLP). Posteriormente, el Dr. Ojeda realizó estancias internacionales en países como Estados Unidos y Brasil, donde se especializó en diversas áreas, con un enfoque principal en espectroscopía y microscopía electrónica de transmisión. En 2018, llevó a cabo investigaciones postdoctorales en la Universidad Autónoma de Puebla. Continuando su investigación postdoctoral en la UASLP desde 2019 hasta 2023, la investigación principal del Dr. Ojeda implica utilizar espectroscopía Raman "in situ" para investigar nanomateriales bajo condiciones de alta presión y temperatura. Además, se especializa en el estudio y caracterización de nanomateriales utilizando microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (ORCID 0000-0001-8521-294X).

FRACTOGRAPHIC AND MECHANICAL PROPERTIES OF ALLOY AA7075 SUBJECTED TO T6, T7 AND RRA HEAT TREATMENTS*María del V. Valera* y Ney J. Luiggi A.*

Grupo Física de Metales, Departamento de Física, Núcleo de Sucre, Universidad de Oriente, Cumaná, Venezuela.

*e-mail: mvalera05@gmail.com

**ABSTRACT**

This research presents a fractographic study of the AA7075 alloy subjected to T6, T7 and RRA heat treatments and how these thermal procedures affect its mechanical properties. The samples were evaluated by tensile tests; their fractography, through scanning electron microscopy (SEM). All treatments generated an increase in mechanical strength, the T6 effect being largest due to the fine precipitation of η' particles in the matrix, although the ductility and toughness of the AA7075-T6 alloy decreased with respect to their equivalent values in the untreated sample. The highest toughness values reported for the T7 treatment concur with those published by other researchers. Properties during the Retrogression and Re-Aging treatment (RRA) cycles were intermediate to that obtained with the T6 and T7 treatments. The fracture surface fractography revealed differences predicated on the microstructural condition. For all the thermal treatments, the reported failure was of a transgranular character, typical of ductile materials. A wide and irregular distribution of micro dimples and precipitates was evinced depending on the heat treatment applied, the precipitates being distributed over the entire fracture surface. The mechanism responsible for this failure is the formation, growth, and coalescence of micro dimples, although this mechanism seemed to be more complex in the untreated samples due to the abundant presence of defects. Our results seem to indicate that the larger the number of micro dimples, the lower the ductility of the sample and the higher its mechanical strength.

Palabras Claves: Fractography, Mechanical Properties, AA7075, Heat Treatments.

FRACTOGRAFÍAS Y PROPIEDADES MECÁNICAS DE LA ALEACIÓN AA7075 SOMETIDA A LOS TRATAMIENTOS TÉRMICOS T6, T7 Y RRA

RESUMEN

Esta investigación presenta un estudio fractográfico de la aleación AA7075 sometida a los tratamientos térmicos T6, T7 y RRA, y cómo estos procedimientos térmicos afectan sus propiedades mecánicas. Las muestras fueron evaluadas mediante ensayos de tracción; su fractografía mediante Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). Todos los tratamientos generaron un incremento en la resistencia mecánica, siendo mayor el efecto T6 debido a la fina precipitación de partículas η' en la matriz, aunque la ductilidad y tenacidad de la aleación AA7075-T6 disminuyó con respecto a sus valores equivalentes en la muestra sin tratar. Los valores de dureza más altos informados para el tratamiento T7 concuerdan con los publicados por otros investigadores. Las propiedades durante los ciclos de tratamiento RRA (Retrogresión y Re-Envejecimiento) fueron intermedias a las obtenidas con los tratamientos T6 y T7. La fractografía de la superficie de fractura reveló diferencias basadas en la condición microestructural. Para todos los tratamientos térmicos, la falla reportada fue de carácter transgranular, típica de materiales dúctiles. Se evidenció una distribución amplia e irregular de microhoyuelos y precipitados dependiendo del tratamiento térmico aplicado, estando los precipitados distribuidos sobre toda la superficie de fractura. El mecanismo responsable de esta falla es la formación, crecimiento y coalescencia de microhoyuelos, aunque este mecanismo parece ser más complejo en las muestras no tratadas debido a la abundante presencia de defectos. Nuestros resultados parecen indicar que cuanto mayor es el número de microhoyuelos, menor es la ductilidad de la muestra y mayor su resistencia mecánica.

Keywords: *Fractografía, Propiedades Mecánicas, AA7075, Tratamientos Térmicos.*

1. INTRODUCCIÓN

The optimization of mechanical properties in the 7000 series is a topic that has captivated many researchers due to the industrial importance of these alloys. The T6, T7, and RRA heat treatments act as microstructure controllers, regulating the type, shape, distribution, and quantity of precipitated phases; and exerting direct incidence on the established mechanical standards.

In recent studies published by the authors [1,2], a DSC kinetic analysis confirmed the phase precipitation sequence and the respective activation energies for each of the heat treatments indicated.

In the work at hand, we will refer to the study of the mechanical properties deduced from tensile tests and how these properties are enhanced by heat treatment. Furthermore, by means of fractographic analyses, we will study how these treatments affect the fracture surfaces and their relationship with the mechanical properties.

The literature is extensive on this subject, although there is still ambiguity about the propagation mechanisms of these microstructural defect. Fractography, despite being an old technique, has now become with the advance of technology, a tool capable of scrutinizing the origin and development of intergranular and transgranular cracks and other elements that negatively affect structures. We refer readers to the works of Bhandarkar and Lisagor [3], Lynch and Moutsos [4], and the very recent short review by Pantazopoulos [5] and the references cited therein.

In this context, regarding the study of AA7075, Hunter and McMillan [6] used tempers T651 and T7351, performing fractographic and microstructural studies on this alloy, to relate the microstructure, fracture topology, and mechanical and fracture properties. They reported that the T7351 temper gave the alloy lower yield strength, smaller and more numerous fracture dimples, and a completely transgranular fracture path, whereas the T651 temper generated higher yield strength, fewer and larger dimples, and a partially intergranular fracture path.

Kirman [7] investigated the effects of heat treatment on the fracture behavior of an aged 7075 aluminum alloy sheet and found that the toughness decreased as the yield stress or yield strength (YS) increased. The decrease in toughness with

increasing aging time went in tandem with a change in fracture mode, predominantly from transgranular to intergranular. Microstructural variables such as the width of precipitate-free zones and the nature of the matrix precipitate have no controlling effect on toughness in the aged alloy.

Bhandarkar and Lisagor [3] made a systematic study of fracture behavior in relation to its microstructure under controlled loads on various 7075-T651 aluminum alloys, concluding that grain structure, size, and precipitate distribution, including the type of load testing, considerably affect fracture morphology. A high density of particles of different stoichiometry was detected in bands and in the vicinity of grain joints. These particles were commonly observed as fragmented fracture surfaces of pre-cracked samples with bent notches but were rare on fracture surfaces of plate tension samples.

Irisarri and Atxaga [8] studied the influence of second-phase particles on the fracture behavior of two high strength aluminum alloys (7475 and 7050) under tempers T7351 and T7651, revealing that all fracture surfaces were covered by ductile dimples pointing towards coalescence of micro voids as an operating mechanism, evincing the important role played by second phase particles. Most of these particles were rich in iron, the other elements varying in content.

Zhihui et al. [9] by means of two aging treatments (115 and 160 °C), investigated the microstructural evolution and the mechanical properties of the AA7075 alloy. The results showed that the first stage of the aging treatment (115°C) dominated the formation of GPI and GPII zone precipitates and favored an increase in the elastic strain of the alloy. After aging for 7 h, the value of the Ultimate Tensile Strength (UTS) was 529 MPa and the precipitates at the grain boundaries were very fine and continuously distributed. During the second aging step at 160°C the maximum strength value was reached for a short time (approximately 12 h) and then the UTS decreased after aging for 36 h, reaching the value 493 MPa. After aging the alloy for 12 h, the UTS value was 530 MPa and the microstructure of the alloy at this stage revealed the presence of η and η' phases and, to a lesser extent, the presence of GPII zones. After aging the alloy at 160 °C for 36 h, they observed many η and η' precipitated phases.

Panigrahi and Jayaganthan [10] studied the mechanical properties of alloy Al7075 rolled at

cryogenic and room temperatures, showing that the suppression of dynamic recovery and the accumulation of a high density of dislocations at cryogenic temperatures enhanced the hardness and mechanical strength of the alloy.

Tajally et al. [11] subjected annealed 7075 alloy samples to cold rolling and showed that this treatment significantly increased the yield strength (YS) due to the resulting higher dislocation density, increasing ultimate tensile strength (UTS) and hardness, but decreasing ductility. The variation in ductility was found to correlate with the fractographic results of specimens subjected to tension and bending. Fractography of the deformed specimens showed a fracture surface with regions of quasi-cleavage and absence of dimples, reflecting a brittle fracture mechanism.

Pedersen et al. [12] investigated the fracture behavior of the AA7075-T651 aluminum alloy for quasi-static and dynamic loading conditions and for different stress states using optical and scanning electron microscopy techniques. The fracture surface obtained in tests with smooth axisymmetric specimens indicates that crack growth is partly intergranular along grain boundaries or precipitation-free zones, and partly interspersed with voids around fine particles and coarse intermetallics.

Askari-Paykani et al. [13] studied the effects of T6 and T73 heat treatments on the microstructural changes and corrosion behavior in the Al7045 alloy and thus confirmed the already established results regarding the presence and majority distribution of η' (T6) and η (T7) phases within the grain and the minority distribution at the contours, as well as the presence of Fe/Cu/Si - and Mg/S -rich intermetallics for T6, and Fe/Cu for T7 at the grain junctions.

Carvalho et al. [14] studied the effects of retro-aging and heat treatment interruption (T7451 and T614-65) of the AA7050 aluminum alloy on its fatigue behavior and fatigue crack growth rate, thus demonstrating the effect of second phase particles on these properties and underlining the importance of thermo-mechanical treatments in the control of the microstructure and mechanical properties of aluminum alloys. In addition, by means of SEM fractography, they visualized the striations associated with the advancement of the crack front in individual cycles, correlating them

with the overall crack growth rate and crack propagation conditions.

Li et al. [15] optimized the Retrogression and Re-Aging treatment (RRA) parameters to improve the corrosion resistance and mechanical properties of the AA7075, reporting that the best combination of these properties is achieved with pre-aging at 120 °C for 16 h, retrogressing at 200 °C for 8 min, and re-aging at 120 °C for 24 h.

Although the heat treatments mentioned above are those commonly used in the industry, recently a number of papers have been published highlighting the benefits of other treatments, or combinations of them, on the mechanical properties of AA7075 alloy. The effect of W-temper heat treatment (solution and rapid cooling) and the simulation of such temper on the mechanical properties and fracture was presented by Moon et al [16] reporting formability improvements over T6, and a localized ductile fracture condition immediately after treatment, different from the brittle fracture condition shown by T6. A study on fracture surface properties of 7075-T651 aluminium alloy under different load conditions and under strain-controlled conditions was presented by Macek et al [17], concluding that the values of the fracture surface parameter, core height, found in the two-stage loading program depend linearly on the equivalent strain, and logarithmically on the fatigue life. Other work on fatigue crack propagation in these alloys is presented in reference [18]. Kumar et al [19], by mechanical and metallographic testing, investigated the effect of Deep Cryogenic Treatment (DCT) on the mechanical and ballistic properties of AA7075-T6 alloy, finding an increase in tensile strength, impact strength and microhardness of AA7075-DCT samples compared to the base material (AA7075-T6) samples; while metallographic analysis revealed fine grains and secondary phase particle distribution in the microstructure of AA7075-DCT samples. They concluded that DCT improved the mechanical and ballistic properties of the aluminum alloy due to grain refinement and high dislocation density.

In this work, using an AA7075 alloy of the same origin and considering the synthesis process, the provenance of the alloy, the heat treatments applied, and the microstructure of the sample, we carried out a comparative study of the mechanical properties and the fractography of this alloy when subjected to T6, T7, and RRA treatments.

2. MATERIALS AND METHODS

2.1 Commercial alloy AA7075

A commercial aluminum alloy AA7075, supplied by SUMINDU, S. A., Barcelona, Anzoátegui, Venezuela (bars $\varnothing = 25.4$ mm), was used in this study. Its chemical composition in percentage by

weight (% by weight) is shown in Table 1.

2.2 Methodology

The specimens were tension tested and machined to standardized dimensions as per ASTM E8/E8M09 (ASTM E8, 2009), as shown in Figure 1.

Table 1. Nominal composition, in % by weight of commercial alloy AA7075.

	<i>Al</i>	<i>Zn</i>	<i>Mg</i>	<i>Cu</i>	<i>Fe</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Cr</i>	<i>Ti</i>
Máx	Remainder	6.1	2.9	2.0				0.28	
Mín		5.1	2.1	1.2	0.5	0.4	0.3	0.18	0.2

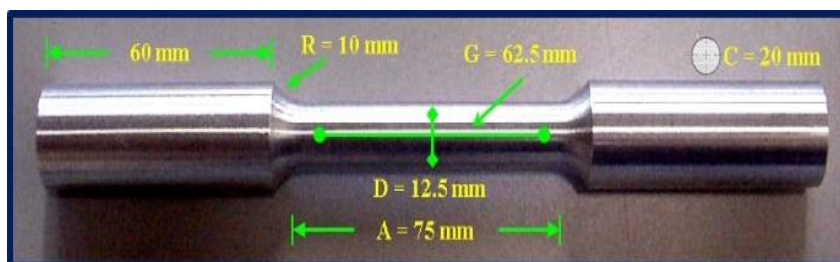


Figure 1. AA7075 specimen cut and machined to ASTM E8/E8M09 dimensions. G: length between points or calibrated length, A: length of the reduced section, D: diameter of the reduced section, R: radius of curvature, C: diameter of the final section.

Once the specimens were obtained, they were homogenized at 480 °C for 30 min and quenching in cold water (3 °C) to minimize their microstructural evolution. The homogenized samples were subsequently subjected to the different heat treatments:

T6: aged at 25 °C for 2 h → aged at 100 °C for 6 h → aged at 140 °C for 15 h.

T7: aged at 25 °C for 2 hours → aged at 170 °C for 6 hours.

RRA: aged at 120 °C for 24 h → retrogressed at 200°C for 40 min → re-aged at 120 °C for 24 h.

Three specimens were used at each step for each heat treatment applied, then tested in a Zwick/Roell model Z1200E tension tester. The results of the

tensile test and applied load vs. specimen elongation were digitally recorded. Stress-strain data were recorded using an MacroXten II extensometer with a maximal measurement range of 150 mm attached directly to the specimen, being his accuracy class 0.5 ISO 9513, with a maximum error ± 1 μ m in the differential displacement measurement between two measurement points in the range of 20 μ m to 200 μ m. Tests were stopped when total fracture occurred in each specimen.

In each case, fractographies of the heat-treated specimens, once fractured, were observed in a PHILLIPS scanning electron microscope model FEI QUANTA 200 with an accelerating voltage of 20 kV (Figure 2).



Figure 2. AA7075-T6 fractured specimens obtained at the end of the tensile test.

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Tensile test

True stress versus true strain (σ vs ϵ) graphs showing the elastic and plastic zones characteristic of the materials were obtained from the tensile test. Figures 3, 4, and 5 show the σ vs ϵ graphs for AA7075 subjected to homogenization, T6, T7 and RRA heat treatments, respectively. They show the curves corresponding to three specimens for each

of the thermal conditions to which the alloy was exposed. The average values of the mechanical properties were obtained from these graphs: yield stress ($\sigma_{y0,2\%}$), tensile strength (S_{UTS}), true stress at maximum load (σ_u), fracture stress (σ_f), ductility (% L and % A), resilience modulus (U_R), and toughness (U_T). Table 2 summarizes the values of the mechanical properties of AA7075 subjected to different heat treatments, in each case the measurements are affected by an error of less than 2%, estimated according to reference [20].

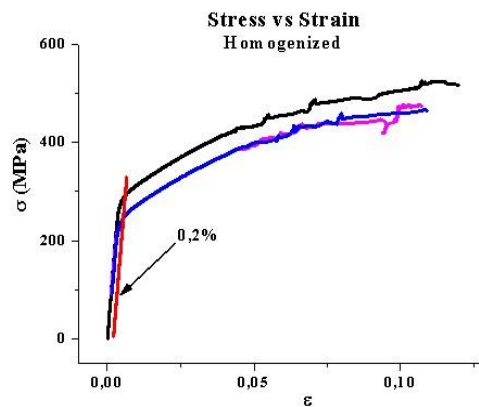


Figure 3. True stress-strain curves corresponding to a homogenized commercial alloy AA7075. Specimens — 1, — 2, — 3.

