

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

3 de Mayo 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	10
1.4. Textura cristalográfica	13
1.4.1. FDO y FDO generalizada	13
1.5. Revisión bibliográfica y estado del arte	13
1.6. Organización de la tesis	13
2. Materiales y métodos	14
2.1. Experimentos de difracción de rayos X	14
2.2. Postprocesamiento de los datos	14
2.3. Método de CMWP y Langford	14
2.4. Mediciones de EBSD	14
3. Estudio sobre el acero libre de intersticiales	15
3.1. Estudio de la microestructura por el método CMWP	15
3.2. Estudio de la microestructura por el método de Langford y figuras de polos generalizadas	15
3.3. Estudio de la microestructura por EBSD	15
3.4. Discusión de resultados	15
3.5. Conclusiones	15
4. Estudio sobre el acero F138	17
4.1. Estudio de la microestructura por el método CMWP - Revisión	17
4.2. Estudio de la microestructura por el método de Langford y figuras de polos generalizadas	17
4.3. Estudio de la microestructura por EBSD - Revisión	17
4.4. Discusión de resultados	17
4.5. Conclusiones	17

5. Estudio sobre el acero duplex G2205	18
5.1. Estudio de la microestructura por el método de Langford y figuras de polos generalizadas	18
5.2. Discusión de resultados	18
5.3. Conclusiones	18
6. Estudio sobre el Aluminio 1050	19
6.1. Estudio de la microestructura por el método CMWP	19
6.2. Estudio de la microestructura por el método de Langford y figuras de polos generalizadas	19
6.3. Estudio de la microestructura por EBSD - Revisión	19
6.4. Discusión de resultados	19
6.5. Conclusiones	19
7. Conclusiones	20
8. Proyecciones	21
Bibliografía	22

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 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
1.7.	Esquema de una medición de EBSD	11
1.8.	Patrón de Kikuchi	11
1.9.	Ejemplo de mapa EBSD	12
3.1.	caption para probar	16

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
EBSD	Difracción de electrones retro difundidos
SEM	Microscopio electrónico de barrido
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.

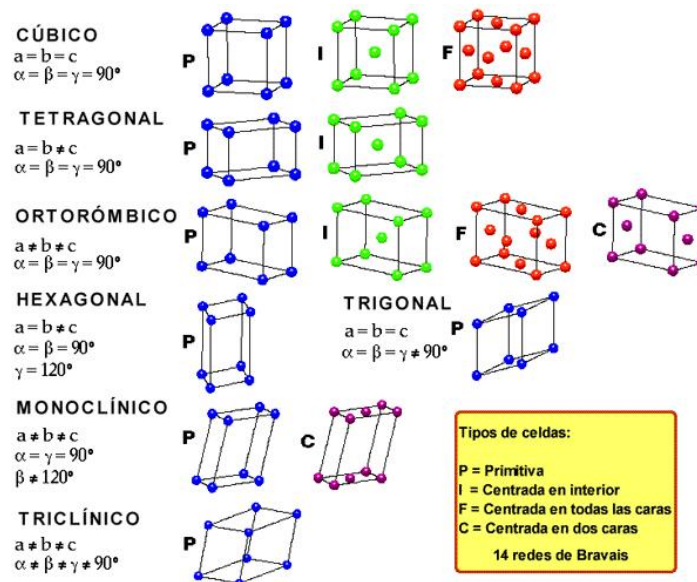


Figura 1.1: Las 14 Redes de Bravais posibles para un material tridimensional.

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.

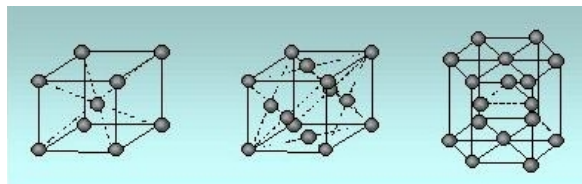


Figura 1.2: Las tres redes de Bravais que se observan en los materiales metálicos.

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.

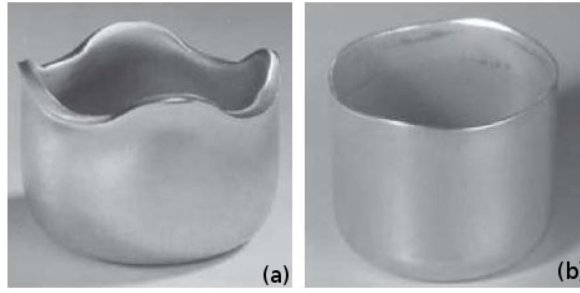


Figura 1.3: Ejemplo de la influencia de la textura en la respuesta mecánica que se puede observar en un material metálico, aluminio en este caso. La figura (a) muestra un ejemplo típico de “orejado”, producto de una anisotropía producida por la textura. El material de la figura (b) tiene una textura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

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.

