

TESIS DOCTORADO EN FÍSICA

Integración de la Microestructura de aleaciones metálicas a partir de diferentes modelos para el análisis de Experimentos de Difracción

Mg. Emanuel Alejandro Benatti
Doctorando

Dr. Raúl Eduardo Bolmaro
Director

26 de Abril de 2017

Física y Micromecánica de materiales heterogéneos
Instituto de Física Rosario

Facultad de Cs. Exactas, Ingeniería y Agrimensura
Universidad Nacional de Rosario
Argentina

A mi familia
A mis amigos
y a todos los que se lo merecen
por merecerlo.

Índice de contenidos

| | |
|---|-----------|
| Índice de contenidos | ii |
| Índice de figuras | iv |
| Índice de símbolos | v |
| Resumen | vi |
| 1. Introducción | 1 |
| 1.1. Motivación | 1 |
| 1.2. Cristalografía de Rayos X | 3 |
| 1.2.1. Estudios de ancho de pico | 4 |
| 1.3. Difracción de electrones retro difundidos | 9 |
| 1.4. Textura cristalográfica | 10 |
| 1.4.1. FDO y FDO generalizada | 10 |
| 1.5. Revisión bibliográfica y estado del arte | 10 |
| 1.6. Organización de la tesis | 10 |
| 2. Materiales y métodos | 11 |
| 2.1. Experimentos de difracción de rayos X | 11 |
| 2.2. Postprocesamiento de los datos | 11 |
| 2.3. Método de CMWP y Langford | 11 |
| 2.4. Mediciones de EBSD | 11 |
| 3. Estudio sobre el acero libre de intersticiales | 12 |
| 3.1. Estudio de la microestructura por el método CMWP | 12 |
| 3.2. Estudio de la microestructura por el método de Langford y figuras de polos generalizadas | 12 |
| 3.3. Estudio de la microestructura por EBSD | 12 |
| 3.4. Discusión de resultados | 12 |
| 3.5. Conclusiones | 12 |
| 4. Estudio sobre el acero F138 | 14 |
| 4.1. Estudio de la microestructura por el método CMWP - Revisión | 14 |
| 4.2. Estudio de la microestructura por el método de Langford y figuras de polos generalizadas | 14 |
| 4.3. Estudio de la microestructura por EBSD - Revisión | 14 |
| 4.4. Discusión de resultados | 14 |
| 4.5. Conclusiones | 14 |

| | |
|---|-----------|
| 5. Estudio sobre el acero duplex G2205 | 15 |
| 5.1. Estudio de la microestructura por el método de Langford y figuras de polos generalizadas | 15 |
| 5.2. Discusión de resultados | 15 |
| 5.3. Conclusiones | 15 |
| 6. Estudio sobre el Aluminio 1050 | 16 |
| 6.1. Estudio de la microestructura por el método CMWP | 16 |
| 6.2. Estudio de la microestructura por el método de Langford y figuras de polos generalizadas | 16 |
| 6.3. Estudio de la microestructura por EBSD - Revisión | 16 |
| 6.4. Discusión de resultados | 16 |
| 6.5. Conclusiones | 16 |
| 7. Conclusiones | 17 |
| 8. Proyecciones | 18 |
| Bibliografía | 19 |

Índice de figuras

| | | |
|------|---|----|
| 1.1. | Las 14 Redes de Bravais posibles para un material tridimensional. . . . | 1 |
| 1.2. | Las tres redes de Bravais que se observan en los materiales metálicos. . | 2 |
| 1.3. | Ejemplo de la influencia de la influencia de la textura en la respuesta mecánica que se puede observar en un material metálico, aluminio en este caso. La figura (a) muestra un ejemplo típico de "orejeado", producto de una anisotropía producida por la textura. El material de la figura (b) tiene una textura que resulta en una respuesta más isotrópica del material ante el embutido, eliminando así el orejeado. | 3 |
| 1.4. | Ley de Bragg | 3 |
| 1.5. | Ejemplo del ensanchamiento anisotrópico. Imágenes obtenidas de [4] . . | 6 |
| 1.6. | Ejemplo de la influencia del factor de contraste para dos casos extremos. Ver si puedo encontrar una referencia. | 7 |
| 3.1. | caption para probar | 13 |

Índice de símbolos

Unidades más comunes, símbolos, abreviaturas y siglas utilizadas. Se incluye la página con una descripción más detallada cuando sea pertinente.

| | |
|-----------------------|---|
| $\langle e^2 \rangle$ | Deformación cuadrática media de la red cristalina |
| A_n | n-ésimo coeficiente de Fourier |
| C | Factor de contraste de una dislocación. |
| H o $FWHM$ | Ancho de pico a media altura. También abreviado como FWHM por sus siglas en inglés (Full Width at Half Maximum). |
| H^2 | Invariante de cuarto orden que determina el factor de contraste promedio. |
| L | Orden de reflexión. Mentira. Escribirlo bien. |
| \bar{C} | Factor de contraste promedio. |
| \bar{C}_{h00} | Factor de contraste promedio para los planos h00 |
| λ | Longitud de onda |
| \mathbf{G} | Vector de la red recíproca. |
| \mathbf{K}_B | Vector de dispersión que cumple la ley de Bragg. |
| \mathbf{K} | Vector diferencia entre los vectores de onda de las radiaciones incidente y saliente. También llamado vector de dispersión. |
| \mathbf{b} | Vector de burgers de una dislocación. |
| \mathbf{k}_e | Vector de onda de la radiación saliente. |
| \mathbf{k}_i | Vector de onda de la radiación incidente. |
| \mathbf{l} | Vector de línea de una dislocación. |
| θ_B | Ángulo de Bragg |
| c_{ij} | Constantes elásticas de un material. |
| d_{hkl} | Distancia interplanar para la familia de planos hkl |
| q | Carácter hélice-borde de una dislocación |
| XRD | Difracción de Rayos X |

Resumen

Palabras clave: palabras, clave, español

Capítulo 1

Introducción

“La destrucción es obra de una tarde. La creación es obra de una vida.”