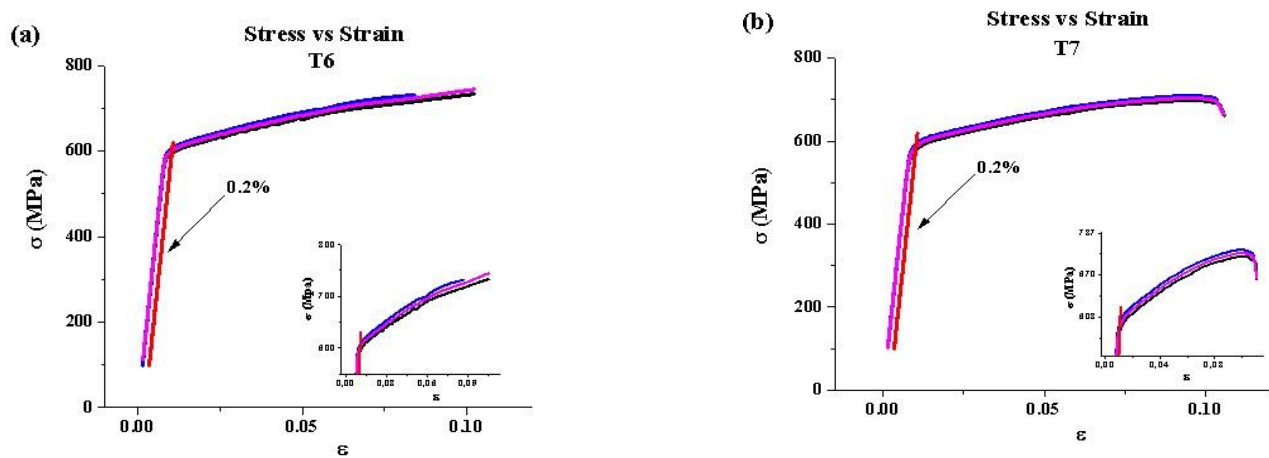


Figure 4. True stress-strain curves corresponding to AA7075 subjected to heat treatments: (a) T6 (b) T7. Specimens: — 1, — 2, — 3. Insert: Enlargement of the plastic zone of the alloy.

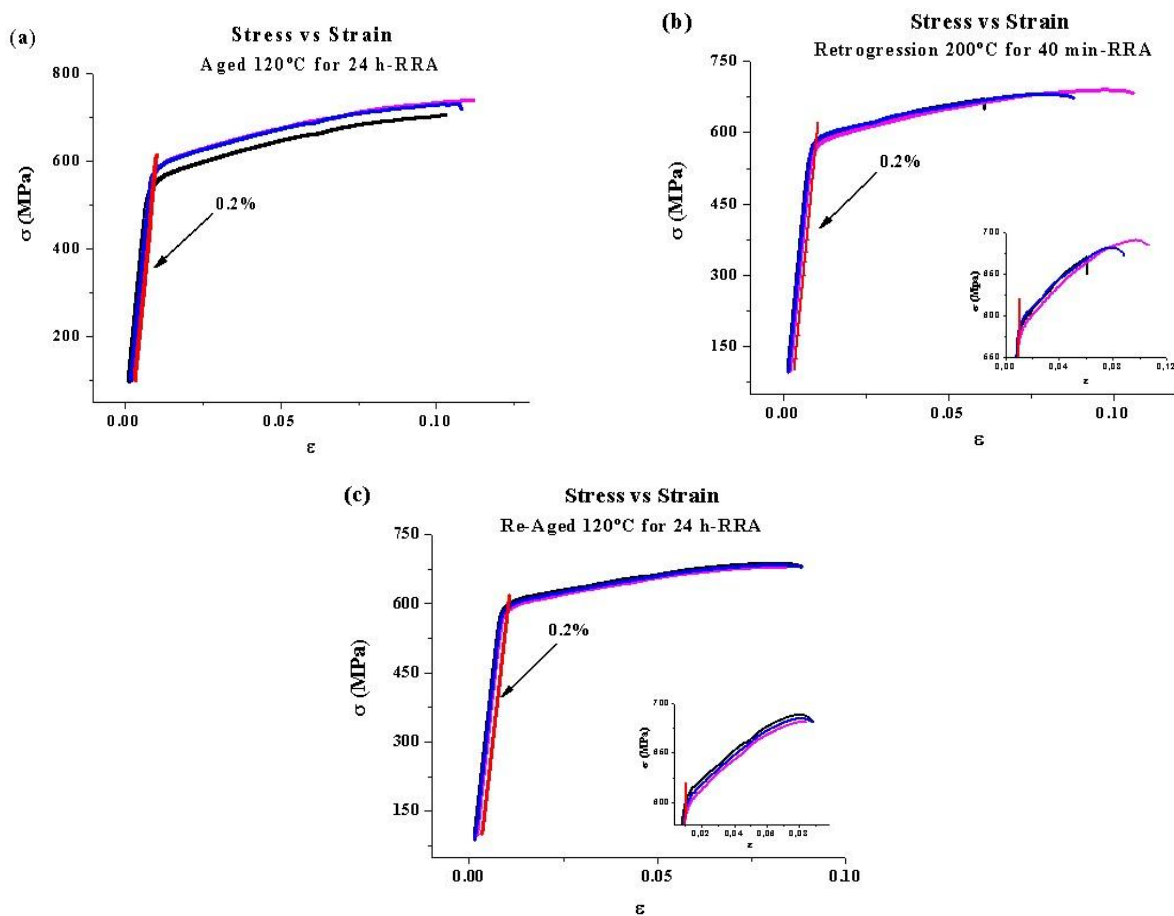


Figure 5. True stress-strain curves corresponding to commercial alloy AA7075 in each of the stages of the RRA treatment: (a) Aged, (b) Retrogression (c) Re-Aged. Specimens: — 1, — 2, — 3. Insert: Enlargement of the plastic zone of the alloy.

An increase in the values of static properties $\sigma_{y0,2\%}$, S_{UTS} , σ_u , σ_f of the heat-treated AA7075 alloy relative to the values obtained from the as-delivered condition specimen (specimen without TT) is reported. The percentage increase for yield stress ranged between 8 % (T7) and 11 % (T6); for S_{UTS} , between 6 % (RRA) and 12 % (T6); for true stress at maximum load, between 7 % (RRA) and 15 % (T6); and for σ_f , between 9 % (T7) and 20 % (T6). The U_R modulus grew between 12 % (Retrogression) and 22 % (T6) with respect to the specimen without TT. This means that AA7075 is one of the Al alloys that undergo an increase in their mechanical strength when subjected to heat treatments; especially T6, since a fine precipitation of η' particles in the matrix is obtained with this treatment, which helps improve its microstructural condition. However, the values of ductility and toughness of the AA7075 alloy decreased from 33% and 39 % (Retrogression step in RRA

treatment) to 6 % (T7) and 26 % (Retrogression), respectively. The increase of the mechanical strength in the alloy produced a decrease in its ductility and toughness, a behavior also reported in other materials [21].

The homogenized samples showed a decrease in their mechanical properties, ductility being reduced by up to 3 % and U_R by up to 77 %. The reason for this drastic change in the mechanical properties of the homogenized AA7075 with respect to the delivery sample is associated with the difference in microstructure in both samples. As we established in our previous work [1,2], the homogeneous microstructure of our alloy shows only incipient traces of Guinier-Preston zones formed during quenching, whereas the delivery sample and the heat-treated samples have a series of precipitates typical of each treatment; and distributed in type, shape, and size accordingly [1,2].

Table 2. Mechanical properties of commercial alloy AA7075 subjected to different heat treatments.

Heat Treatment	$\sigma_{y0,2\%}$ (MPa)	S_{UTS} (MPa)	σ_u (MPa)	σ_f (MPa)	Ductility		U_R (MPa)	U_T (MPa)
					%L (%)	%A (%)		
Specimen without HT	544	596	636	557	6	8	2	73
Homogenized	260	443	488	434	5	8	0.47	42
T6	601	667	732	667	4	8	2	62
T7	586	644	697	606	4	8	2	68
Aged 120°C for 24 h	568	654	716	647	4	8	2	69
RRA Retrogression 200°C for 40 min	574	631	677	614	3	8	2	54
Re-Aged 120°C for 24 h	591	634	680	625	4	8	2	55

In general, since all the reported variations of the mechanical properties are a consequence of the interaction between the different elements making up the microstructure [9], they constitute a logical and coherent explanation of precipitate redistribution.

The η'/η ratio in T6 and T7 treatments can induce

higher mechanical strength thanks to the presence of aging peaks (T6) or an over-aging that yields maximum rupture strength and higher corrosion resistance (T7) thanks to the higher abundance of η' precipitates and their smaller size in T7 as compared to T6. RRA induces improvements in both properties as it regulates the type and proportion of precipitates

and defects within the grain and its vicinity [1,2,22].

Young's modulus was evaluated in the elastic zone, showing minimal variations, which are within the statistical range of the value established in the literature. These values are shown in Table 3.

Figures 6 and 7 show the plastic region of the real stress-strain curve of alloy AA7075 subjected to different heat treatments and the three curves plotting the average of the three specimens for each thermal exposure. The plastic properties of the alloy, given in Table 3, were obtained from these graphs. The values obtained from Hollomon's law for strain work-hardening exponent n and plastic modulus K for thermal treatments T6, T7, and RRA, as compared to those undergone by the delivery specimen, underwent increases, AA7075-H prevailing with the highest n value ($n = 0.23$) and AA7075T6 dittoing with K ($K = 922$ MPa). The

higher hardening coefficient of AA7075-H might be the result of the precipitation of the Cu-rich S-phase (Al_2CuMg) at approximately 480 °C [23], an ideal temperature for the homogenization of AA7075. The value of K in the AA7075T6 alloy confirmed once again that T6 is the heat treatment that substantially improves the mechanical strength of the alloy.

Figure 8 summarizes the mechanical properties of the alloys. The stress and mechanical properties (yield stress and tensile strength) of the alloy subjected to TT-T6 reveal higher values than those obtained with the other heat treatments. In contrast, the properties of the homogenized alloy reported the lowest values. The differences observed are predicated on the microstructural conformation each treatment generates in the alloy.

Figure 8 highlights the higher tensile strength obtained with T6 and the higher toughness obtained with T7.

Table 3. Tensile elasto-plastic parameters of commercial alloy AA7075 subjected to different heat treatments.

Heat Treatment		Hooke's Law (elastic zone $\sigma = E \epsilon$)			Hollomon's Law (plastic zone $\sigma = K \epsilon^n$)		
		E (GPa)	b	R ²	n	K (MPa)	R ²
Specimen without HT		73.3	-5.81089	0.9996	0.08	798.8	0.991
Homogenized		72.3	2.91976	0.9996	0.23	809.3	0.994
T6		73.1	3.39386	0.9999	0.10	921.9	0.989
T7		71.0	4.71875	0.9998	0.08	859.8	0.991
Aged 120°C for 24 h		73.1	-52.54114	0.9999	0.11	920.4	0.993
RRA	Retrogression 200°C for 40 min	72.6	-50.75849	0.9999	0.09	848.1	0.994
Re-Aged 120°C for 24 h		72.8	4.21983	0.9999	0.07	822.4	0.990

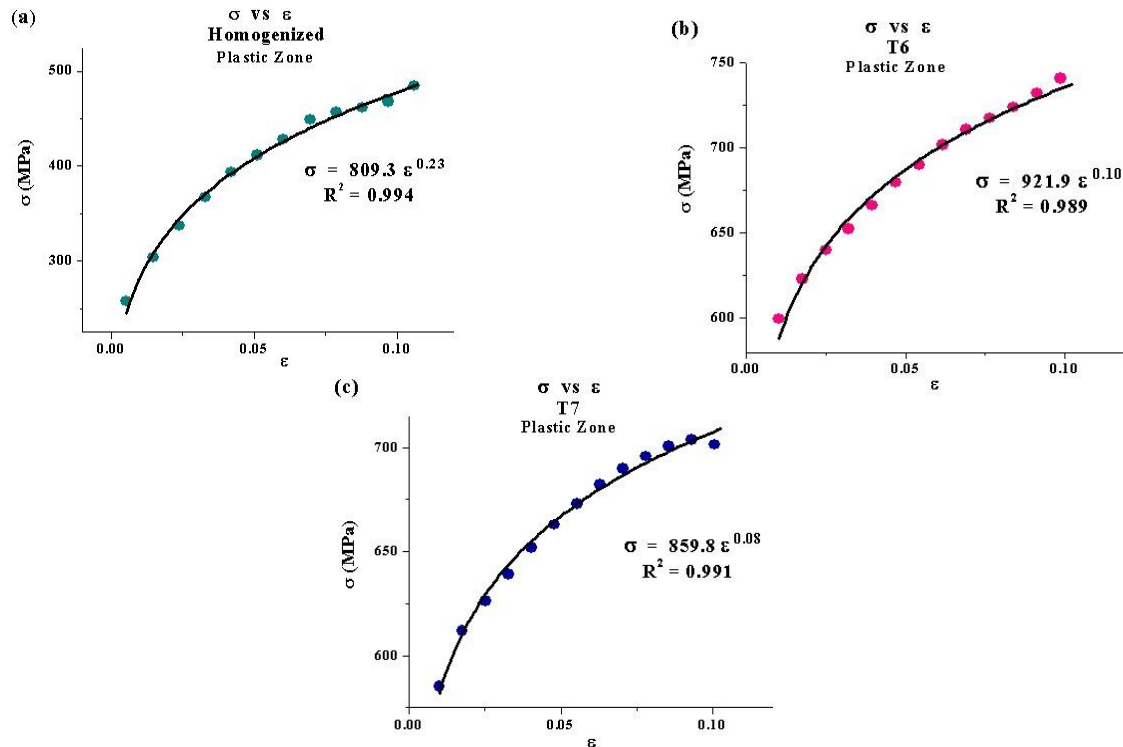


Figure 6. Plastic zone of the true stress-strain curve corresponding to the commercial alloy AA7075 subjected to heat treatments: (a) Homogenization, (b) T6 and (c) T7. ● Experimental, — Polynomial (Hollomon).

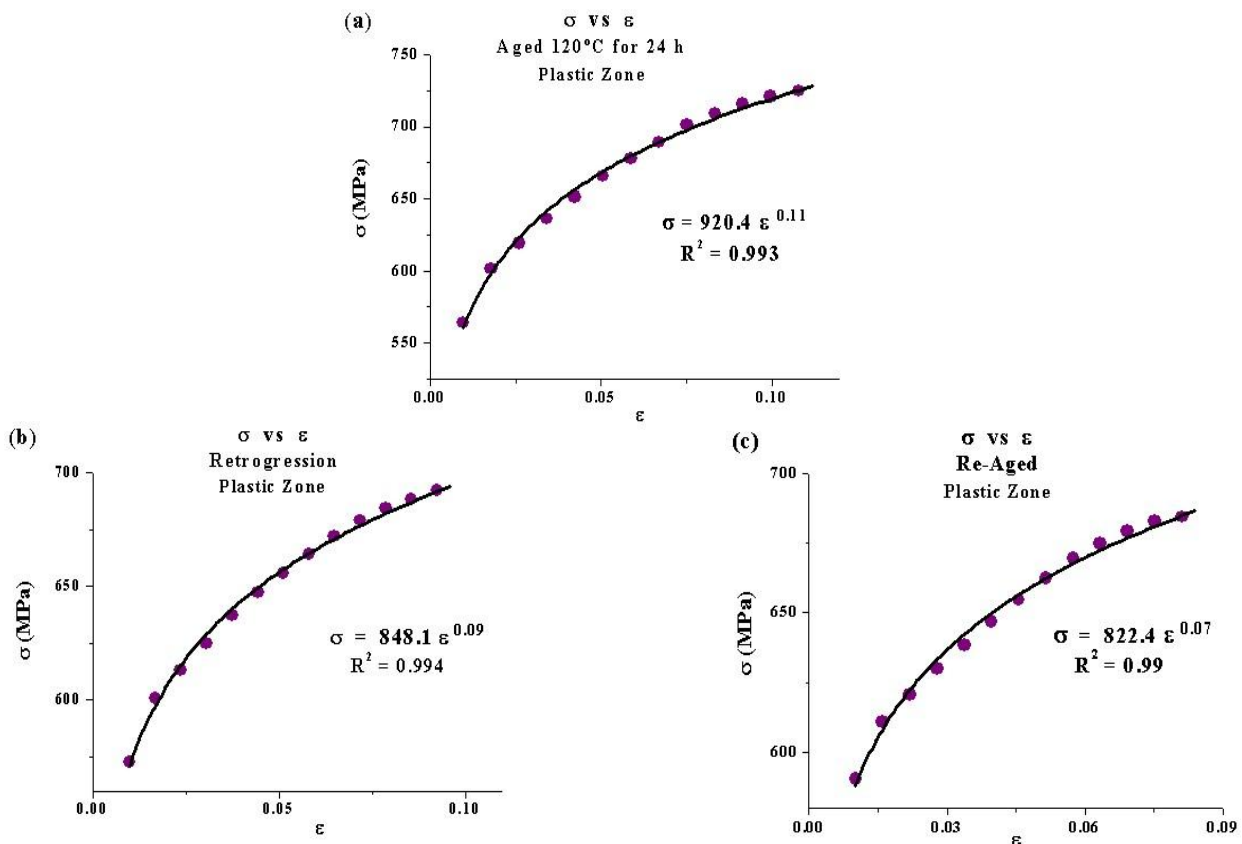


Figure 7. Plastic zone of the real stress-strain curve corresponding to the commercial alloy AA7075-RRR: (a) Aged (b) Retrogression, and (c) Re-Aging. ● Experimental, — Polynomial (Hollomon).