— Kamahl, acólito druida

1.1. Motivación

Dentro de la multitud de materiales existentes, los sólidos cristalinos son aquellos que tienen más impacto en el desarrollo de nuestra vida cotidiana. Los sólidos cristalinos son materiales que están constituidos por cristales, que son arreglos periódicos de átomos. Dado que en el transcurso de este trabajo sólo se hablará de sólidos cristalinos, cuando se hable de sólido, material o muestra, siempre se sobreentenderá que se está hablando de un sólido cristalino.

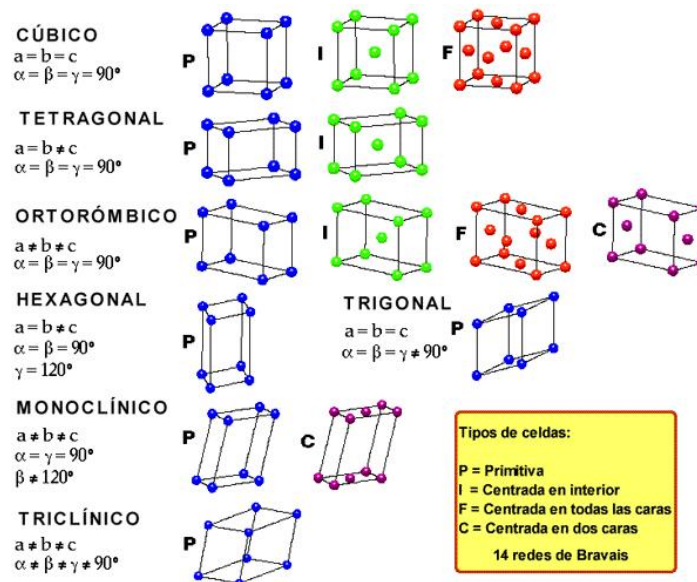


Figura 1.1: Las 14 Redes de Bravais posibles para un material tridimensional.

La unidad básica de un cristal es la denominada celda unidad, que se repite en las tres dimensiones del espacio, dándole al cristal una simetría de traslación. Utilizando los métodos de la teoría de grupos, se puede demostrar que existen sólo 14 formas de

llenar el espacio con arreglos periódicos de átomos (Fig. 1.1), es decir, existen 14 tipos diferentes de celdas unitarias, que se denominan redes de Bravais[1].

Sin embargo, a pesar de la variedad de posibles arreglos atómicos disponibles, se observa que en la naturaleza los metales tienden a formar sólo tres de esas estructuras, mostradas en la Fig. 1.2 y que se denominan Cúbica Centrada en las Caras (FCC), Cúbica Centrada en el Cuerpo (BCC) y Hexagonal Compacta (HCP). Las siglas que se usarán para caracterizar a cada una de estas celdas están basadas en la nomenclatura inglesa, *Face Centered Cubic*, *Body Centered Cubic* y *Hexagonal Close Packed*. En este trabajo se trabajará con materiales metálicos que tienen alguna de estas tres simetrías, y se pondrá especial foco en los materiales FCC y BCC.

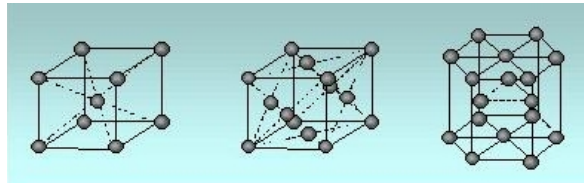


Figura 1.2: Las tres redes de Bravais que se observan en los materiales metálicos.

Según el principio de Neumann[2], las propiedades básicas de un sólido cristalino están determinadas en primer lugar por la de la celda unidad, y serán en general anisotrópicas, es decir dependerán de la orientación de dicha celda respecto a un cierto sistema de referencia. En un dado sólido, puede ocurrir que todos sus cristales tienen la misma orientación, en cuyo caso se dice que ese material es un monocristal. Si por el contrario, el sólido está constituido por cristales orientados en cualquier dirección, y todas las orientaciones se encuentran igualmente representadas, se dice entonces que el material es un policristal. En este caso, las propiedades macroscópicas del cristal se pueden obtener a partir de promediar las propiedades de la celda unidad en todas las orientaciones posibles. El caso más general consistirá en una situación intermedia entre un monocristal y un policristal, es decir, los cristales tendrán una o más orientaciones preferenciales y habrá una cierta distribución alrededor de dichas orientaciones, lo que constituirá la textura de dicho material. La textura de un material es el segundo factor que condicionará la anisotropía de las propiedades macroscópicas de un sólido cristalino.

La relación entre textura, propiedades mecánicas y procesos de fabricación es de gran interés puro, pero especialmente aplicado, ya que la capacidad de controlar la textura, y con ello la anisotropía de las propiedades mecánicas de los materiales y las respuestas de los mismos dentro de los procesos productivos puede implicar beneficios económicos importantes. Uno de los ejemplos más estereotípicos que se suele citar es el "orejeado" que puede producirse durante el embutido de chapas metálicas (Fig. 1.3), donde la anisotropía causada por la textura puede resultar en que la copa no tenga una altura homogénea, lo que produce un exceso importante en la chatarra que produce al cortar la boca de esas copas para eliminar el orejeado.

Adicionalmente la textura no sólo condiciona las propiedades mecánicas de los materiales, sino que también influencia cómo estos materiales acumularán defectos una vez sometidos a diferentes sollicitaciones. Por ejemplo, más adelante en esta tesis se verá como al laminar el acero, se favorecen dos tipos de orientaciones, pero los defectos tienden a acumularse en sólo una de ellas, lo cual a su vez afecta otras propiedades del acero como ser su dureza, ductilidad, etc.

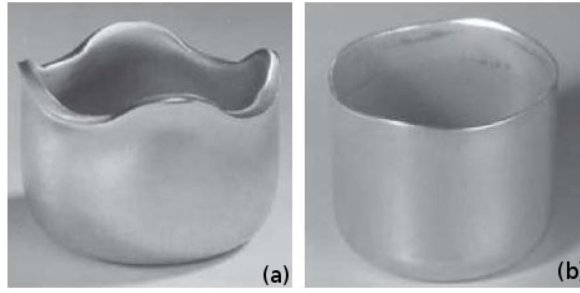


Figura 1.3: Ejemplo de la influencia de la textura en la respuesta mecánica que se puede observar en un material metálico, aluminio en este caso. La figura (a) muestra un ejemplo típico de “orejeado”, producto de una anisotropía producida por la textura. El material de la figura (b) tiene una textura que resulta en una respuesta más isotrópica del material ante el embutido, eliminando así el orejeado.

A partir de estas motivaciones surge este trabajo, en donde nos se propone estudiar la anisotropía de distintas aleaciones metálicas, buscando relaciones entre las deformaciones mecánicas sufridas por las muestras, su textura y los defectos acumulados en las mismas.

1.2. Cristalografía de Rayos X

Los rayos X son una herramienta de vital importancia para el estudio de los materiales cristalinos, ya que de la interacción entre ambos se pueden observar los detalles acerca del ordenamiento de los átomos en un dado material.

Sea un haz monocromático de rayos X de longitud de onda λ y vector de onda \mathbf{k}_i que incide sobre una dada muestra cristalina formando un ángulo θ con la familia de planos cristalinos hkl , como se observa en la Fig. 1.4.

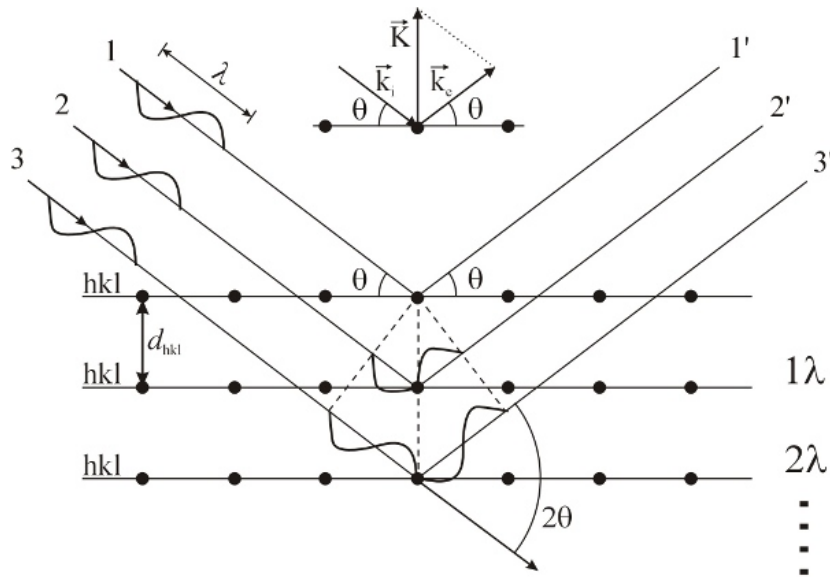


Figura 1.4: Ley de Bragg

Si el haz interactúa con la muestra elásticamente, será dispersado con la misma longitud de onda inicial, pero en una dirección marcada por el vector de onda \mathbf{k}_e , que cumplirá $|\mathbf{k}_i| = |\mathbf{k}_e| = \frac{2\pi}{\lambda}$, y que formará el mismo ángulo con la familia de

planos hkl . Si el cristal es infinito y está libre de cualquier tipo de distorsiones, habrá interferencia constructiva del haz dispersado sólo cuando:

$$\mathbf{K} = \mathbf{k}_e - \mathbf{k}_i = \mathbf{K}_B = \mathbf{G}_{hkl} \quad (1.1)$$

siendo \mathbf{G}_{hkl} un vector de la red recíproca correspondiente a la familia de planos hkl . Ahora bien, como se puede ver en la Fig 1.4, $|\mathbf{K}| = \frac{2 \sin \theta_B}{\lambda}$, y como $|\mathbf{G}_{hkl}| = \frac{n}{d_{hkl}}$, la condición de Bragg 1.1 puede escribirse también:

$$2 d_{hkl} \sin(\theta_B) = n \lambda \quad (1.2)$$

siendo d_{hkl} la distancia interplanar de la familia de planos $\{hkl\}$, $2\theta_B$ el ángulo formado entre el haz incidente y el haz reflejado cuando se cumple la condición de Bragg y n el número de orden de difracción. La Ec. 1.2, se llama Ley de Bragg y es la ecuación fundamental de la difracción de Rayos X (DRX).