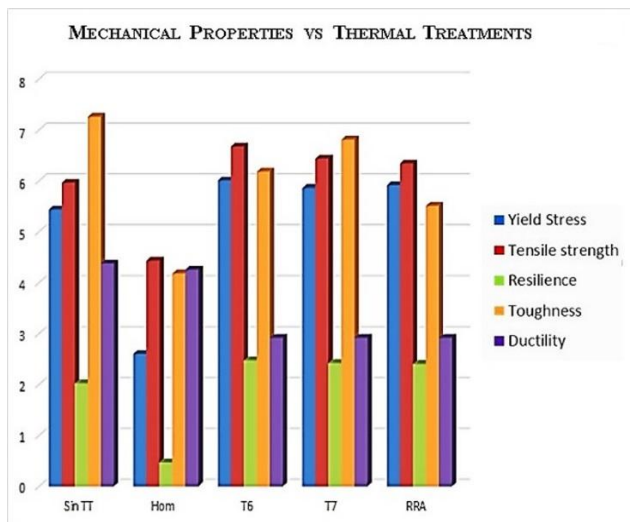


Figure 8. Comparative graph of the mechanical properties of commercial alloy AA7075 as a function of the heat treatments applied.

3.2 Fractographic study of alloy AA7075

For the fractographic analysis corresponding to the tensile test, one specimen was chosen for each step of every heat treatment applied.

3.2.1. Tensile test of a AA7075 specimen without heat treatment

Figure 9.a shows the fractography of the fracture surface cross-section, which broadly reflects the ductile character of the failure showing the decreased area resulting from the perpendicular stress applied to it. Figures 9.b and 9.c show SEM micrographs of an enlarged area of the specimen tested. These figures show transgranular cracks and some micro-concavities possibly formed by localized dimple colonies, which become secondary cracks because of the stress applied.

The fracture surfaces present an irregular distribution in shape, size, and dimple scarcity, most of them lacking precipitates in their interior, a fact reflected in the high toughness shown in Table 2 and Figure 8. Some zones on the fracture surface are shown smooth, without dimples, a consequence of friction during the fracture process [24]. Although the behavior reflected in this micrograph is typical of ductile materials [25-28], the mechanism responsible for the fracture of the samples seems complex, involving dimple

coalescence and matrix stretching brought about by the friction and stress generated by the dimples and microcavities in their environment. This behavior is very similar to that reported in Reference [11] in deformed samples and attributed to quasi-cleavage.

3.2.2. Tensile test of a specimen of the AA7075-homogenized alloy

Figures 10 (a-c) correspond to SEM fractographies of the fracture surface cross-section of the homogenized AA7075 and their respective magnification. The magnification evinces the presence of transgranular cracks and a wide dimple distribution throughout the fractured surface, which confirms the ductile nature of such fractures [28]; dimple nucleation, growth, and subsequent coalescence being the dominant fracturing mechanism in the specimens. Irregularly shaped particles are also observed both at the contours and inside the dimples (Figure 10.c). The EDX spectra of two of these particles are shown in Figure 10.d, the lines of greater intensity corresponding to Al and Mg. The elements Cu, Zn, Mg, Fe, and Mn, among others, are also identified. It is worth noting that the presence of Cu rich phases (S-Al₂CuMg phase) has been identified in samples treated at high temperatures [1,29].

3.2.3. Tensile test of AA7075-T6 alloy specimen

Figures 11 (a-c) are SEM micrographs of the AA7075-T6 alloy subjected to a tensile test. These micrographs correspond to the cross-section and expanded area of the specimen tested. As the magnification is increased, intergranular cracks with irregularly shaped and sized micro dimples, characteristic of ductile fractures, can be observed [25]. Some secondary cracks are also identified in these micrographs. An important presence of precipitates, distributed throughout the fracture surface and located both inside and outside the dimples, is also identified. The EDX spectra of two of these particles, shown in Figure 11.d, exhibit a majority presence of Al and Mg and, in a smaller proportion, the presence of Zn, Cu, Si, Fe, Cr; and particularly, oxygen and carbon, the latter entered during the manipulation of the specimens. The fracture mechanism seems to be like that of the homogenized samples, although the precipitates and dimples present a smaller size due to aging at 140°C.

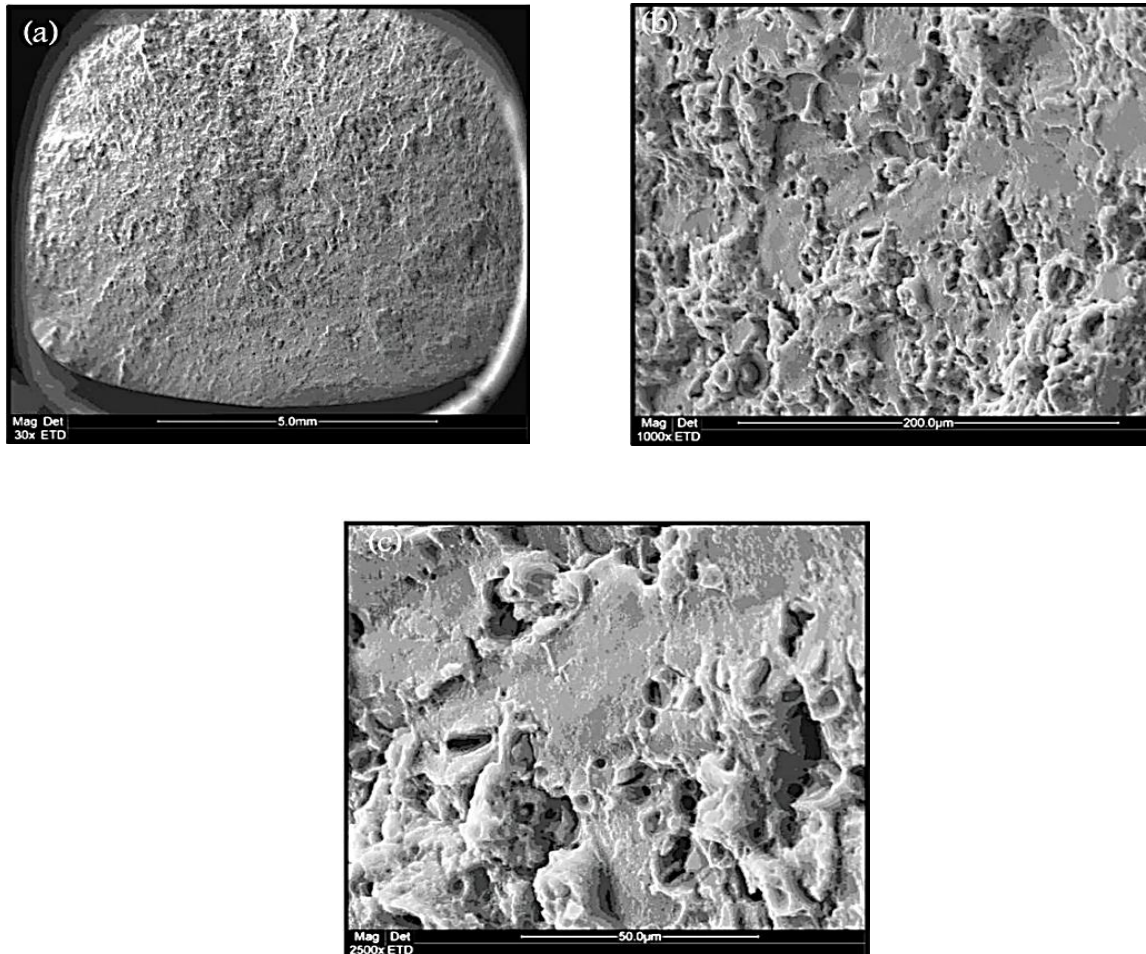


Figure 9. SEM micrographs of a commercial AA7075 alloy without TT subjected to a tensile test: a) fracture surface cross-section of the specimen b) midsection of the fractured surface, and c) enlargement of the fractured surface's midsection.

3.2.4. Tensile tested specimen of the AA7075-T7 alloy

Figures 12 (a-c) are SEM fractographies of the AA7075-T7 tested by following the same protocol of the previously studied samples. The enlargement shows evidence of transgranular cracks [25] and dimples distributed over the entire fracture surface and having a larger diameter than those reported for the AA7075-T6 alloy. The contrast in the figure hints at the presence of microcavities. The fracture

is of a ductile character, and some particles are observed inside the dimples (Figure 12.c). Precipitates rich in Al, Cu, Zn, Mg, Mn, and Fe are predicted from the EDX spectra highlighted in Figure 13.d. Note that the specific spectra in this figure differ from those shown for the T6 treatment because the temperature and aging time in both treatments facilitate the formation of different precipitates, T7 favoring abundant precipitation of the η' phase.

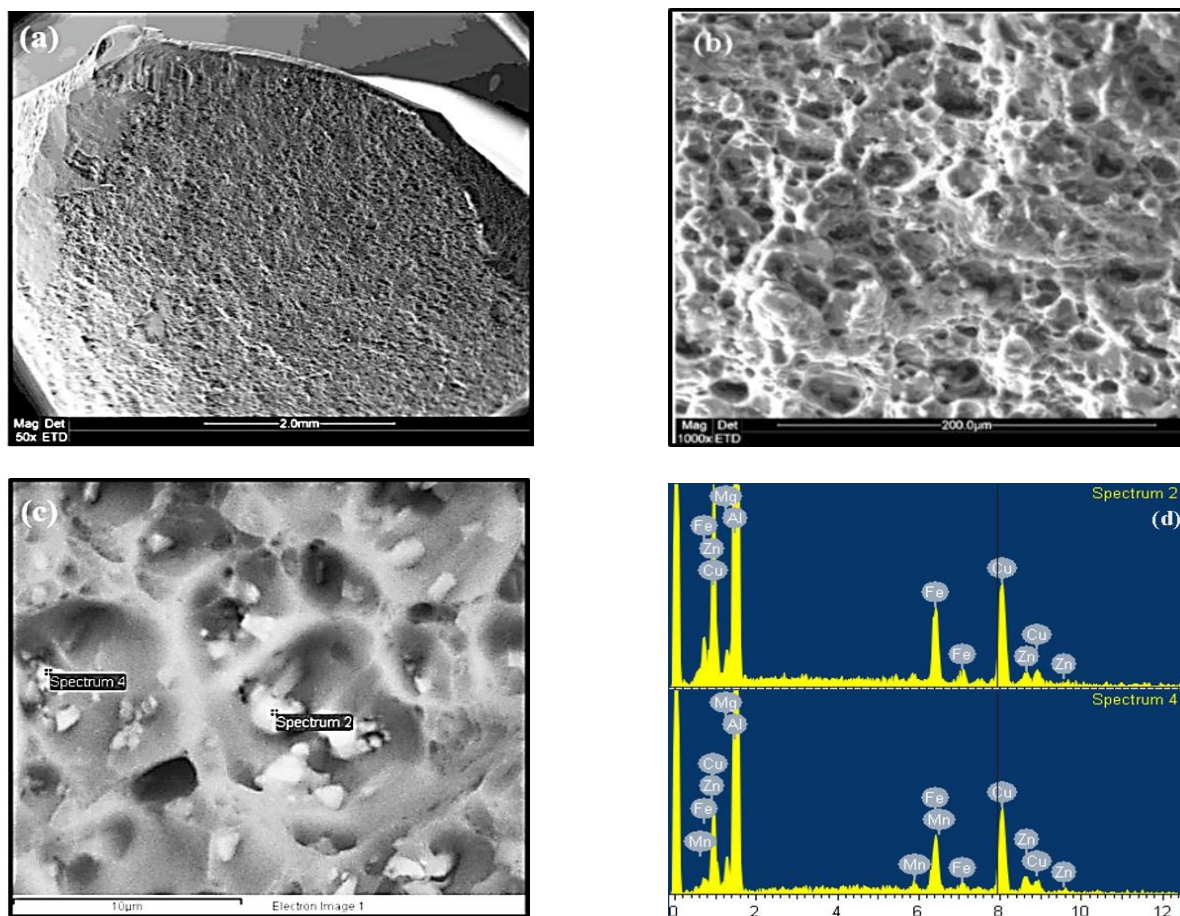


Figure 10. SEM micrographs of a homogenized commercial AA7075 alloy subjected to a tensile test: a) Cross-section of its fracture surface, b) segment of the central zone of the fracture surface, and c) enlargement of the central zone of the fracture surface. d) EDX spectra in two particles of the alloy studied.

3.2.5 Tensile test of alloy AA7075 specimen subjected to RRA heat treatment

Fractographies corresponding to the steps composing the RRA heat treatment are shown in Figure 13.

These micrographs show overall ductile transgranular failures modeled at each step by the heat treatment applied.

Figures 13 (a-c) correspond to SEM micrographs of the AA7075 alloy aged at 120 °C for 24 h. A tangle of dimples very similar to that observed in the specimens subjected to T6 is evidenced, their enlargement showing an irregular distribution and important size and depth. This behavior is no doubt related to the high ductility and toughness reflected

in Table 2. The local composition of two of them, analyzed by EDX, whose spectra are shown in Figure 14, indicates the important participation of Al and Mg, in addition to Fe, Zn, Cu, and Mn, among others.

Figures 13 (d-f) correspond to samples subjected to retrogression at 200 °C for 40 min. The micrographs are somewhat related to what was observed in the specimens subjected to T7, with a higher dimple density of smaller size and precipitates located throughout the fracture surface. Some microcavities, indicative of possible cleavage [24], are also exposed. Micrograph 13.d details the presence of precipitates of semi-spherical morphology located preferentially on the outside of the dimples.

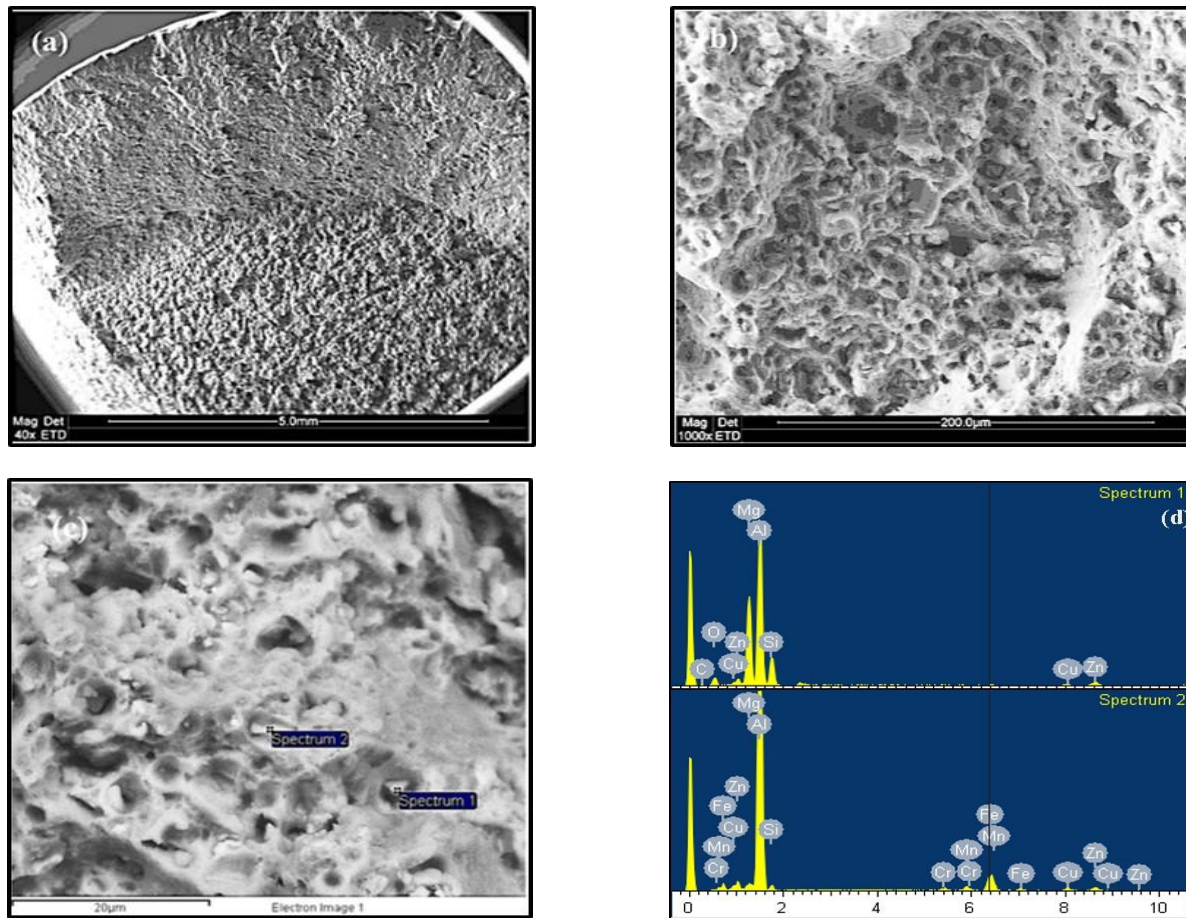


Figure 11. SEM micrographs of a commercial AA7075 alloy aged at 140 °C for 15 h (T6) and subjected to a tensile test: a) Cross-section of the fracture surface of the specimen, b) segment of the central zone of the fractured surface, and c) enlargement of the central zone of the fracture surface. d) EDX spectra in two particles of the alloy studied.

Figures 13 (g-i) correspond to the cross-section and enlarged area of the re-aged AA7075 fracture surface, the last step of the RRA treatment. As magnification increases, the transgranular character of the cracks becomes visible, and so do microholes of varying sizes, typical of ductile materials. As for the particles located within these microholes and on their contours, the EDX spectra of Figure 14.i show that they are precipitates rich in Al, Mn, Fe, Mg, Zn, and Cu.

Our fractographic study reveals that the thermal treatments affect the distribution, number, and size of dimples; and when related to the values of the mechanical strength of the AA7075 tested, given in Table 2, it is confirmed that the greater the number of micro dimples, the lower the ductility of the sample and the higher its mechanical strength.

4. CONCLUSIONES

The commercial alloy AA7075 was subjected to RRA, T6, and T7 heat treatments and assessed by tensile testing and SEM techniques to evaluate their effect on its mechanical properties, behavior, and fractography. The results show that:

1. The thermal treatments condition the microstructure of the alloy, generating different phases whose shape and size distribution regulate its mechanical properties.
2. The homogenized samples were the most ductile (together with the samples originally delivered) as well as the least resilient and tenacious.

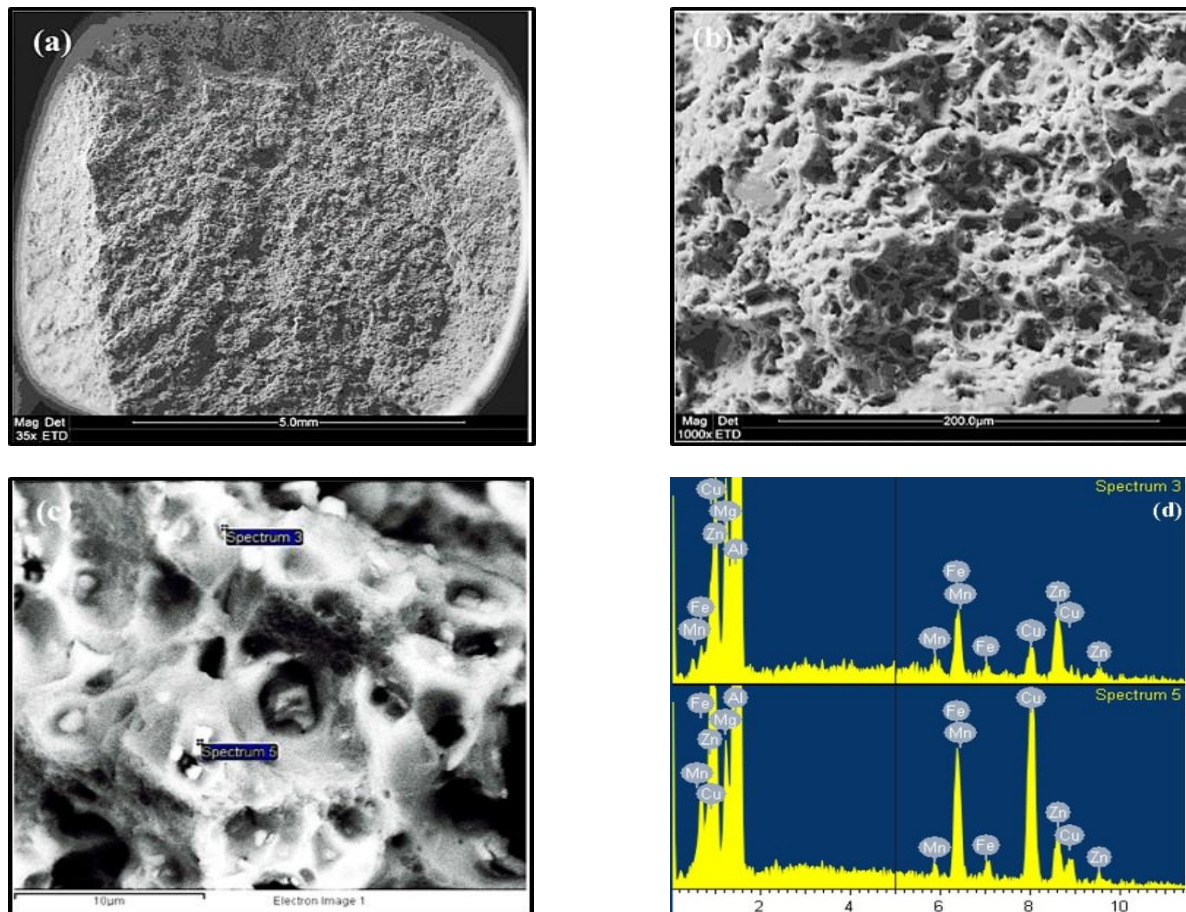


Figure 12. SEM micrographs of a commercial AA7075 alloy aged at 170 °C for 6 h (T7) subjected to a tensile test: a) Cross-section of the fracture surface of the specimen, b) segment of the central zone of the fracture surface, and c) enlargement of the central zone of the fracture surface. d) EDX spectra in two particles of the alloy studied.

3. The T6 treatment enhances all the mechanical properties of the alloy except its toughness, which is lower than that shown by samples subjected to T7.
4. The RRA treatment induces a behavior of the mechanical properties intermediate between T6 and T7, which makes it possible to regulate the corrosion resistance in T6 and the overexposure of T7.
5. The fractographic study reveals the ductile and transgranular character of the fractures studied, the formation, growth, and coalescence of microholes being responsible for such fractures in the heat-treated samples. In the untreated samples, a complex behavior associated to the

high presence of defects was detected, a phenomenon that hints at the possible existence of quasi-cleavage.

6. The thermal treatments modify the distribution, size, and shape of dimples, affording ductility to the fracture.
7. As the number of micro dimples in the alloy, increases because of the tempers applied, its ductility decreases, and its mechanical resistance improves. Some researchers associate this characteristic with the presence of precipitates inside the microholes; our micrographs, however, reveal the presence of precipitates, mainly rich in Al and Mg and distributed over the entire fracture surface.

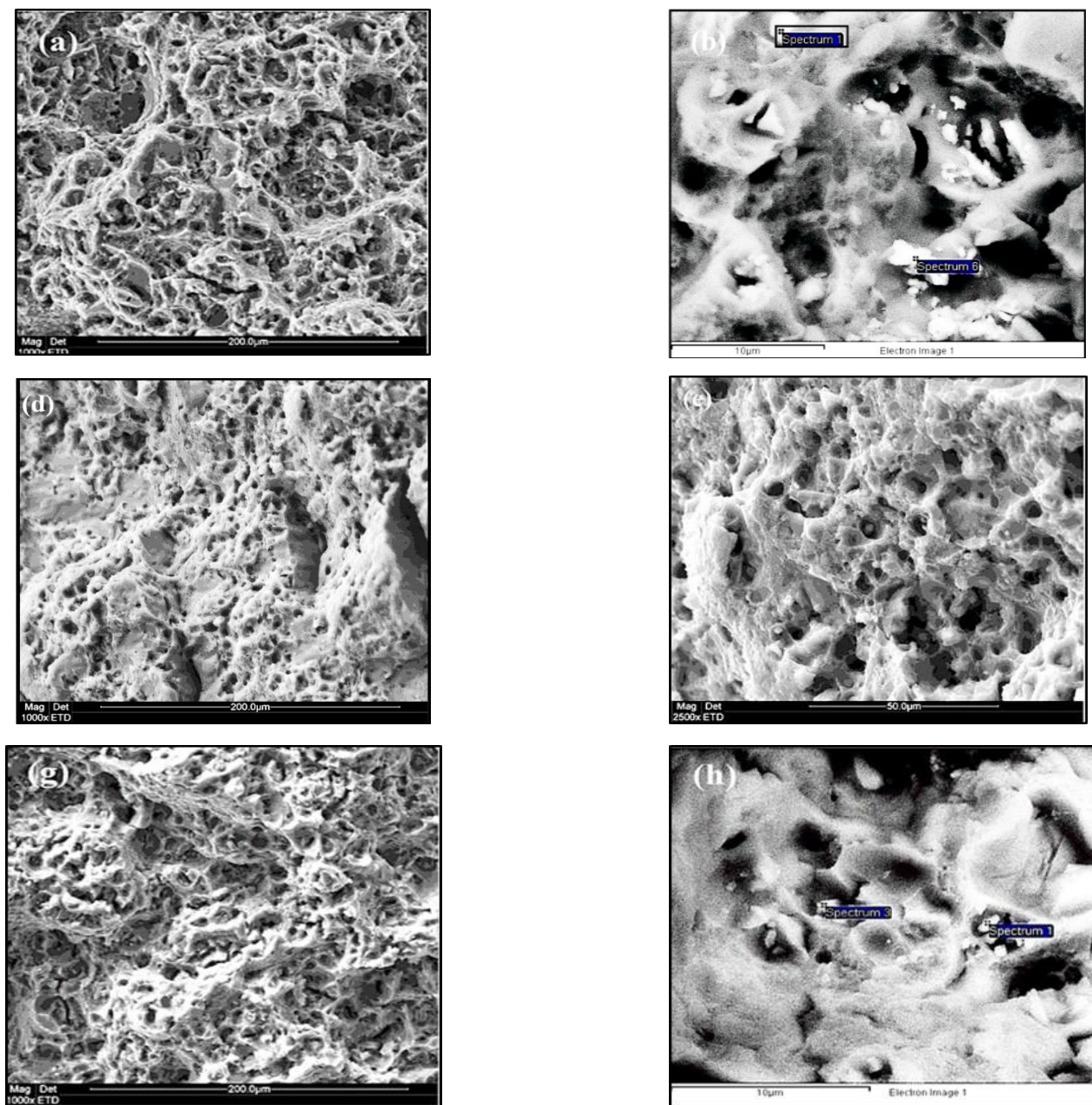


Figure 13. SEM micrographs of a commercial AA7075-RRA alloy showing the effect of the tensile test at each step of the heat treatment. First line (a, b): 1st RRA step (aging at 120°C for 24 h). Second line (d, e): 2nd RRA step (retrogression at 200°C for 40 min). Third line (g, h): 3rd RRA step (re-aging at 120°C for 24 h). a, d, g: Segment of the central zone of the fracture surface. b, e, h: enlargement of the central zone of the fractured surface. (c, i) in Figure 14 : EDX spectra in two particles present in the alloy studied, correspondent to RRA first step and RRA final step,

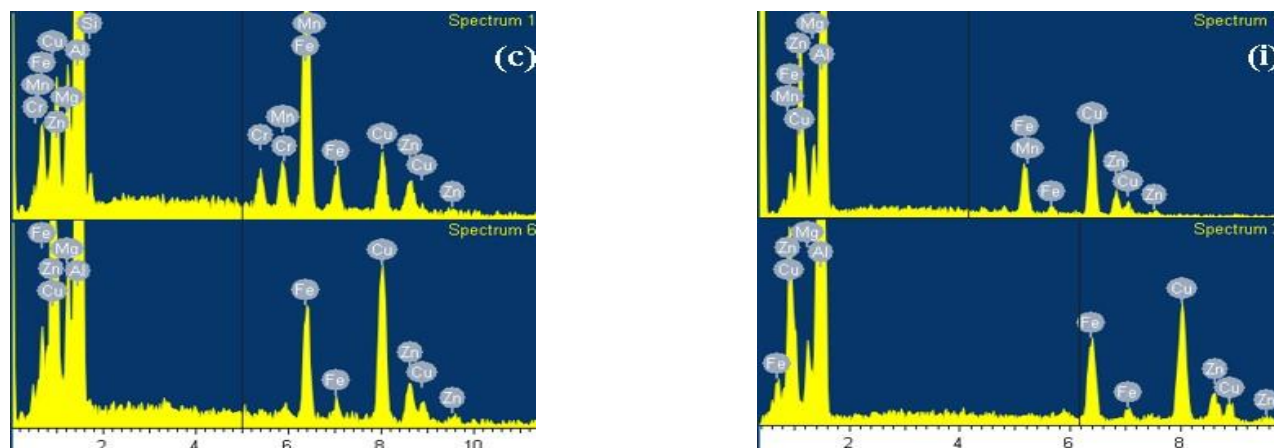


Figure 14. SEM-EDX spectra in two particles present in the alloy studied, correspondent to RRA first step (c) and RRA final step (i).

5. ACKNOWLEDGMENTS

The authors thank Carlos Mota for his support and translation of the manuscript. To the Research Institute of Biomedicine and Applied Sciences “Dra. Susan Tai” (IIBCA-UDO) for allowing me to use the universal mechanical testing equipment to carry out the tensile tests. To the Siderúrgica del Orinoco (SIDOR) for carrying out the SEM fractographies.

6. BIBLIOGRAPHY

- [1] Luiggi NJ, Valera MV. J. Therm. Anal. Calorim. 2017; 130 (3): 1885–1902.
- [2] Luiggi NJ, Valera MV. Rev. LatinAm. Metal. Mat. 2017; 37 (2): 160–178.
- [3] Bhandarkar MD, Lisagor WB. NASA Technical Paper 1086. 1977.
<https://ntrs.nasa.gov/api/citations/19840003162/downloads/19840003162.pdf>
- [4] Lynch SP, Moutsos S. J Fail. Anal. and Preven. 2006; 6 (6): 54–69.
- [5] Pantazopoulos GA. Metals. 2019; 9 (148): 1–20.
- [6] Hunter MS, McMillan JC, “Fractography and Microstructure of Aluminum Alloys 7075-T651 and 7075-T7351”. In: The Symposium on Electron Fractography was presented during the Seventieth Annual Meeting of the Society held in Boston, Mass., 25—30 June 1967. Electron Fractography, ASTM Spec. Tech. Publ., 1968; 436: 196–211.
- [7] Kirman I. Metall. Trans. 1971; 2: 1761–1770.
- [8] Irisarri AM and Atxaga G, “Fractographic study of two damage tolerant aluminium alloys”. In ECF13 (13th European Conference on Fracture “Fracture Mechanics: Applications and Challenges”), San Sebastian (España) 2000. Last modified: 2013-02-09: p. 1–8.
<https://www.gruppofrattura.it/ocs/index.php/esis/ECF13/paper/viewFile/8505/4947>
- [9] Zhihui L, Xiong B, Zhang Y, Zhu B, Wang F, Liu H. Mater. Charact. 2008; 59: 278–282.
- [10] Panigrahi SK, Jayaganthan R. Mater. Sci. Forum. 2008; 584-586: 734–740.
- [11] Tajally M, Huda Z, Masjuki HH. J. Appl. Sci. 2009; 9 (21): 3888–3893.
- [12] Pedersen KO, Børvik T, Hopperstad OS. Mater. Des. 2011; 32 (1): 97–107.
- [13] Askari-Paykani M, Meratian M, Shayan M, Raeissi K. Anti-Corros. Methods Mater. 2012; 59 (5): 231–238.

- [14] Carvalho ALM, Martins JP, Salvati E, Sui T, Korsunsky AM. *Procedia Struct.Integr.* 2016; 2: 3697–3704.
- [15] Li R, Liu T, Su R, Su J, Qu Y. *J. Mater. Eng. Perform.* 2018; 27 (11): 6246–6255.
- [16] Moon C, Thuillier S, Lee J, Lee MG. *J. All. Com.* 2021; 856: 158180
- [17] Macek W., Branco R, Costa JD, Pereira C. *Mech. Mat.* 2021; 160: 103972
- [18] Branco R, Costa J.D, Borrego L.P, Wu S.C, Long X.Y, Zhang F.C. *Int. J. Fatig.* 2019; 129: 105234.
- [19] Kumar SD, Magarajan U, Kumar SS, Rodríguez M. D. T. 2023; 30: 101-110
- [20] Kostic S, Milojkovic J, Simunovic G, Vukelic J, Tadic B. *Eng. Sci. and Techn. An International Journal.* 2022; 25, 10098.
- [21] Forn A, Martín E. “Resistencia y flujo plástico del material compuesto 2124/SiC/17p”. 2004. www.gef.es/congresos/20/pdf/GEF083.pdf
- [22] Valera M del V, Luiggi NJ. *Acta Microsc.* 2016; 25 (1): 1–8.
- [23] Belov NA, Eskin DG, Aksenov AA. *Multicomponent phase diagrams: applications for commercial aluminum alloys.* 2005. United Kingdom: Elsevier Ltd.
- [24] Dumont D, Deschamps A, Bréchet Y. *Acta Mater.* 2004; 52 (9): 2529–2540.
- [25] Ou BL, Yang JG, Wei MY. *Metall. Mater. Trans. A Phys. Metall. Mater. Sci.* 2007; 38A: 1760–1773.
- [26] Wang D, Ni DR, Ma ZY. *Mater. Sci. Eng. A.* 2008; 494A: 360–366.
- [27] Wang D, Ma ZY. *J. Alloys Compd.* 2009; 469: 445–450.
- [28] Vratnica M, Pluinage G, Jodin P, Cvijovic´ Z, Rakin M, Burzic´ Z. *Mater. Des.* 2010; 31: 1790–1798.
- [29] Wang K, Su R, Ma S, Qu Y, Li R. *J. Mater. Eng. Perform.* 2020; 29(5): 3297-3304.