La Ley de Bragg es válida en la medida que se cumplan la condiciones de dispersión cinemática y la condición de difracción de Fraunhofer. La primer condición se cumple cuando el fotón de rayos X que es dispersado interactúa solamente con un átomo de la muestra, y no es válida cuando se tiene un cristal verdaderamente perfecto. Por otro lado, la condición de Fraunhofer implica que el detector se encuentra a una distancia mucho mayor que la longitud característica del cristal que está dispersando la radiación. Para las configuraciones de laboratorio típicas, esto implica que no se pueden estudiar cristales con dimensiones mayores a $1 \mu m$. Ambas aproximaciones serán válidas para los materiales y las condiciones experimentales mencionadas en este trabajo.

Una consecuencia de la ley expresada en la Ec. 1.2 es que para un cierto haz incidente habrá reflexiones cuyas distribución de intensidades serán funciones deltas de Dirac, con intensidad infinita para el ángulo θ_B e intensidad nula para los ángulos θ que no cumplan con la condición de Bragg. Como resultado, los "picos" de difracción tendrán un ancho nulo. Si, como ocurre en la práctica, el número de planos que contribuyen a la reflexión es finito, la distribución angular de intensidades tendrán un ancho y altura finitos, y lo mismo ocurrirá si la red de átomos tiene distorsiones, es decir, si los átomos no se encuentran en un arreglo perfectamente periódico. En un experimento de DRX real aparecerán además otras contribuciones que ensancharán los picos de difracción. Por ejemplo, el haz incidente no será puntual ni estará constituido por haces completamente paralelos, sino que tendrá un tamaño finito y estará comprendido entre haces que tendrán cierta divergencia angular. Además, el haz no será completamente monocromático, sino que estará integrado por rayos X con longitudes de onda en un intervalo $(\lambda \pm \Delta\lambda)$. Todos estos factores contribuirán a que haya haces difractados en las vecindades de θ_B , aumentando el ancho de los picos de difracción. Una parte importante de esta tesis se tratará de obtener información acerca de la microestructura de los materiales a partir del ensanchamiento de los picos de difracción, por lo que la correcta clasificación y cuantificación de los efectos instrumentales será motivo de discusión permanente en los capítulos siguientes.

1.2.1. Estudios de ancho de pico

Si no se tienen en cuenta los diferentes efectos instrumentales se puede afirmar que, a partir del estudio del ensanchamiento y la forma de los perfiles de intensidad

de los picos de medidos en un experimento de DRX, es posible obtener información acerca de la cantidad y tipo de defectos presentes en un material, así como información microestructural como el tamaño promedio de los dominios coherentes de difracción (cristalitas). Al conjunto de técnicas y métodos del campo de la cristalografía que utilizados para obtener este tipo de información se los conoce como Estudios de Ancho de Pico, o LPA, por sus siglas en inglés (*Line Profile Analysis*). Aunque el término LPA fue acuñado muchos años después, la técnica, aunque rudimentaria, es tan antigua como los primeros experimentos de DRX, y fue implementada independientemente por Hull en Estados Unidos y Debye y Scherrer en Alemania. Mientras investigaba el tamaño de partículas de oro y plata en sistemas coloidales, Scherrer incluyó la ecuación que luego llevaría su nombre[?]:

$$H = 2\sqrt{\frac{\ln(2)}{\pi}} \frac{\lambda}{L \cos(\theta_B)} \quad (1.3)$$

Donde H denota el ancho del pico a la mitad de su intensidad máxima (también abreviado FWHM), L es la longitud característica de la cristalita en la dirección perpendicular a la familia de planos hkl y el factor numérico se usa para convertir H al ancho integral del pico, suponiendo que el mismo tiene forma de gaussiana. Los trabajos que siguieron se dedicaron a mejorar las estimaciones de tamaño y forma de las cristalitas, así como estudiar los perfiles de picos a partir de funciones Lorentzianas y mezclas de funciones Lorentzianas y Gaussianas. En el año 1938 Jones[?] señaló que el perfil de intensidades medido en un experimento de DRX, I_{exp} , es la convolución del perfil $I_{muestra}$ que se obtendría de la muestra y el debido a todos los efectos instrumentales, I_{inst} , es decir:

$$I_{exp} = I_{muestra} \otimes I_{inst} \quad (1.4)$$

De esta manera, Jones logró remover las contribuciones de las líneas $K\alpha_2$ de la radiación del cobre en las mediciones de tamaño de cristalita. En el año 1949 Hall[?] usó la formulación de Stokes y Wilson para proponer un método para separar las contribuciones de los efectos de tamaño de cristalita y de deformación de la red cristalina, basándose en el hecho de que cada contribución tiene una variación característica con el orden de difracción hkl . Al graficar el ancho integral de cada pico de difracción en función de K , los puntos se acomodan en una recta cuya pendiente está relacionada con el nivel de deformación de la red, y cuya ordenada al origen es el recíproco del tamaño de cristalita promedio (D):

$$\Delta K = \beta \cos\left(\frac{\theta}{\lambda}\right) = \frac{1}{D} + 2\epsilon K \quad (1.5)$$

siendo ϵ una cantidad que es proporcional a la distorsión de la red cristalina y β es el ancho integral de cada reflexión. La primera versión del método de Williamson-Hall, que es como se llamó a la aplicación de la Ec. 1.5, se basa en la suposición de que los picos de difracción tienen un perfil lorentziano. Si los perfiles tienen un carácter gaussiano, muchos pasos en la deducción son iguales, pero el resultado final es lo que se denomina la forma cuadrática de la ecuación de Williamson-Hall[3]:

$$(\Delta K)^2 = \left[\beta \cos\left(\frac{\theta}{\lambda}\right) \right]^2 = \left(\frac{1}{D} \right)^2 + 4\epsilon^2 K^2 \quad (1.6)$$

Conceptualmente, lo que dicen las Ecs. 1.5 y 1.6 es que el ensanchamiento producido por el tamaño finito de cristalita es independiente del orden de difracción hkl o el vector de difracción K , mientras que la contribución debida a las distorsiones de la red cristalina crecen linealmente o cuadráticamente, respectivamente, con el vector K .