7. MINI-BIOGRAPHY OF AUTHORS



María del Valle Valera Maneiro: Full Professor of the Physics Department of the Universidad de Oriente-Sucre (UDO). She graduated with a degree in Physics (UDO) with a thesis in seismology, a Master's degree in Physics (UDO) in the area of condensed matter and a Doctorate in Engineering Sciences (UCV). She is a researcher in the Physics of Metals Group, her field of study is the synthesis and characterization of Al alloys. (ORCID: 0000-0002-8300-0094)



Ney José Luiggi Agreda: Full Professor of the Physics Department of the Universidad de Oriente-Sucre-Venezuela. Degree in Physics with thesis in physical spectroscopy, DEA (Diplome d'Etudes Approfondies) in Metallurgy and Docteur de troisieme Cycle en Metallurgie Physique, both degrees from the Institute National Polytechnique de Grenoble (INPG) and the Ecole National Supérieur d' Electrochimie et Electro-Metallurgie (ENSEEG), France. With updating internships at INSA Lyon-France. He is currently the Coordinator of the Metals Physics Group of the Physics Department of the Science School and Coordinator of the Metals Research area in the Materials Science Doctorate at IIBCA-UDO. His research field covers different topics of Condensed Matter Physics, with special interest in: experimental and theoretical characterization of Aluminum, Iron and Magnesium alloys, ab-initio calculations of electronic charge density dependent properties and Simulation of phase change kinetics by cellular automata and stochastic methods. (ORCID: 0000-0002-0215-1318)

MODELADO DE LA DISTORSIÓN DURANTE EL TEMPLE DE PROBETAS C-RING DE ACERO AISI-SAE 4340

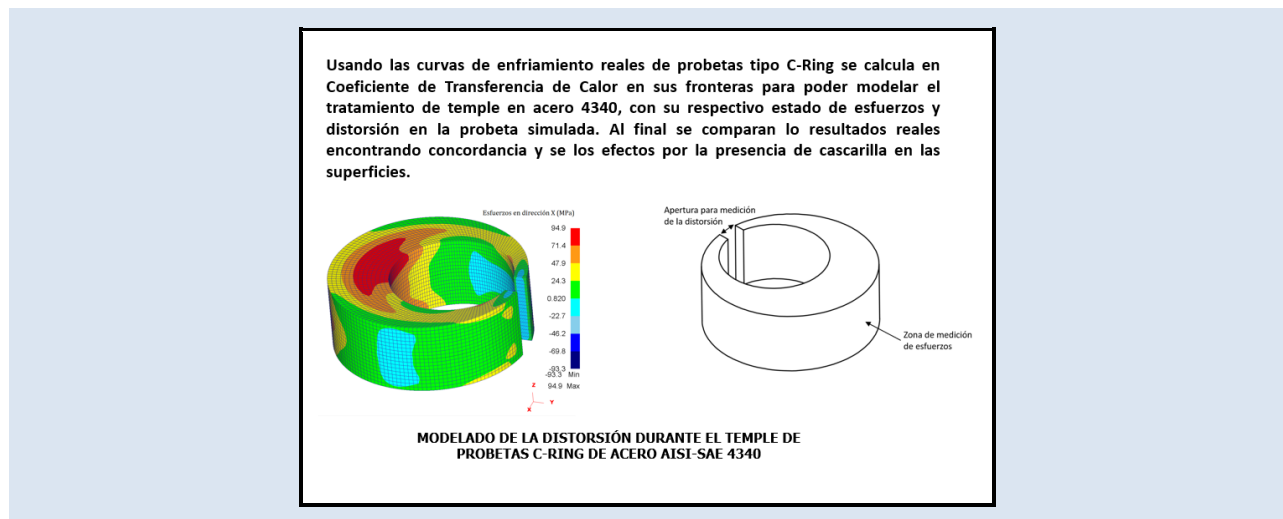
Israel Medina Juárez^{1*}, Ricardo Daniel López García², María Magdalena Reyes Gallegos¹, Carlos Puga Patlán¹, Marco Antonio González Melo³

1: Depto. de Postgrado e Investigación. Tecnológico Nacional de México. Campus Cd. Victoria. Ciudad Victoria. México.

2: Depto. de Ingeniería Mecánica. Tecnológico Nacional de México. Campus Cd. Victoria. Ciudad Victoria. México.

3: Consultor independiente, Zacatecas. México.

* e-mail: israel.mj@cdvictoria.tecnm.com



RESUMEN

El tratamiento térmico de temple es quizá la forma más común de adecuar las propiedades mecánicas en aceros, sin embargo, es también responsable de un alto porcentaje de rechazos de piezas manufacturadas, debido al gran número de variables de proceso que intervienen. Los defectos que más contribuyen al descarte en piezas templadas son la formación de grietas y la distorsión fuera de las tolerancias dimensionales. Las probetas del tipo C-Ring han sido utilizadas como un método de evaluar tanto las condiciones de temple en procesos industriales y de laboratorio y la templabilidad en aceros, aunado a esto, la disponibilidad de herramientas especializadas en la simulación con elementos finitos permiten diseñar modelos que repliquen el comportamiento real de aplicaciones industriales que permiten diseñar tratamientos de temple idóneos capaces de prever las condiciones de temple óptimas evitando los defectos conocidos.

Palabras Claves: Modelado, Distorsión, Temple, Transferencia de Calor.

MODELING OF DISTORTION DURING QUENCHING OF C-RING SPECIMENS OF AISI-SAE 4340 STEEL

ABSTRACT

The quenching heat treatment is, probably, the most common way to adjust the mechanical properties of steels, however, it is also responsible for a high percentage of rejections of manufactured parts, due to the large number of process variables involved. The defects that most contribute to scrap in hardened parts are cracking and distortion outside dimensional tolerances. The C-Ring type specimens have been used as a method of evaluating both the quenching conditions and the hardenability of steels in industrial and laboratory environments, in addition to this, the availability of specialized tools in finite elements simulation allow the design of models that replicate the real behavior of industrial applications that allow designing suitable quenching treatments capable of foreseeing the optimal conditions avoiding known defects.

Keywords: Modelling, Distortion, Quench, Heat Transfer.

1. INTRODUCCIÓN

En la industria metal mecánica los tratamientos térmicos tradicionales son ampliamente utilizados para ajustar las propiedades de los aceros, en este sentido, el temple y revenido es el proceso más extendido entre la industria de fabricación de componentes mecánicos en la industria automotriz, aeroespacial, entre otras. Durante el temple ocurren importantes fenómenos metalúrgicos y mecánicos; como la transformación austenita-martensítica, contracciones térmicas, generación de esfuerzos internos y la distorsión, mismos que si no son previstos y bien controlados pueden ocasionar pérdidas por merma de piezas debido a defectos comunes como el agrietamiento y distorsiones excesivas que rebasan las tolerancias dimensionales.

Se ha demostrado que tanto las propiedades termomecánicas y la geometría en los aceros templados, están influenciados por las condiciones de enfriamiento tales como la temperatura de austenizado de la pieza, el medio de temple, su temperatura y la fluidonámica de la agitación, los cuales afectan la velocidad de transformación, el desarrollo de esfuerzos internos y la distorsión, esta compleja dinámica puede ser resumida en un coeficiente global llamado coeficiente de transferencia de calor (HTC por sus siglas en inglés) [1]. El HTC es utilizado en el modelado de tratamientos térmicos, determina la transferencia de calor por convección durante el enfriamiento de un material sólido en un medio fluido y su valor dependerá del flujo de calor medido experimentalmente a través de su superficie (total o parcial), calculándose mediante la ecuación de enfriamiento de Newton:

$$Q = hA\Delta T \quad (1)$$

Donde Q es el flujo de calor, A es el área superficial de calor y ΔT es la diferencia de temperatura entre el sólido y el fluido, h el coeficiente de transferencia de calor (HTC) con unidades W/m²K.

La historia térmica durante el enfriamiento de piezas de temple ha sido utilizada ampliamente por investigadores, académicos y responsables en las industrias de procesamiento de materiales metálicos, con la finalidad de comprender el comportamiento de la transferencia de calor de las

piezas tratadas térmicamente bajo diferentes condiciones de enfriamiento [2]–[6].

El uso de termopares en la superficie y núcleo de las piezas es una de las técnicas más confiables en la caracterización de la etapa de enfriamiento, permitiendo minimizar los errores de las lecturas y hacer cálculos precisos del HTC. Aunque a menudo el HTC es considerado como constante, esto puede ser válido solo para ciertos rangos de temperatura, sin embargo, la naturaleza del problema demuestra que la transferencia de calor durante la etapa de enfriamiento no presenta un comportamiento constante, sino, que varía de forma no lineal en función de la temperatura de la pieza y de las condiciones fluidonámicas del medio de temple, sin embargo, si las condiciones fluidonámicas se consideran estables se puede calcular con alta precisión el HTC en función de la temperatura superficial de las piezas tratadas, lo que se ha convertido en una tarea primordial en el sector industrial para comprender el comportamiento térmico y mecánico de las piezas templadas [7-9]. En la mayoría de estos trabajos se usa el método inverso propuesto por Beck para estimar el valor del HTC [10, 11].

Aunque en la literatura existe información limitada sobre la validación de la distorsión después del templado de piezas de acero con geometrías complejas, existen estudios [12] donde se ha evaluado dicha relación en piezas pequeñas con geometrías simples de modelar y de fácil medición [13-16], lo anterior debido a la complejidad de reproducir las irregularidades como el acabado superficial cuando se presentan daños o rugosidad preexistentes al tratamiento en tales piezas. Por tal motivo, algunos estudios que han utilizado el método de elementos finitos FEM para predecir la distorsión en aceros después del templado no han realizado mediciones experimentales complejas que validen en su totalidad los resultados simulados. Una geometría ampliamente utilizada para medir las distorsiones y la acumulación de esfuerzos residuales son los anillos C-Ring tanto en su versión estándar y modificada [17], este tipo de geometría aunque simple trata de reproducir las distintas condiciones geométricas que podrían encontrarse en una pieza real con diferentes espesores, aristas y propensión a la concentración de esfuerzos y la distorsión, siendo utilizada en los experimentos del presente trabajo de investigación. Al respecto, se han realizado diversas investigaciones para estudiar tanto las propiedades mecánicas y los

cambios en la geometría resultantes durante el tratamiento térmico de temple, así como; esfuerzos residuales, fracturas y transformaciones de fases involucradas [13], [17-22]. Manivannan y col. [17] evaluaron los cambios dimensionales y los esfuerzos residuales posterior a dos procesos de tratamiento térmico nitrocarburoación y carbonitruración, utilizando pruebas experimentales y simulación numérica, observando un mejor comportamiento en la distorsión cuando se utiliza la nitrocarburoación [19], estudiaron la distorsión en una pieza de anillo en C-Ring para un acero SAE 4140 a diferentes temperaturas de austenizado y con condiciones de agitación del baño líquido variables, los resultaron demostraron mejores resultados en las propiedades mecánicas cuando se tiene una buena agitación. Da Silva y Hernández-Morales [23, 24], estudiaron también el comportamiento de la distorsión, las propiedades mecánicas, los esfuerzos residuales y las transformaciones de fase después de un tratamiento térmico de temple para aceros con y sin transformación AISI 304 y AISI 4140 respectivamente, los resultados experimentales fueron comparados con los obtenidos con la ayuda software de simulación demostrando una buena concordancia. Otros trabajos relacionados como Boyle y col. [20] evaluaron la distorsión y los

esfuerzos residuales después del temple en aceros SAE 8620 en probetas tipo C-Ring encontrando una relación con la cantidad de austenita retenida y la distorsión presente en las piezas.

En este trabajo se busca determinar en primer lugar el coeficiente de transferencia de calor usando datos experimentales del enfriamiento de piezas templadas, además la geometría de las piezas utilizadas (C-Ring) permite medir la distorsión generada durante el temple, permitiendo evaluar las condiciones ideales para reducir efectos tales como la distorsión excesiva y la concentración de esfuerzos internos que pongan en riesgo la integridad de las piezas y deban ser descartadas durante el proceso. Además, el HTC calculado podrá ser utilizado para desarrollar un modelo usando el FEM que permita predecir los efectos de la distorsión en un ambiente simulado que facilita la toma de decisiones y el diseño de nuevos tratamientos térmicos y sus consecuencias.

2. PARTE EXPERIMENTAL

El acero usado en esta investigación es el AISI-SAE 4340 popular en la industria de componentes sometidos a tratamientos térmicos de temple como cigüeñales y árboles de levas, su composición química nominal se encuentra en la tabla 1.

Tabla 1. Composición química acero AISI SAE 4340.

Elemento	C	Cr	Mo	Ni	Mn	Si	S	P	Fe
% wt.	0.4	0.89	0.25	1.8	0.7	0.3	0.021	0.005	Balance

2.1 Ensayo de temple

Este acero fue recibido en la condición de normalizado y fue sometido a un tratamiento térmico de temple en aceite a 60 °C desde una temperatura de austenizado de 860 °C, la agitación en el baño de temple fue causado por una bomba periférica de 1 HP de potencia y tubería de 25 mm de diámetro por la que circulaban 100 litros por minuto de aceite.

Durante las inmersiones de un total de 9 probetas,

el historial térmico fue registrado con termopares tipo K sujetos a las probetas en dos posiciones como se aprecia en la figura 1; siendo T1 un termopar interno ubicado a la mitad del espesor de la probeta mientras que T2 es un termopar superficial. Esto con la intención de estimar el coeficiente de transferencia de calor (HTC) en las paredes de la probeta usando el método inverso [10].

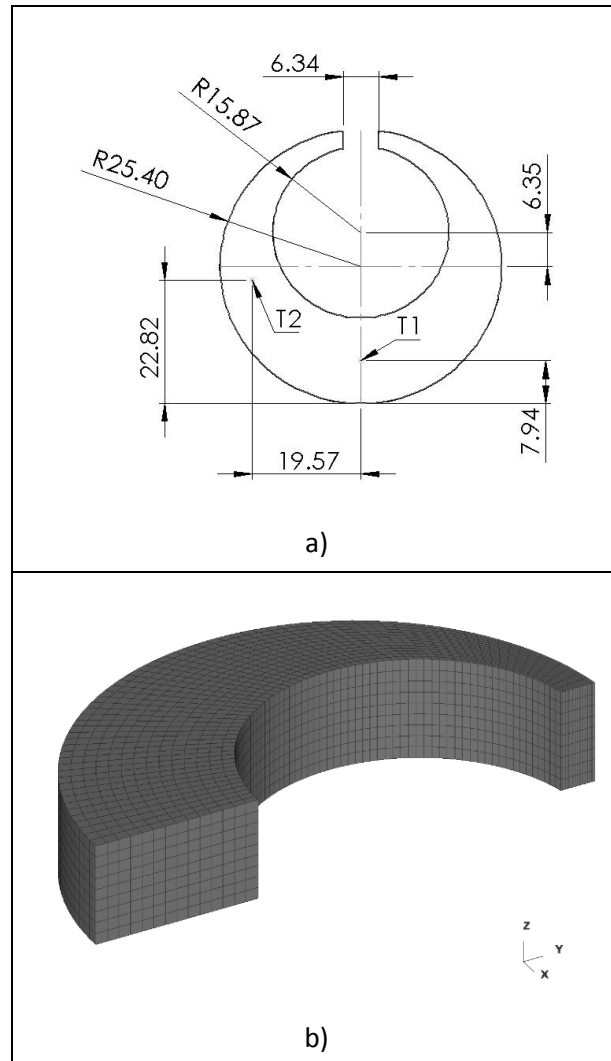


Figura 1. Probeta C-Ring usada; a) Posición de termopares, T1 termopar interno y T2 termopar superficial (dimensiones en mm), b) Probeta simulada.

2.2 Simulación

Las simulaciones de elementos finitos del tratamiento térmico de temple y las inmersiones se realizaron usando Deform 3D. La geometría simulada de las probetas corresponde a una sección de $\frac{1}{4}$ de la probeta real gracias a sus condiciones de simetría. Usando una malla de aproximadamente 9,000 elementos hexaédricos. Las condiciones a la frontera más importantes en esta simulación corresponden a la condición de transferencia de calor en las paredes de la probeta mediante el HTC calculado, ver figura 2.

Esta simulación contempla las transformaciones de

fase ocurridas durante el enfriamiento (Ec. 3), así como la contracción y expansión volumétrica de las fases como una función de la temperatura, esto se logra superponiendo las curvas de enfriamiento a las curvas de transformación [25] obtenidos de la base de datos JMatPro [26] así mismo los esfuerzos internos desarrollados durante el proceso que serán comparados con las mediciones reales.

$$\xi = 1 - \exp(-bt^n) \quad (3)$$

Donde ξ corresponde a la fracción transformada, t el tiempo isotérmico y b una constante en función de la temperatura, composición química y tamaño de grano.

Por otro lado la transformación martensítica que esta controlada mayormente por el fenómeno de la nucleación puede ser calculada con la ecuación de Koistinen Marburger [27], ver Ecuación 4.

$$\xi = 1 - \exp[-\alpha(M_s - T)] \quad (4)$$

Donde ξ , de nuevo representa la fracción Martensítica transformada, T es la temperatura, M_s marca el valor de temperatura donde se inicia la transformación y α una constante que indica la velocidad de transformación y dependerá de la composición química. Las propiedades termomecánicas de los materiales utilizados en las simulaciones se encuentran en la figura 3.

2.3 Medición de la distorsión y medición de esfuerzos residuales

La distorsión causada por el tratamiento térmico se ve reflejada mayormente por el comportamiento de la apertura de las probetas en C (ver figura 4b) que será medida con un micrómetro de interiores, por otro lado, los esfuerzos residuales en la parte posterior de las probetas con un difractor de rayos X portátil marca Stresstech modelo G2R que se aprecia en la figura 4a.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Validación térmica

La figura 5 muestra las curvas de enfriamiento reales, datos obtenidos mediante termopares y registrados en una tarjeta de adquisición de datos, contra las modeladas en el software numérico,

encontrando que existe un buen acuerdo en ambos termopares.

Por lo que las curvas de enfriamiento obtenidas validan el modelo térmico y el HTC calculado es confiable para ser utilizado como una condición de entrada en la simulación planteada.