En el año 1949, Warren y Averbach[?] también utilizaron la formulación de Stokes y Wilson para derivar otro método para separar las contribuciones de distorsión y tamaño al ensanchamiento de los picos de rayos X. El método de Warren-Averbach se basa en el hecho de que la transformada de Fourier de la convolución de dos funciones es simplemente el producto de las transformadas de Fourier de dichas funciones, y como el perfil de intensidades $I_{muestra}$ es la convolución del perfil obtenido por las contribuciones de tamaño I_T y distorsión I_D , los coeficientes de Fourier del perfil de línea de la muestra A_n son el producto de los coeficientes de tamaño A_n^T y distorsión A_n^D :

$$A_n = A_n^T A_n^D \quad (1.7)$$

En este caso, si se supone que las cristalitas son de forma esférica y que su distribución de tamaño es de tipo lognormal[?] y se supone un perfil de deformación de tipo gaussiano, se puede llegar a la ecuación que se emplea cuando se aplica el método de Warren-Averbach:

$$\ln(A_n(l)) = \ln(A_n^T) - 2\pi^2 n^2 l^2 \langle e^2 \rangle \quad (1.8)$$

En la Ec. 1.8, l es el orden de una dada reflexión, $\langle e^2 \rangle$ es la deformación cuadrática media de la red cristalina y el resto de los símbolos son acordes a las definiciones anteriores.

Una limitación importante de los métodos de Williamson-Hall (WH) y de Warren-Averbach (WA) es que no toman en cuenta la anisotropía en la deformación de la red cristalina. Matemáticamente, eso significa que los términos de deformación en las Ecs. 1.5, 1.6 y 1.8 son funciones monótonas de K y l , respectivamente. En la práctica, si en el material estudiado las dislocaciones son un mecanismo de deformación importante, se observará que el ensanchamiento ΔK no es una función monótona de K sino que existe cierta dispersión, como se ve en la Fig 1.5-(a).

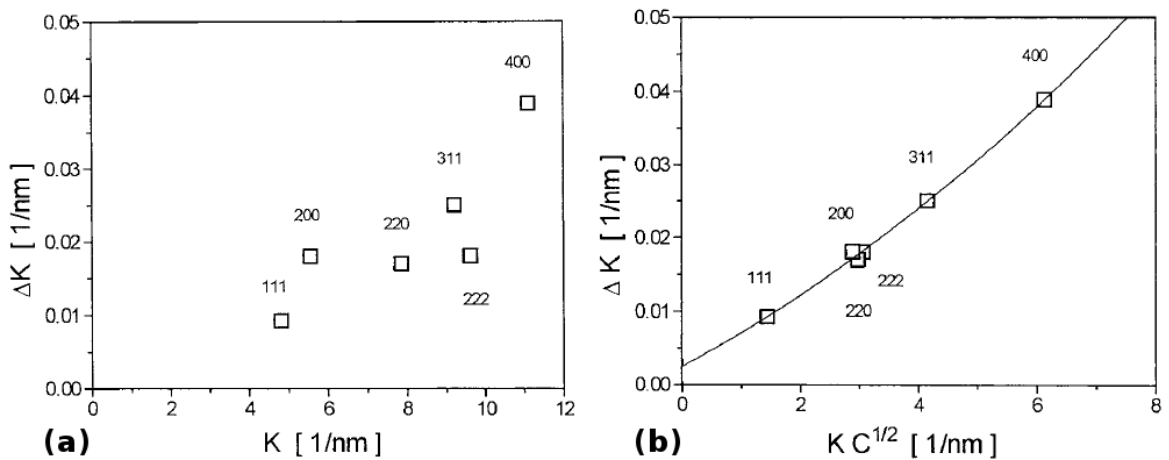


Figura 1.5: Ejemplo del ensanchamiento anisotrópico. Imágenes obtenidas de [4]

En ensanchamiento anisotrópico puede tener multitud de causas, entre ellas:

- (i) Errores sistemáticos y estadísticos en la medición.

- (ii) Anisotropía en el tamaño de cristalita.
- (iii) Las cristalitas que contribuyen al ensanchamiento de cada pico tienen distinta densidad de dislocaciones.
- (iv) El campo de deformaciones en el medio elástico es anisótropo, con lo cual la contribución al ensanchamiento de los picos de difracción será diferente para cada familia de planos hkl.
- (v) Existen defectos de tipo planar que contribuyen al ensanchamiento de los picos de difracción.

La causa (i) sólo se puede minimizar a través de una cuidadosa planificación y ejecución de los experimentos, aunque siempre va a estar presente en alguna medida, y va a tener mayor importancia cuando se esté estudiando el perfil de picos de baja intensidad respecto al ruido de fondo. La causa (ii) es difícil de saber a priori y va a depender fuertemente de la historia termo-mecánica de la muestra. La causa (iii) está fuertemente relacionada con la textura del material, sus características cristalográficas y el tipo de procesos termo-mecánicos a los que fue sometido. La causa (iv) siempre estará presente y también será difícil de determinar a priori, salvo para casos particulares. Finalmente la causa (v) podrá visualizarse en ciertos casos estudiando la asimetría de los picos de difracción, así como estudiando la dependencia de la anisotropía con el orden de difracción hkl y estudiando el corrimiento de los picos de difracción.

Las formulaciones del método de WH y como el de WA involucran ciertas suposiciones implícitas para resolver los problemas planteados, a saber, que todas las cristalitas tienen forma esférica y que tienen el mismo tamaño, que no hay defectos planares y que la deformación causada por las dislocaciones es isótropa.