3.2 Distorsión

En la tabla 2 se presenta la distorsión obtenida en la apertura de la probeta real y simulada.

Tabla 2. Distorsión en la apertura de la probeta.

Probeta	Distorsión en apertura (mm)
real	0.45
simulada	0.27

Se puede observar que las mediciones de distorsión reales y simuladas se encuentran en el mismo orden de magnitud, además concuerdan con el comportamiento de la apertura de las probetas reportado por otros autores en aceros similares templados en aceite [21], [28].

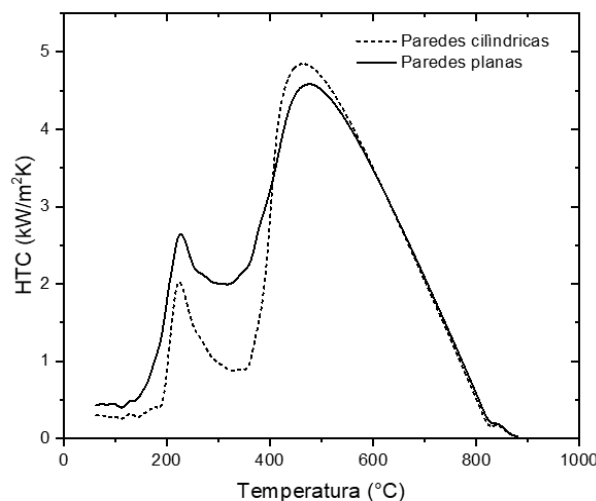


Figura 2. HTC calculado usado en las simulaciones.

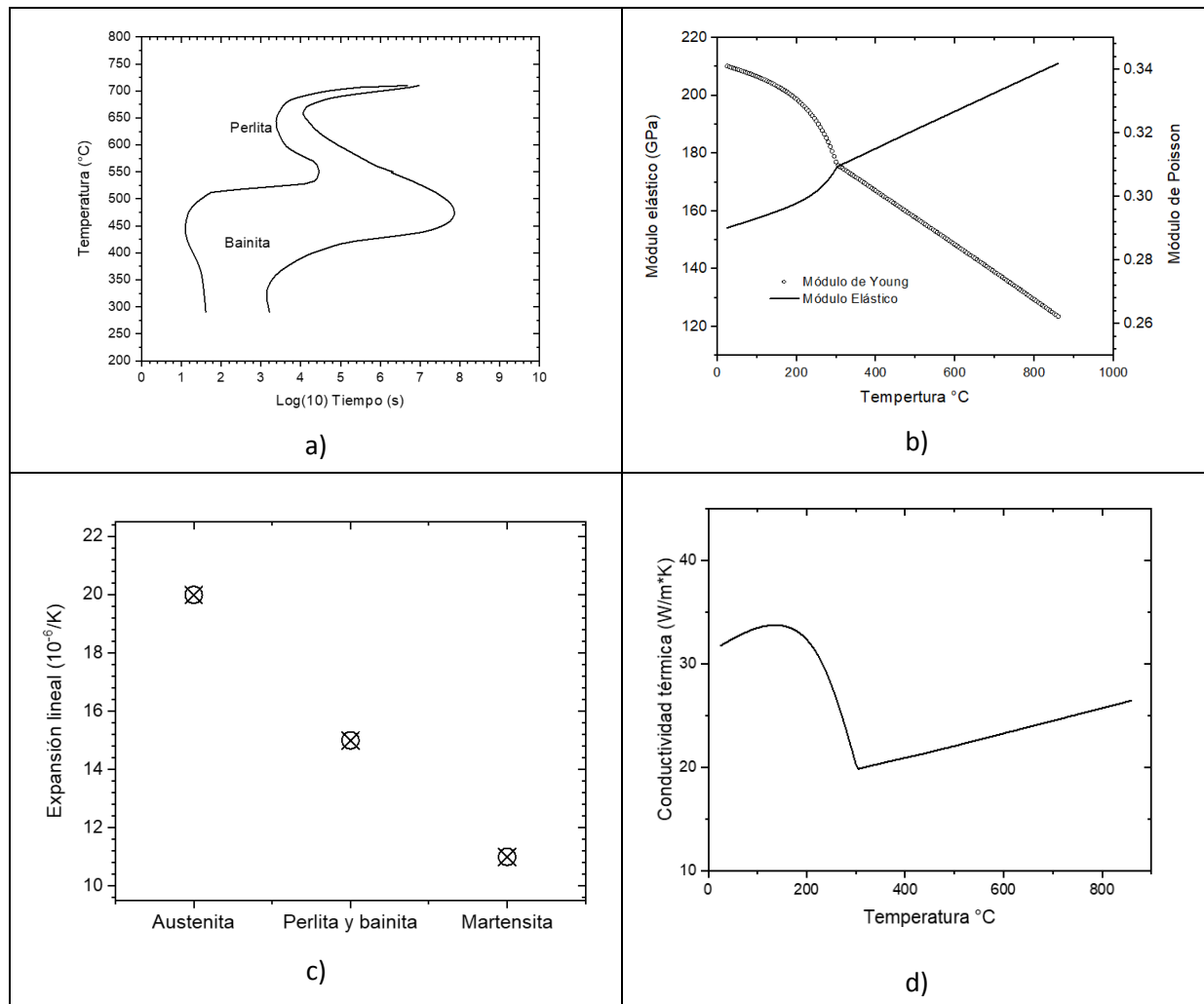


Figura 3. Propiedades usadas en la simulación, obtenidas en función de su composición química [26]; a) Diagrama TTT, b) Módulos de Poisson y módulo elástico, c) Expansión térmica y d) Conductividad térmica.

Las diferencias observadas pueden ser explicadas por la presencia de una capa de óxido en toda la superficie de las probetas al término del tratamiento térmico y que tuvo que ser eliminada antes de realizar las mediciones, aumentando la separación de las probetas medidas, el espesor de material sacrificado durante la oxidación no ha sido contemplado por el modelo, sin embargo autores como Hazan [29] muestran que el espesor de esta capa puede llegar a ser tan gruesa como 0.15 mm, para este acero y bajo condiciones de alta temperatura y atmósfera no controlada, por lo tanto

las mediciones empíricas mostradas en la tabla 2 se reportarían menores si se realizan las mediciones sin el decapado de la cascarilla, concordando aún mejor con la magnitud simulada. En este sentido, los trabajos encontrados en la literatura no reportan las condiciones atmosféricas del horno o mufla utilizados, en este trabajo fue utilizada una mufla atmosférica con el efecto que la oxidación pueda causar en un periodo de 40 minutos de la etapa de austenizado más la rampa de calentamiento de las piezas.

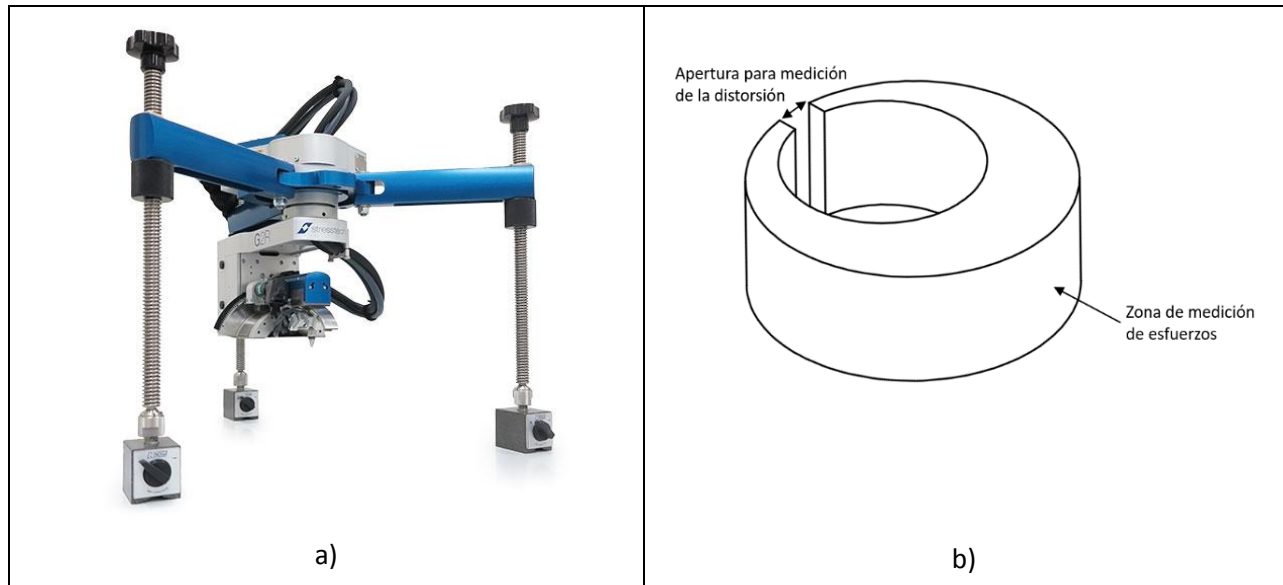


Figura 4. a) Difractómetro de rayos X portátil Stresstech G2R®, b) Zona de medición de esfuerzos.

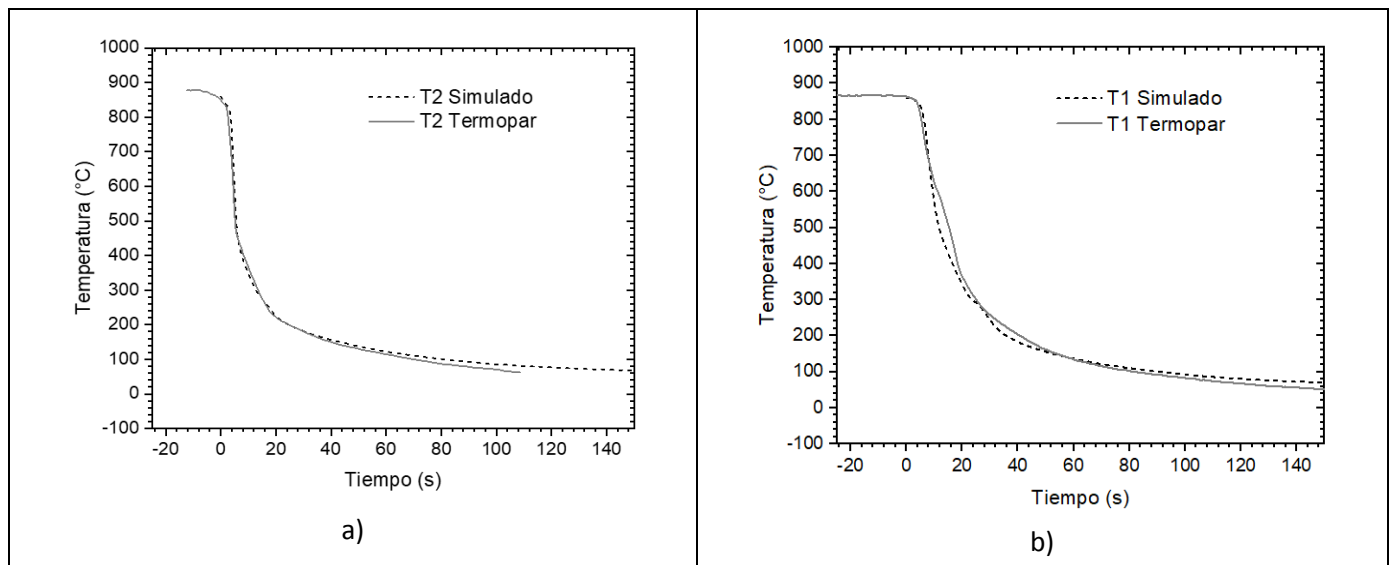


Figura 5. Curvas de enfriamiento reales y simuladas, a) Núcleo de la probeta y b) Termopar superficial.

3.3 Esfuerzos internos

Se realizaron mediciones de esfuerzos internos en la zona indicada en la figura 6 (parte posterior de las probetas), los resultados de las mediciones

mediante difracción de rayos X se muestran en la tabla 3.

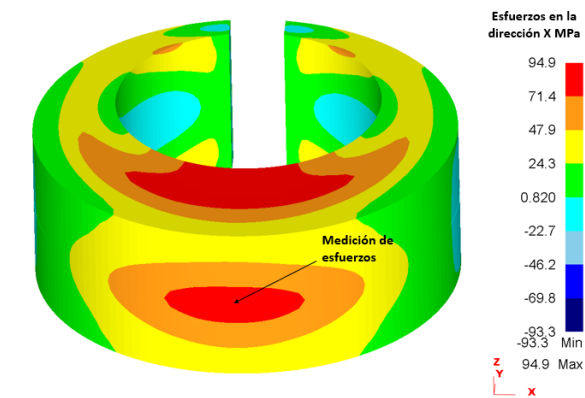


Figura 6. Valores de esfuerzo simulados en zona seleccionada.

Tabla 3. Esfuerzos internos, reales y simulados.

Probeta	Esfuerzos en dirección X (MPa)
real	78.06
simulada	80.9

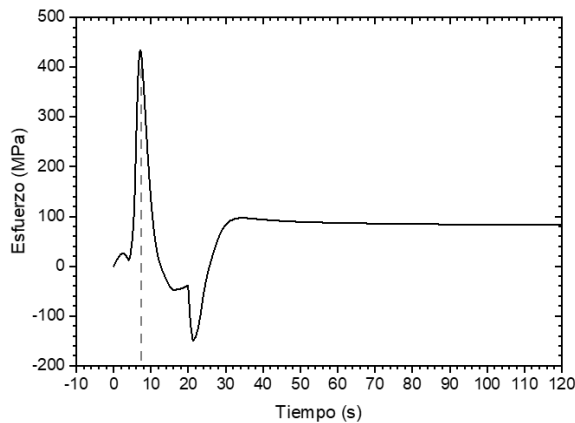


Figura 7. Evolución de esfuerzos de la zona seleccionada durante el temple.

Se puede apreciar que los esfuerzos obtenidos en la simulación corresponden con los encontrados en el método experimental, además en los resultados de la simulación se puede apreciar la evolución de los esfuerzos residuales en esa parte de la probeta, ver figura 8, los valores finales corresponden a un estado final que aunque no ha rebasado el límite elástico del material, durante su evolución ha registrado valores pico durante el desarrollo del enfriamiento, desde luego estos picos se ven

truncados al encontrarse con la fluencia del material, note la concordancia con el tiempo de máxima velocidad de enfriamiento en la figura 5. Lo antes descrito ha causado deformación plástica en las probetas, contribuyendo a la distorsión final alcanzada en la apertura medida.

4. CONCLUSIONES

El uso de probetas C-Ring puede ser empleado como mecanismo de control de las variables de proceso de un equipo de temple, sobre todo que al registrar sus valores de distorsión y estados de esfuerzos en zonas críticas se pueden tomar decisiones acerca de las mejores alternativas de procesamiento de piezas reales con geometrías más complejas que otros modelos no pueden capturar, como lo es el ensayo de Jominy, otros cilindros y estudios en probetas del tipo esferas que se encuentran en la literatura.

El uso ampliamente extendido de método inverso del problema de conducción de calor permite caracterizar el coeficiente de transferencia de calor con alto grado de eficacia para reproducir las condiciones reales en un modelo de elementos finitos.

Los valores de distorsión en la apertura de la geometría C-ring en este y en otros trabajos se encuentran en el mismo orden de magnitud, aunque la mayoría de los recursos encontrados en la bibliografía no mencionan la presencia de cascarilla causada por la oxidación en la etapa de empaque.

5. AGRADECIMIENTOS

Al Tecnológico Nacional de México por el fondo 15018.22-P.

Tecnológico Nacional de México campus Ciudad Victoria por el uso de sus instalaciones.

6. REFERENCIAS

- [1] Totten G, Howes M, Inoue T. "Handbook of Residual Stress and Deformation of Steel," ASM Int. Publ. (USA), 2002, p. 417–444.
- [2] Kobasko NI. J. ASTM Int. 2012; 9 (2)
- [3] Hasan HS, Peet MJ, Jalil JM, Bhadeshia H. Heat Mass Transf. 2011; 47 (3): 315–321.
- [4] Kim HK, Lee SH, Choi H. Materials (Basel). 2015; 8 (4): 2030–2042.
- [5] Taraba B, Duehring S, Španielka J, Hajdu S. J. Mech. Eng. 2012; 58 (2):102–106.
- [6] Kobasko NI. Mater. Perform. Charact. 2013; 2 (1): 468–488.
- [7] Chen N, Han L, Zhang W, Hao X. Mater. Lett., 2007; 61 (14–15): 3021–3024.
- [8] Penha RN, "Simulação da transferência de calor e das tensões residuais térmicas obtidas em estudos de têmpera," Universidade de São Paulo, São Carlos, 2006.
- [9] Smith D, "Computing the heat transfer coefficients for industrial quenching processes," En: Midea SJ, Pfaffmann GD (eds), Heat Treating: Proceedings of the 19th Conference, 1999, p. 325–334.
- [10] Beck JV, Litkouhi B, St. Clair CR. Numer. Heat Transf. 1982; 5 (3): 275–286.
- [11] Beck JV, Blackwell B, Haji-Sheikh A. Int. J. Heat Mass Transf. 1996; 39 (17): 3649–3657.
- [12] Şimşir C. "Modeling and simulation of steel heat treatment-prediction of microstructure, distortion, residual stress, and cracking," En: Dossett JL, Totten GE (Eds.), Steel Heat Treating Technologies, Metals Park, Ohio: ASM International, 2014, p. 409–466.
- [13] Sonar T, Lomte S, Gogte C, Balasubramanian V. Procedia Manuf. 2018; 20:113–118.
- [14] Li ZX, Zhan M, Fan XG, Wang XX, Ma F, Li R. J. Mater. Process. Technol. 2020; 279.
- [15] Farivar H, Prah U, Hans M, Bleck W. J. Mater. Process. Technol. 2019; 264: 313–327.
- [16] Cho JR, Kang WJ, Kim MG, Lee JH, Lee YS, Bae WB. J. Mater. Process. Technol. 2004; 153–154 (1–3): 476–481.
- [17] Manivannan M, Northwood DO, Stoilov V. Int. Heat Treat. Surf. Eng. 2014; 8 (4): 168–175.
- [18] D. O. Northwood, L. He, E. Boyle, and R. J. Bowers, "Retained Austenite - Residual Stress - Distortion Relationships in Carburized SAE 6820 Steel," *Mater. Sci. Forum*, vol. 539–543, pp. 4464–4469, 2007, doi: 10.4028/www.scientific.net/msf.539-543.4464.
- [19] Yu H, Yang M, Sisson RD. Met. Sci. Heat Treat., 2021; 63 (3–4): 220–228.
- [20] Boyle E, Bowers R, Northwood DO. SAE Tech. Pap. 2007.
- [21] Nunes MM, Da Silva EM, Renzetti RA, Brito TG, Mater. Res. 2018; 22 (1): 1–7.
- [22] Nan C, Northwood DO, Bowers RJ, Sun X, Bauerle P. Trans. Eng. Sci. 2009; 62: 13–25.
- [23] Da Silva AD, Pedrosa TA, Gonzalez-Mendez JL, Jiang X, Cetlin PR, Altan T. Mater. Des. 2012; 42: 55–61.
- [24] Hernández-Morales B, Téllez-Martínez J, Prasanna Kumar T. "Benchmarking of mathematical models for quenching operations: a proposal," En Thermal Process Modeling 2014: Proceedings from the Fifth International Conference on Thermal Process Modeling and Computer Simulation, 2014, p. 286.

- [25] “DEFORM User’s Manual.” Scientific Forming Technologies Corporation, Columbus, Ohio.
- [26] “JMatPro.” Sente Software Ltd., Guildford GU2 7YG, U.K.
- [27] Koistinen DP, Marburger RE. Acta Metall. 1959; 7 (1): 59–60.
- [28] Da Silva AD, Pedrosa TA, Gonzalez-Mendez JL, Jiang X, Cetlin PR, Altan T, Mater. Des. 2012; 42: 55–61.
- [29] Hazan E, Sadia Y, Gelbstein Y. Corros. Sci. 2013; 74: 414–418.

7. MINIBIOGRAFÍA DE AUTORES

ISRAEL MEDINA JUÁREZ Recibió el grado de Dr. En Ciencias en Ingeniería Metalúrgica y Cerámica por el Centro de Investigación y de Estudios Avanzados de Instituto Politécnico Nacional en 2020. Actualmente adscrito al programa de Maestría en Ingeniería Industrial de Tecnológico Nacional de México campus Cd. Victoria. Sus intereses en la investigación se centran en ingeniería de materiales e ingeniería industrial. (ORCID: 0000-0001-8633-8157).

RICARDO DANIEL LOPEZ GARCÍA Doctor en Ciencias en Ingeniería Metalúrgica y Cerámica por es CINVESTAV Unidad Saltillo, profesor titular en la carrera de Ingeniería mecánica en el Tecnológico Nacional de México Campus Ciudad Victoria Tamaulipas. Sus intereses comprenden tópicos de ingeniería mecánica y metalurgia física, e ingeniería industrial. (ORCID: 0000-0002-2662-6103).

MARÍA MAGDALENA REYES GALLEGOS Maestra en Dirección de Empresas con especialización en Administración Estratégica, actualmente catedrática del Instituto Tecnológico de Ciudad Victoria. (ORCID: 0000-0002-0080-8902)

CARLOS PUGA PATLAN Actualmente se encuentra inscrito como alumno de la carrera de Maestría en Ingeniería Industrial del Tecnológico Nacional de México campus Ciudad Victoria, Su trabajo de tesis se enfoca en aplicaciones industriales de los tratamientos térmicos y el mejoramiento de los procesos industriales relacionados. (ORCID: 000-0002-2938-8948)

MARCO ANTONIO GONZALEZ MELO A fungido por 3 años como asistente de profesor en CINVESTAV IPN Saltillo en la materia de Fluidodinámica Computacional relacionada con los tópicos de mecánica de fluidos, modelación CAD, termodinámica y fenómenos de transporte. Dr. En Ciencias en Ingeniería Metalúrgica y cerámica por el mismo instituto, Instructor del Curso Especialización en ANSYS Fluent en el ramo industrial. Actualmente se desempeña como consultor/investigador independiente. (ORCID: 0000-0003-1613-3468)

TITULO DEL MANUSCRITO

NombreA ApellidoA¹, NombreB ApellidoB^{1*}, NombreC ApellidoC²

1: Dirección de Afiliación 1 (*colocar dirección completa*)

2: Dirección de Afiliación 2 (*colocar dirección completa*)

* e-mail: nombre@correo.com (*colocar la dirección email del autor de correspondencia*)

RESUMEN

El presente documento establece las instrucciones detalladas para la preparación del manuscrito para arbitraje en la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales (RLMM). El Resumen no debe ser mayor a **300 palabras**.

Palabras Claves: Instrucciones para autor, Formato, Plantilla MS-Word, Estilos.

TITLE OF THE MANUSCRIPT

ABSTRACT

The present document presents the detailed instructions for the edition of the manuscripts submitted to the Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales (RLMM). The abstract should be no longer than **300 words**.

Keywords: Guide for Authors, Format, MS-Word Template, Styles.

1.- INTRODUCCIÓN

Los trabajos remitidos a la RLMM son manejados bajo estricta confidencialidad durante su revisión, y deben ser trabajos de investigación "originales" que no hayan sido publicados previamente y que no se encuentren en un proceso de revisión por alguna otra revista. Si el trabajo es aceptado, éste no debe ser publicado en otra revista en la misma forma, ni en cualquier otro idioma diferente al usado en la preparación del artículo, sin la expresa autorización de la RLMM.

Desde el año 2006, el Comité Editorial de la RLMM asume el reto de lograr reducir los tiempos asociados al proceso de revisión de los trabajos remitidos, planteándose como objetivo inicial que la fase de arbitraje no supere un lapso de seis (6) meses para notificar a los autores de la aceptación o no de sus artículos remitidos.

El proceso de arbitraje es realizado por al menos por dos (2) especialistas en el área de pertinencia del trabajo remitido (aunque usualmente se remite a 3 árbitros), quienes evaluarán el trabajo sobre la base de originalidad y mérito. Los árbitros pueden ser nacionales o internacionales, y no estarán adscritos a la o las instituciones a las que se encuentran afiliados los autores del trabajo.

Si se establece que se requiere una revisión del manuscrito remitido, se le brindará a los autores un lapso máximo de dos (2) meses a partir de la fecha en la cual reciban los comentarios de los árbitros o evaluadores, para realizar la revisión del manuscrito y concretar su re- envío online, a través del portal www.rlmm.org, a la RLMM para su consideración final. Un manuscrito revisado pero remitido por los autores luego de tres (3) meses, será considerado como un nuevo artículo.

Asimismo, es importante para el Comité Editorial de la RLMM reducir el tiempo dedicado a las actividades de edición (formato) del manuscrito. Por esta razón se recomienda a los autores hacer uso de las instrucciones de formato indicadas en el presente documento, a fin de poder difundir en versión electrónica el artículo en su versión final (revisada).

Completado este proceso, los autores recibirán un correo de aceptación, por parte del respectivo Editor de Área, realizándose primeramente una publicación "on-line" del trabajo antes de su aparición en la versión final de la revista.

Es importante notar que la RLMM **cobra un cargo correspondiente a 15 US\$ por página editada de cada artículo regular a ser publicado**. El monto recaudado será utilizado para mantener al día el pago de nuestro servidor, costos de publicación digital y para financiar parcialmente la publicación de la RLMM en la base de datos ScieLo (indispensable para mantener nuestra categoría de Revista tipo A en COLCIENCIAS).

El sometimiento para evaluación de un trabajo tendrá un costo de US\$ 5 que deberán ser cancelados al enviar el manuscrito por medio de PayPal. Tal contribución no garantizará de ninguna manera la aceptación del trabajo, que estará dada posteriormente por los méritos del mismo. No obstante, si el artículo es aceptado este monto sería considerado en el pago final total del artículo, pero en ningún caso reembolsable si el resultado es de rechazo.

El pago es obligatorio para poder proceder a la publicación de los artículos y se solicitará una vez que el artículo sea aceptado. Los autores deben asegurarse de disponer de esos fondos en el momento de enviar el manuscrito, por lo que deberán hacer entrega de una carta compromiso de pago al momento de introducir un artículo.

2.- PARTE EXPERIMENTAL

Márgenes de 2,00 cm por cada lado, excepto el superior que debe ser de 2,50 cm, en papel tamaño carta.

Usar letra Times New Roman y escribir todo el texto a espacio simple. Los artículos pueden ser escritos en español, portugués o inglés.

La primera página del manuscrito debe contener: título del trabajo, autores, afiliación y dirección, correo electrónico del autor "a quien corresponda", resumen y palabras claves, tal y como se ejemplifica en el inicio de este documento.

El título del artículo debe ser escrito en el idioma utilizado para el texto general del mismo, usando el siguiente formato: mayúsculas, tamaño 12 y centrado.

Debajo y centrado deben aparecer nombre y apellido de los autores. De ser necesario, indicar con superíndices numéricos arábigos si existe más de una afiliación. La afiliación de todos los autores debe incluir el nombre de la institución de cada autor y su dirección completa, y obviando cualquier correo electrónico.

Debajo de la afiliación, colocar el correo electrónico del autor de correspondencia (corresponding author). Identificar con un asterisco en la línea de autores el nombre del autor o autores a quienes pertenecen los correos electrónicos (máximo dos autores).

El resumen del trabajo no debe ser mayor de 300 palabras escrito en dos de los idiomas mencionados, correspondiendo el primer resumen al idioma usado para el manuscrito (ej. español e inglés o portugués e inglés). Una lista de 3-4 palabras claves debe aparecer a continuación de cada resumen en los idiomas seleccionados.

Antes del texto de resumen, debe colocarse la palabra "Resumen" o "Abstract" en el formato mostrado, según sea el caso. En la siguiente línea iniciar el texto del resumen con un párrafo justificado. Luego del texto del resumen, colocar las palabras claves, en *itálicas* tal y como se muestra en esta plantilla.

2.1.- Texto principal

Todo el texto debe ser escrito en tamaño 11, párrafos justificados y sin sangría, con un espaciado entre párrafo de 4 pts, a excepción de los espaciados entre párrafos y títulos o subtítulos que se indican en la siguiente sección.

Toda abreviatura, acrónimo y símbolo debe ser definido en el texto en el momento que es presentado por primera vez.

2.1.1.- Títulos

Todos los títulos de las secciones principales (títulos de 1 nivel) serán numerados con números arábigos, a saber: 1. Introducción, 2. Parte Experimental, 3. Resultados y Discusión, 4. Conclusiones, 5. Agradecimientos y 6. Referencias. Deben estar en negritas, mayúsculas, tamaño 11, alineados a la izquierda.

Títulos de 2 niveles (Ej. 3.1 Materiales, 3.2 Ensayos, etc.) deben estar en negritas, minúsculas con la primera letra en mayúscula, alineados a la izquierda, con el color indicado.

Subtítulo de Tercer Nivel (Ej. 3.2.1 Análisis Térmico, 3.2.2 Análisis Morfológico, etc.), deben estar en itálicas sin negrita, minúsculas con la primera letra en mayúscula, justificados.

3.- RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

3.1.- Figuras y Tablas

Los autores deben ubicar las Figuras y Tablas inmediatamente después de ser citadas en el texto, tal y como desean que aparezcan en la versión final del artículo y centradas. Se recomienda que las figuras y tablas ocupen un ancho máximo de 8,00cm, ya que será ubicadas en un formato de 2 columnas al momento de la diagramación final del artículo aceptado para su publicación.

Las figuras deben presentar sus respectivos títulos en tamaño 10 y numerados con números arábigos de acuerdo a orden de aparición, ubicado en la parte inferior para las figuras (ver Figura 1). Similarmente en el caso de las tablas, pero colocando el título en la parte superior de ésta. El tamaño de letra de los rótulos, leyendas, escala y títulos de ejes de las figuras, deben estar entre 10-11 pts una vez definido el tamaño definitivo.

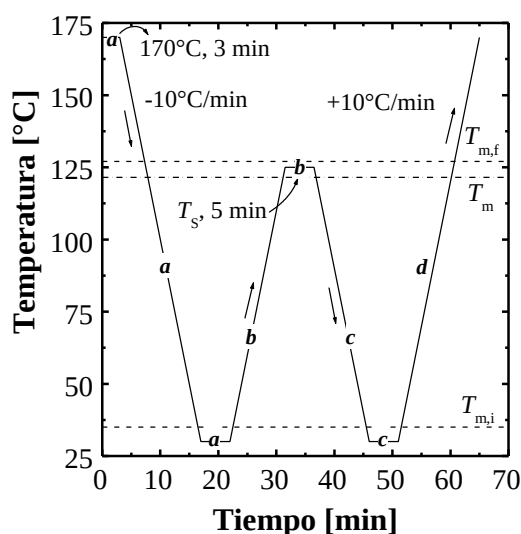


Figura 1. Tratamiento térmico de autonucleación aplicado en un equipo DSC a un PELBD.

En las tablas (ver Tabla 1), el encabezado de las columnas debe ir en itálica y en tamaño 10, el texto restante de la tabla en igual tamaño y sin itálica (incluyendo título de la tabla), y las notas al pie de tabla en tamaño 9. Igualmente numeradas por orden de aparición.

Tabla 1. Características de las resinas de PET empleados en el trabajo.

Propiedades	PET-1	PET-2	PET-3
Tipo	Copol.	Copol.	Homopol.
Contenido de ácido isoftálico [% mol] ^a	2,32	2,28	-
Contenido de dietilenglicol [% mol] ^a	2,57	2,52	1,85

a: Determinación realizada por Resonancia Magnética Nuclear de protones (RMN-H1) en solución.

No se deben usar líneas verticales para definir columnas. Sólo se permite el uso de líneas horizontales, trazándose al menos 3 líneas con el ancho de la tabla que delimite el alto de la misma y que separe el encabezamiento de las columnas del resto del texto de la tabla (ver Tabla 1).

Se prefiere el uso del sistema de unidades SI. Si el texto es escrito en español o portugués, usar como separador decimal la “coma” y no el “punto”.

Cuidar la resolución de las figuras u objetos para garantizar su calidad al visualizar en pantalla e imprimir. Para las fotos se recomienda una resolución igual o superior a 300 dpi, y que las mismas sean insertadas a partir de archivos de imágenes con los siguientes formatos JPG, GIF o TIF (**evitar el formato BMP**).

En las figuras se debe cuidar el grosor de los ejes y trazados de curvas (superior a 0,5 pts), así como tamaño de los símbolos (igual o superior a 7 pts). Se debe evitar la presentación de figuras obtenidas por digitalización vía escáner, ya que puede traer problemas de calidad.

Colocar las figuras, fotos u otros objetos desvinculados de los programas que le dieron origen, lo cual permite un archivo con un menor tamaño y minimizar los riesgos de alguna modificación involuntaria de su contenido.

En la elaboración de figuras o ilustraciones es recomendable **no editar** usando las opciones de dibujo que ofrece el MS-Word. Si se hace, se sugiere al final agrupar todos los elementos que forman la figura y hacer un “copiado y pegado especial” como imagen en el mismo programa y colocar en “línea con el texto” lo cual evita que la figura flote y se desplace del lugar deseado en el texto (para esto último, hacer clic en la figura y seleccionar en el menú Formato, la opción “Imagen...” e ingresar a la ficha “Diseño”). De no seguirse las recomendaciones anteriores, no hay garantía de conservar la edición realizada a la figura, durante los ajuste finales de formato que requiera realizar el equipo de trabajo de la revista.

En caso de que las figuras contengan elementos a color, sólo se garantizan los mismos en la visualización digital del artículo, más no en la reproducción del número impreso cuando salga en circulación, por lo que se recomienda usar colores que sean emulados en una escala de grises que permita su distinción al imprimir en calidad láser en blanco y negro.

3.2.- Ecuaciones y estructuras químicas

Las estructuras químicas deben ser editadas con el uso de algún programa adecuado de dibujo para tales fines.

3.2.1.- Ecuaciones

Van centradas en la columna, identificadas con un número entre paréntesis numerando de forma correlativa desde 1 a medida que aparecen en el texto:

$$F = m \cdot a \quad (1)$$

Se debe definir con claridad el nombre de cada una de las variables que constituyen la ecuación y se prefiere el uso de exponentes fraccionarios para evitar el símbolo de raíz. Cuidar que el tamaño de las letras y símbolo no sea superior a 11 pts.

4.- CONCLUSIONES

Ingresar las conclusiones del trabajo en formato de párrafos. Evitar conclusiones largas y el uso de viñetas.