Hacia finales de los '90 y principios de los '00 modificaron la formulación de WH y WA para tomar en cuenta la anisotropía en el campo de deformaciones de la red cristalina a través del concepto de los factores de contraste.

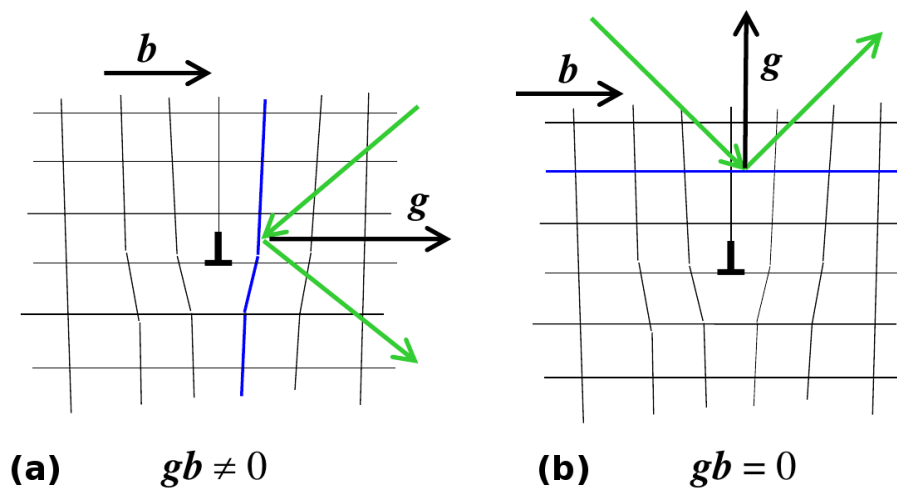


Figura 1.6: Ejemplo de la influencia del factor de contraste para dos casos extremos. Ver si puedo encontrar una referencia.

El modelo del factor de contraste toma en cuenta que las dislocaciones no son igualmente visibles para cualquier plano cristalino, es decir, la contribución de una

dada dislocación al ancho de un determinado pico de difracción definido por el vector \mathbf{G}_{hkl} va a depender de la orientación relativa entre \mathbf{G}_{hkl} y el vector de burgers \mathbf{b} de esa dislocación, tal como se muestra la Fig. 1.6 para los dos casos extremos que pueden ocurrir al estudiar para una dislocación de borde en una red cúbica.

Tanto en la parte (a) de la figura como en la (b) se tiene una dislocación de borde cuyo vector de burgers tiene una dirección horizontal con sentido hacia la derecha. Ahora bien, si en un experimento de difracción se observan los planos verticales, es decir se tiene $\mathbf{g} \parallel \mathbf{b}$, la contribución de esa dislocación hacia el ensanchamiento de pico será máxima, y esto se correlaciona con el hecho que la distorsión que la dislocación ocasiona en la red cristalina es más visible. Por otro lado, al observar los planos horizontales se tiene $\mathbf{g} \perp \mathbf{b}$ y la contribución de esa dislocación al ensanchamiento de ese pico será nula, o muy pequeña. Notar que al ver los planos horizontales la deformación producida en la red cristalina es mucho menos visible.

Este ejemplo muestra que se puede pensar en el factor de contraste C como una cantidad que va a corregir el hecho de que una dada dislocación es más o menos "visible" en un experimento de difracción, dependiendo del plano cristalino analizado. La correcta determinación de estos factores es fundamental si se quiere hacer una cuantificación adecuada de la densidad de dislocaciones de un material. Como regla general, el factor de contraste será una cantidad que depende tanto del vector de difracción G como del tipo de dislocación presente en el material, así como de las constantes elásticas del material mismo:

$$C = C(\mathbf{G}, \mathbf{b}, \mathbf{l}, c_{ij}) \quad (1.9)$$

Donde \mathbf{G} y \mathbf{b} son las cantidades definidas previamente, \mathbf{l} es el vector de línea de la dislocación y c_{ij} representan las componentes del tensor elástico del material. El cálculo de C a partir de la Ec 1.9 para un material elásticamente anisotrópico es una tarea que, además de laboriosa, requiere conocer a priori del tipo de dislocaciones presentes en el material y los sistemas de deslizamiento activos, lo que en general no ocurre. Sin embargo, Ungar et al[5, 6] han deducido expresiones analíticas para calcular el factor de contraste promedio para materiales de simetría cristalina cúbica y hexagonal. Para materiales cúbicos la Ec. 1.9 toma una forma particularmente simple:

$$\bar{C} = \bar{C}(hkl) = A + B H^2 \quad (1.10)$$

con

$$H^2 = \frac{h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \quad (1.11)$$

un invariante de cuarto orden de los índices de Miller hkl , y A y B constantes que pueden calcularse a para dislocaciones de hélice y borde a partir de las constantes elásticas del material. Si se observa con detenimiento la Ec. 1.11 se puede notar que $C(h00) = A$, por que la Ec. 1.10 suele escribirse de la forma:

$$\bar{C}(hkl) = \bar{C}_{h00} (1 - q H^2) \quad (1.12)$$

donde $A = C_{h00}$ y $q = -B/A$ ahora puede interpretarse como un número relacionado con la proporción de dislocaciones de hélice respecto de las de borde. Vale notar que la Ec. 1.12 es válida sólo si $C_{h00} \neq 0$, cosa que no ocurre en todos los casos, aunque sí lo suficiente como para darle a la Eq. 1.12 una generalidad aceptable.

A partir de la implementación del método de los factores de contraste, se puede avanzar en relacionar la deformación de la red cristalina e con la densidad de dislocaciones. En particular, si la principal causa de deformación de la red cristalina son dislocaciones, la deformación cuadrática media puede escribirse[7]:

$$\langle e^2 \rangle = \frac{\rho C b^2}{4\pi} f\left(\frac{l}{R_e}\right) \xrightarrow{l \rightarrow 0} -\frac{\rho C b^2}{4\pi} \ln\left(\frac{l}{R_e}\right) \quad (1.13)$$

donde b es la longitud del vector de burgers de las dislocaciones, C es el factor de contraste definido en 1.9 y 1.9, ρ es la densidad de dislocaciones del material y R_e es el radio de corte del campo de deformación producido por las dislocaciones y f es la función de Wilkens. Cuando se busca analizar los detalles de la microestructura, R_e suele reemplazarse por el factor de Wilkens $M = R_e \sqrt{\rho}$, que da una idea no sólo de la cantidad de dislocaciones, sino de cómo éstas interactúan entre si para deformar la estructura cristalina. Se pueden distinguir tres casos:

- Si $M = 1$ En este caso $R_e = \frac{1}{\rho}$ y la longitud del campo de deformación producido por las dislocaciones es igual a la distancia promedio entre las mismas.
- Si $M \ll 1$ el campo de deformaciones producido por las dislocaciones es menor que la distancia promedio entre ellas y es apantallado por un arreglo de dislocaciones correlacionadas que forman dipolos. En este caso el perfil de ensanchamiento resultante tiende a tener una forma lorentziana.
- Por otro lado si $M \gg 1$ las dislocaciones están distribuidas aleatoriamente, no interactúan entre ellas y el campo de deformaciones es de largo alcance. El perfil resultante de esta microestructura tiene un aspecto gaussiano.

Un análisis más detallado de la contribución de las dislocaciones al ensanchamiento de picos de difracción revela que la Ec. 1.13 es el primer orden de un desarrollo más complejo[8]:

$$\begin{aligned} \langle e^2 \rangle = & -\frac{Cb^2}{4\pi} \langle \rho \rangle \ln(l/R_e) + \\ & + \frac{1}{4\pi^2 g^2} \left(\frac{\pi g^2 C b^2}{2} \right)^2 |\langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2| l^2 \ln(l/R_1) \ln(l/R_2) - \\ & - i \frac{Cb^2}{4\pi} \langle S\rho \rangle l \ln(l/R_3) + O(l^3) \end{aligned} \quad (1.14)$$

En la Ec. 1.14, $\langle \rho \rangle$ es la densidad media de dislocaciones, $|\langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2|$ es la dispersión alrededor de ese valor, $\langle S\rho \rangle$ es una medida polarización del arreglo de dislocaciones, y los coeficientes R_1 a R_3 son parámetros de longitud que carecen de una interpretación física precisa. El término imaginario en la Ec. 1.14 implica que el ensanchamiento producido por dislocaciones también puede ser asimétrico.

1.3. Difracción de electrones retro difundidos

Cómo se mide y cómo se pueden relacionar las magnitudes de EBSD con las de RX
Que permite y que no permite ver en comparación con RX
¿Hablo de TEM?

1.4. Textura cristalográfica

Definición de textura, relación con los procesos de deformación y la microestructura. ODF: definición y obtención a partir de RX y EBSD. Diferencias de los dos métodos.

1.4.1. FDO y FDO generalizada

Relación entre la ODF y la ODF generalizada. Relación de FWHM y energía de deformación.

1.5. Revisión bibliográfica y estado del arte

1.6. Organización de la tesis

Capítulo 2

Materiales y métodos

- 2.1. Experimentos de difracción de rayos X
- 2.2. Postprocesamiento de los datos
- 2.3. Método de CMWP y Langford
- 2.4. Mediciones de EBSD

Capítulo 3

Estudio sobre el acero libre de intersticiales

“The void is without substance but cuts like steel.”