5.- AGRADECIMIENTOS

Colocar agradecimiento de ser necesario. Esta sección es opcional.

6.- MINIBIOGRAFÍA DE AUTORES

Para agregar después de las referencias Bibliográficas los autores deberán enviar una breve reseña curricular de cada uno, en el mismo idioma del trabajo. La mini biografía debe especificar en menos de 80 palabras lo siguiente: **ORCID (obligatorio)**, grados académicos, institución donde los obtuvo, actual afiliación institucional y líneas de investigación. La misma podrá ir acompañada de una Foto (opcional según decidan los autores).

6.- REFERENCIAS

Cuando la cita implique la conveniencia de mencionar el nombre del autor o autores, indicar con un número arábigo entre corchete en línea con el texto antecedido por el apellido o apellido según los casos siguientes:

Un autor (Ej. Pérez [1] evaluó los...)

Dos autores (Ej. Liu y Gómez [2] evaluaron los...)

Más de dos autores: Indicar sólo el apellido del primer autor seguido de término latín “et al.” en itálica (Ej. Pérez et al. [3] evaluaron los...).

Cuando la cita corresponde a un concepto general, fundamento, planteamiento, etc., que no requiere la mención al autor o autores, la cita se hace usando sólo el número entre corchete al final de la idea (típicamente al final de una oración o párrafo).

En el caso de una figura tomada sin modificación alguna de un trabajo ya publicado, no es suficiente con citar una referencia, ya que se puede estar violando “Derechos de Autor” (este es particularmente importante en caso de que la fuente bibliográfica sea un artículo científico). Es necesario que el título de la figura haga mención al “permiso de reproducción” otorgado por la editorial responsable de la publicación de donde se ha tomado la cita, permiso el cual debió ser oportunamente gestionado por los autores del manuscrito a ser remitido a la RLMM.

Seguir el formato indicado a continuación de acuerdo al tipo de referencia a:

- [1]. Fillon B, Wittman JC, Lotz B, Thierry A. J. Polym. Sci. B: Polym. Phys. 1993; 31 (10): 1383-1393.
- [2]. Brydson JA. *Plastics Materials*, 7ma Ed. Oxford (Inglaterra): Butterworth Heinemann Ltd., 1999, p. 151-159 (o Cap. 1, según convenga).
- [3]. Yoshimura M, Suda H, “Hydrothermal Processing of Hydroxyapatite: Past, Present, and Future”. En: Brown PW, Constantz B (eds.), *Hydroxyapatite and Related Compounds*. Boca Raton (EE.UU.): CRC Press Inc., 1994, p. 45-72.
- [4]. Zhang M, Huang J, Lynch DT, Wanke S, “Calibration of Fractionated Differential Scanning Calorimetry Through Temperature Rising Elution Fraction”. En: *Proceedings del 56th Annual SPE Technical Conference (ANTEC) 1998*. Georgia (EE.UU.): Society of Plastics Engineers, 1998, p. 2000-2003.
- [5]. Santana OO. *Estudio de las Fractura de Mezclas de Policarbonato con Acrilonitrilo-Butadieno-Estireno*, Tesis Ph.D. Barcelona (España): Universitat Politècnica de Catalunya, 1997.
- [6]. Norma ASTM D 790-02, *Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials*, Vol. 8.01, Filadelfia (EE.UU.): American Society for Testing and Materials, 2003.

- [7]. Takahashi M, Adachi K, Menchavez RL, Fuji M, J, Mat. Sci. 2006 [On-Line]; 41 (7): 1965 – 1972 [citado 10-May-2006]. ISSN (on-line): 1573-4803
- [8]. Othmer K. Encyclopedia of Chemical Technology [en línea]. 3rd ed. New York: John Wiley, 1984 [citado 3-ene-1990]. Disponible a través de: DIALOG Information Services, Palo Alto (California, USA).

MINIBIOGRAFÍA DE AUTORES (Foto opcional según decidan los autores)

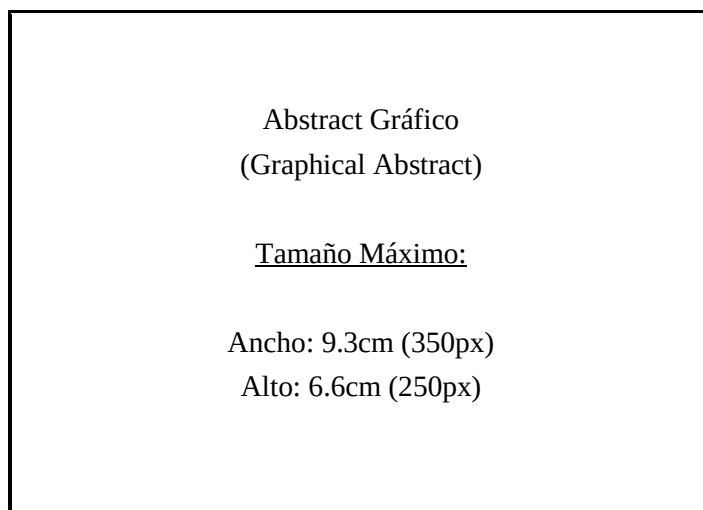
Ejemplo:



FLORENCE CROISIER recibió su MSc en Ciencias Químicas por la University of Liège (ULg, Belgium) en 2007. Ella está finalizando su Ph.D. bajo la supervisión del Profesor C. Jérôme en el Center for Education and Research on Macromolecules (ULg, Belgium). Su investigación se enfoca en la preparación de Qitosano en forma de nanofibras con estructura multicapa, utilizando una combinación de electrospinning y otras técnicas de deposición. (ORCID: 0000-0003-4255-6106)

Resumen Gráfico (Graphical Abstract)

Para la versión online de la RLMM, se les pide a los autores que incorporen un Resumen Gráfico (Graphical Abstract) de su trabajo. Este resumen gráfico debe ser: Una figura original (no utilizada en su totalidad en la escritura del manuscrito), a color, cuyo tamaño horizontal esté entre 300 a 350px (7.9 a 9.3cm), y con una tamaño vertical entre 200 a 250px (5.3 a 6.6cm). Se les invita a los autores a visitar los últimos números de la RLMM, donde podrán observar diferentes tipos y modelos de resúmenes gráficos.



ENVÍO DEL MANUSCRITO

Para la versión sometida a arbitraje, el Autor de Correspondencia DEBERÁ remitir vía la página web: www.rlmm.org (previo registro como usuario) su manuscrito en formato .PDF (siguiendo las instrucciones según esta plantilla). Adicionalmente es OBLIGATORIO que el Autor ingrese todos los autores del manuscrito (llenando todos los campos requeridos por el sistema por cada autor adicional), y que de igual forma anexe la lista de sugerencias de posibles árbitros para su trabajo como "Archivo Adicional" utilizando la planilla titulada "RLMM-PostulacionArbitros.doc", que puede ser descarga de la página web de la revista.

Mientras el proceso de Arbitraje esté en curso, todas las versiones corregidas del manuscrito deberán ser enviadas en formato .PDF; si el manuscrito es aceptado para su publicación en la RLMM, el Editor o el Editor de Sección de turno se comunicará con el Autor de Correspondencia para pedirle la versión final aceptada del manuscrito en formato .DOC (la cual será utilizada para el proceso de diagramación final) y cualquier otro archivo adicional, tal como la planilla de "Transferencia de Copyright".

Con respecto al tamaño de los archivos subidos, los Autores deberán trabajar con manuscritos cuyo tamaño no exceda los 6 MB.

DERECHOS DE AUTOR Y PERMISOS DE REPRODUCCIÓN

El autor que representa el trabajo remitido (autor de correspondencia) debe remitir al Comité Editorial una comunicación de conformidad debidamente firmada, en donde hace transferencia a la RLMM de los "Derechos de Autor" (Copyright) del trabajo remitido una vez que éste es aceptado por la RLMM. Para ello, debe descargar, del sitio WEB de la RLMM la planilla de "Transferencia de Derechos de Autor" y subirla como "Archivo Adicional" en el sistema online en formato PDF o formato de imagen (JPG o TIFF).

La reproducción de cualquier material publicado por la RLMM se puede realizar, siempre y cuando se haya solicitado el permiso correspondiente a la revista.

INFORMACIÓN SOBRE LA REVISTA

1. TEMÁTICA Y ALCANCE

La Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, **RLMM** (LatinAmerican Journal of Metallurgy and Materials), es una publicación científica, dedicada al campo de la Ciencia e Ingeniería de Materiales. La **RLMM** fue creada en el año 1981 ante la necesidad de mantener informados a los investigadores, profesionales y estudiantes de los avances científicos básicos y tecnológicos alcanzados en Iberoamérica en Ciencia e Ingeniería de Materiales. Su principal interés es la publicación de trabajos arbitrados originales de investigación y desarrollo en ciencia e ingeniería de los materiales (metales, polímeros, cerámicas, biomateriales, nuevos materiales y procesos y materiales compuestos).

- a. **Artículos Regulares:** Son contribuciones libres por parte de autores que desean divulgar los resultados de sus investigaciones y desarrollos en la **RLMM**. Estos artículos son arbitrados por pares (ver Proceso de Revisión por Pares).
- b. **Artículos Invitados:** Son artículos que escriben reconocidos expertos iberoamericanos por invitación especial del Comité Editorial de la **RLMM**. Estos artículos también son arbitrados por pares (ver Proceso de Revisión por Pares).
- c. Artículos publicados en números especiales de la **RLMM** denominados **SUPLEMENTOS** y que son dedicados a publicar proceedings de congresos específicos. Estos artículos son arbitrados por comisiones "ad hoc" nombradas por los organizadores de dichos eventos.

2. PROCESO DE REVISIÓN POR PARES

Los trabajos remitidos a la **RLMM** son manejados bajo estricta confidencialidad durante su revisión, y deben ser trabajos de investigación "originales" que no hayan sido publicados previamente y que no se encuentren en un proceso de revisión por alguna otra revista. Los trabajos son enviados a un mínimo de tres árbitros cuyas instituciones de adscripción sean diferentes a las de todos los autores del artículo.

En el momento de enviar su artículo, el autor de correspondencia también deberá enviar una planilla (cuyo formato se encuentra en las normas para autores) con una lista de sugerencias de posibles árbitros para su trabajo.

Si el trabajo es aceptado, éste no debe ser publicado en otra revista en la misma forma, ni en cualquier otro idioma diferente al usado en la preparación del artículo, sin la expresa autorización de la **RLMM**.

El Comité Editorial de la **RLMM** hace lo posible para que la fase de arbitraje no supere (salvo en casos excepcionales) un lapso de seis (6) meses para notificar a los autores de la aceptación o no de sus artículos remitidos.

Si se establece que se requiere una revisión del manuscrito remitido, se le brindará a los autores un lapso de dos (2) meses a partir de la fecha en la cual reciban los comentarios de los árbitros, para realizar la revisión del manuscrito y concretar su re-envío a la **RLMM** para su consideración final. Un manuscrito revisado pero remitido por los autores luego de tres (3) meses, será considerado como un nuevo artículo.

Asimismo, es importante para el Comité Editorial de la **RLMM** reducir el tiempo dedicado a las actividades de edición (formato) del manuscrito. Por esta razón es necesario que los autores hagan uso de las instrucciones de formato indicadas en la siguiente sub-sección, a fin de poder difundir en versión electrónica el artículo en su versión final (revisada) en un plazo de tres (3) meses, a partir de la fecha de envío a los autores de las observaciones realizadas por los árbitros y por el propio Comité Editorial.

Completado este proceso, los autores recibirán la carta/e-mail de aceptación definitiva donde se podrá indicar el volumen en el cual será publicado su trabajo, realizándose primeramente una publicación "on-line" del trabajo antes de su aparición en el volumen final de la revista.

3. INDEXACIÓN

La **RLMM** se encuentra indexada en las siguientes bases de datos e índices bibliográficos:

- Scopus (Elsevier)
- CSA Engineering Research Database: Incluida en los siguientes índices:
 - CSA / ASCE Civil Engineering Abstracts
 - Earthquake Engineering Abstracts
 - Mechanical & Transportation Engineering Abstracts
- CSA High Technology Research Database with Aerospace: Incluida en los siguientes índices:
 - Aerospace & High Technology Database
 - Computer and Information Systems Abstracts
 - Electronics and Communications Abstracts
 - Solid State and Superconductivity Abstracts
- CSA Materials Research Database with METADEX: Incluida en los siguientes índices:
 - Aluminium Industries Abstracts
 - Ceramic Abstracts / World Ceramic Abstracts
 - Copper Data Center Database
 - Corrosion Abstracts
 - Engineered Materials Abstracts: Indexada en los siguientes sub-índices
 - Advanced Polymer Abstracts
 - Composite Industry Abstracts
 - Engineered Materials Abstracts, Ceramics
 - Materials Business File
 - Metals Abstracts/METADEX
- Catálogo LATINDEX: Sistema Regional de Información en Línea para Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal
- PERIÓDICA: Índice de Revistas Latinoamericanas en Ciencias

- REDIB: Forma parte de la Red Iberoamericana de Innovación y Conocimiento Científico.
- REVENCYT: Índice y Biblioteca Electrónica de Revistas Venezolanas de Ciencia y Tecnología.
- SciELO Venezuela: Scientific Electronic Library Online - Venezuela. *Ingresa a la Colección ScieLo Venezuela certificada el 30 de junio de 2008. Acceso disponible a través de las web: "SciELO Venezuela", para ver las versiones completas de los artículos publicados en los números 1 y 2 de los volúmenes 22 al 29 y el número 2 del volumen 21, en formato HTML.*
- Protocolo OAI-PMH: La RLMM cumple con el Protocolo Metadata Harvesting (OAI-PMH) de interoperabilidad para el intercambio y difusión de los metadatos de contenidos provenientes de distintas fuentes, plataformas y repositorios, desarrollado por la Open Archives Initiative.

De interés para investigadores venezolanos:

Desde el año 2007, la **RLMM** es clasificada por el **Observatorio Nacional de Ciencia, Tecnología e Innovación (ONCTI)** como una **Publicación Tipo "A"** al estar indexada en el *Catálogo Latindex*, en SciELO- Revistas Certificadas y por obtener un puntaje de 78,3 en la *Evaluación de Mérito* del año 2007 realizada por el *FONACIT*, puntaje que supera apreciablemente el mínimo de 55,0 puntos exigidos.

4. PERIODICIDAD

RLMM es de frecuencia semestral. Publica dos números al año. La convocatoria para la recepción de artículos se mantiene abierta durante todo el año.

5. CODIGO DE ETICA

Para garantizar la publicación de trabajos científicos de alta calidad y originalidad, los editores de área de la **RLMM** aplican un proceso de revisión por pares inflexible con estrictos principios y códigos de ética.

No serán aceptados para su publicación trabajos con contenidos que no sean novedosos o que hayan sido enviados simultáneamente a otras revistas. Tampoco se aceptará el envío de trabajos traducidos a partir

de otro artículo que ya esté publicado en otro idioma. Cualquier trabajo que presente un posible conflicto de intereses será rechazado por los editores.

Los autores que deseen publicar sus artículos en la **RLMM** deben revisar sus trabajos, de tal manera que los datos y métodos utilizados en la investigación se presenten detalladamente en el artículo, de tal forma que otros investigadores puedan replicar el trabajo. Sus hallazgos de investigación deben ser presentados con precisión acompañados de una discusión objetiva que destaque su importancia.

Al enviar su trabajo, los autores deberán tener las medidas, cálculos y datos, que sustentan sus resultados, disponibles para los árbitros de la revista, quienes frecuentemente suelen solicitarlos.

Si después de la publicación de su artículo, los autores detectan errores o inexactitudes omitidos en su trabajo original, deben comunicarlas a los editores de la revista.

Los autores no deben enviar trabajos con imágenes, textos o datos que ya hayan sido publicados, lo cual será considerado por los editores de la **RLMM** como plagio. Citar las fuentes no debe omitirse en ningún caso, incluso cuando sean sus propias publicaciones.

En los trabajos de revisión que requieran incluir imágenes o datos ya publicados, los autores además de citar la fuente, deberán solicitar la autorización escrita del titular original, y presentarla a la **RLMM** junto a su manuscrito.

Si después de la publicación de un trabajo en la **RLMM**, se recibiera la denuncia de plagio, o de alguna manipulación irregular de un resultado o imagen, el cuerpo editorial procederá a estudiarlo y si se confirma, la **RLMM** procederá a corregir (en caso de error por omisión) o retirar el trabajo.

El plagio será considerado por parte de los editores de la **RLMM** una violación de los códigos de ética, por lo que procederán a rechazar categóricamente tales trabajos.

6. TRANSFERENCIA DE DERECHOS DE AUTOR

Los autores, reconocen la completa transferencia de los derechos de autor en todos los idiomas a la **RLMM**, de los artículos incluyendo texto, figuras, tablas y cualquier otra información enviada a los editores y aceptada para publicación. Esta transferencia incluye el derecho de la **RLMM** de adaptar el Artículo para fines de reproducción en medios digitales o impresos sin alterar su contenido escrito, así como la información mostrada en tablas o figuras que hayan sido aceptadas para su publicación.

Los autores acuerdan la transferencia de derechos de autor a la **RLMM** en representación propia y del resto de los autores o en representación de una institución o sociedad mercantil.

Los autores conservan los derechos de distribuir copias del trabajo publicado para fines docentes o dentro de su institución de afiliación.