3.1. Estudio de la microestructura por el método CMWP

Texto antes de la figura

Texto despues de la figura

3.2. Estudio de la microestructura por el método de Langford y figuras de polos generalizadas

3.3. Estudio de la microestructura por EBSD

3.4. Discusión de resultados

3.5. Conclusiones

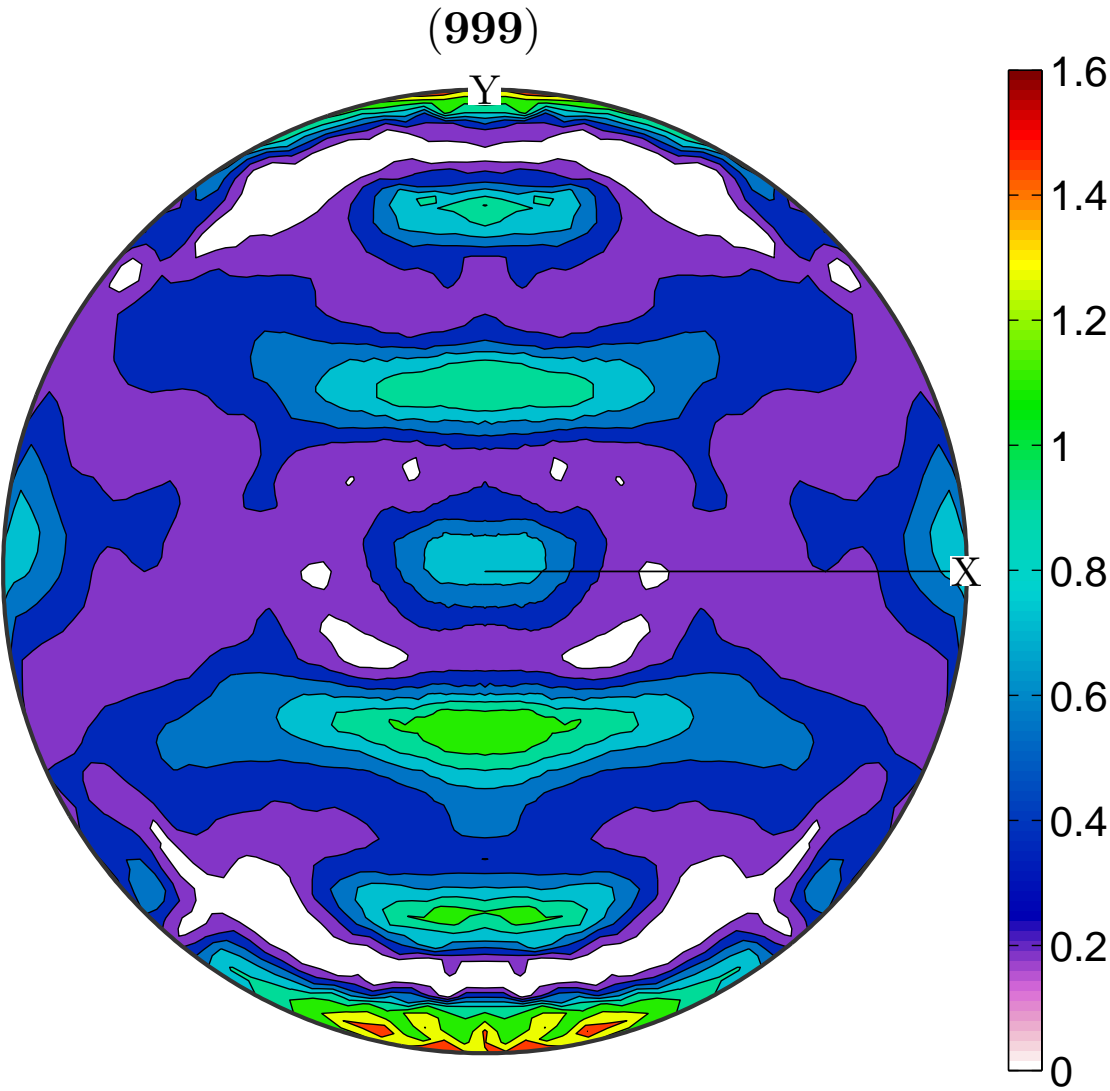


Figura 3.1: caption para probar

Capítulo 4

Estudio sobre el acero F138

- 4.1. Estudio de la microestructura por el método CMWP - Revisión
- 4.2. Estudio de la microestructura por el método de Langford y figuras de polos generalizadas
- 4.3. Estudio de la microestructura por EBSD - Revisión
- 4.4. Discusión de resultados
- 4.5. Conclusiones

Capítulo 5

Estudio sobre el acero duplex G2205

- 5.1. Estudio de la microestructura por el método de Langford y figuras de polos generalizadas
- 5.2. Discusión de resultados
- 5.3. Conclusiones

Capítulo 6

Estudio sobre el Aluminio 1050

- 6.1. Estudio de la microestructura por el método CMWP
- 6.2. Estudio de la microestructura por el método de Langford y figuras de polos generalizadas
- 6.3. Estudio de la microestructura por EBSD - Revisión
- 6.4. Discusión de resultados
- 6.5. Conclusiones

Capítulo 7

Conclusiones

Capítulo 8

Proyecciones

Bibliografía

- [1] HAHN, T. International Tables for Crystallography, Space-Group Symmetry. International Tables for Crystallography. Wiley, 2005. URL <https://books.google.com.ar/books?id=5sdoAQAACAAJ>.
- [2] NYE, J. Physical Properties of Crystals: Their Representation by Tensors and Matrices. Oxford science publications. Clarendon Press, 1985. URL <https://books.google.com.ar/books?id=ugwql-uVB44C>.
- [3] SCARDI, P., LEONI, M., DELHEZ, R. Line broadening analysis using integral breadth methods: A critical review. *J. Appl. Crystallogr.*, **37** (3), 381–390, 2004.
- [4] UNGÁR, T., TICHY, G. The Effect of Dislocation Contrast on X-Ray Line Profiles in Untextured Polycrystals. *Phys. Status Solidi*, **171** (2), 425–434, 1999. URL [http://doi.wiley.com/10.1002/\(SICI\)1521-396X\(199902\)171:2{>}3C425::AID-PSSA425{>}3E3.0.CO;2-W](http://doi.wiley.com/10.1002/(SICI)1521-396X(199902)171:2{>}3C425::AID-PSSA425{>}3E3.0.CO;2-W).
- [5] DRAGOMIR, I., UNGAR, T. The contrast factors of dislocations in cubic crystals : the dislocation model of strain anisotropy in practice. *J. Appl. Crystallography*, **32**, 992–1002, 1999.
- [6] DRAGOMIR, I. C., UNGÁR, T. Contrast factors of dislocations in the hexagonal crystal system. *J. Appl. Crystallogr.*, **35** (5), 556–564, 2002.
- [7] WILKENS, M. The determination of density and distribution of dislocations in deformed single crystals from broadened X-ray diffraction profiles. *Phys. status solidi*, **2** (2), 359–370, 1970. URL <papers2://publication/uuid/0C56477A-7338-449E-8DC9-DD0041A79EE1>.
- [8] GROMA, I., UNGÁR, T., WILKENS, M. Asymmetric X-ray line broadening of plastically deformed crystals. *J. Appl. Crystallogr.*, **21** (1), 47–54, 1988.