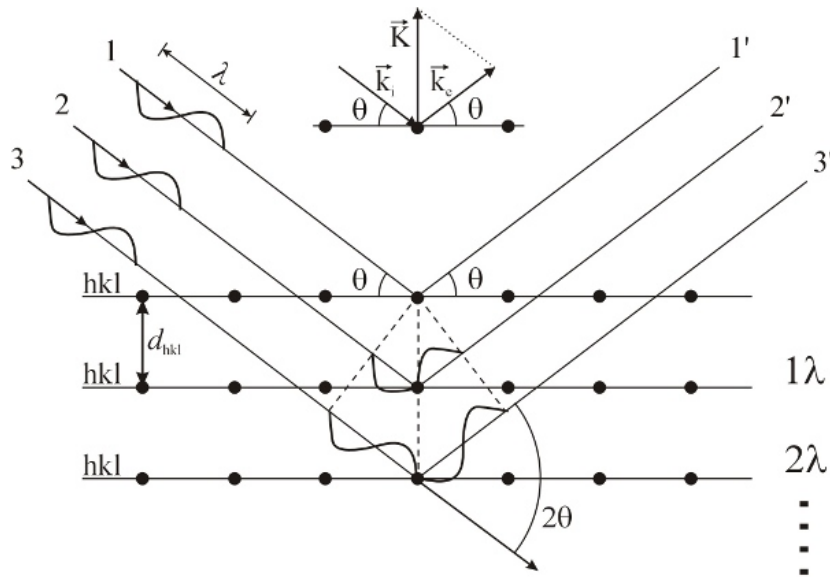


Figura 1.4: Ley de Bragg

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).

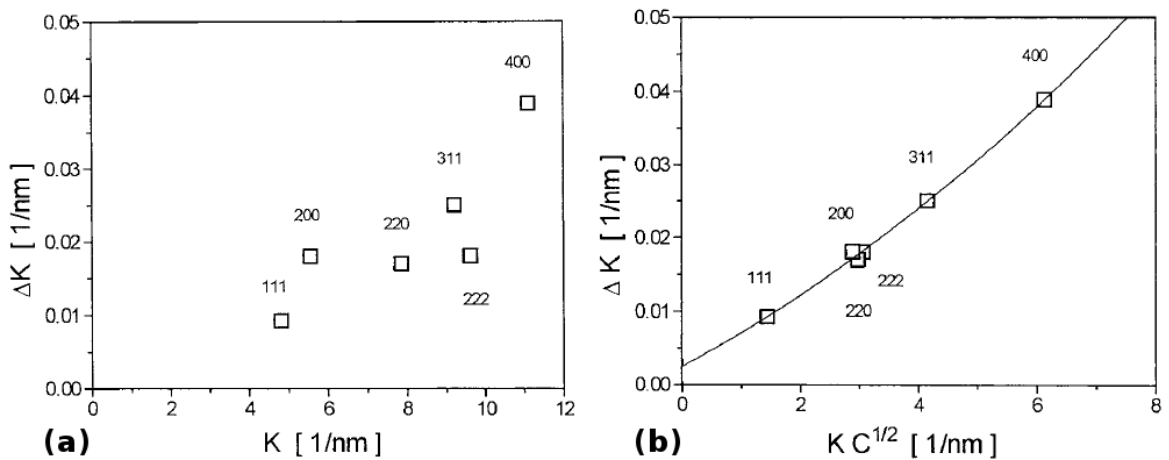


Figura 1.5: Ejemplo del ensanchamiento anisotrópico. Imágenes obtenidas de [4]

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.

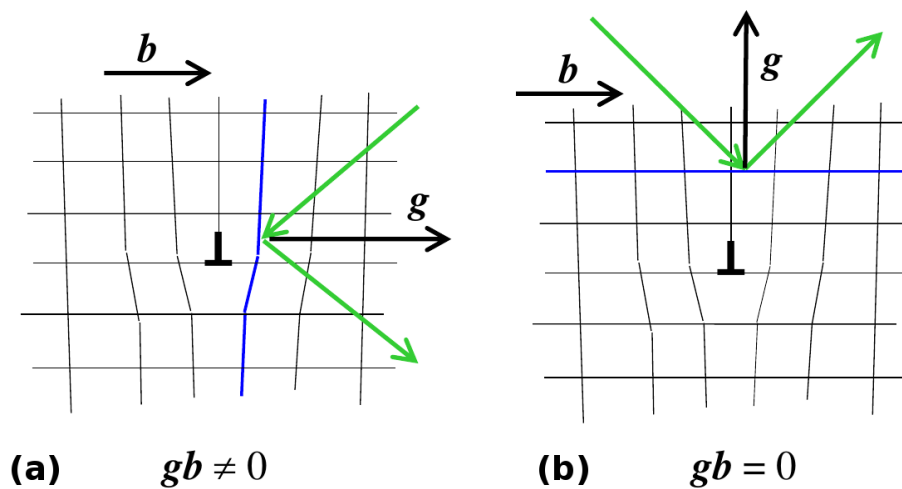


Figura 1.6: Ejemplo de la influencia del factor de contraste para dos casos extremos. Ver si puedo encontrar una referencia.

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 \mathbf{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 de elasticidad 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. Para sistemas cristalinos cúbicos y hexagonales Ungár et al[5, 6] han encontrado expresiones analíticas para calcular el factor de contraste de cualquier tipo de dislocación, siempre que se sepa el sistema de deslizamiento activo y el tipo de dislocación presente. En particular, para sistemas cúbicos se tiene que la Ec. 1.9 toma una forma sencilla:

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

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:

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

donde $A = C_{h00}$ y $q = -B/A$ ahora puede interpretarse como un número relacionado con el carácter hélice/borde de las dislocaciones presentes. 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 1.12, 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 $R_e = \frac{1}{\sqrt{\rho}}$ 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.

Como se dijo previamente, en general no se tiene un conocimiento a priori acerca de cuáles son los sistemas de deslizamiento activos, ni el carácter de las dislocaciones presentes en el material. Además, en el caso general, estarán presentes en el material

distintos tipos de dislocaciones, y los diferentes sistemas de deslizamiento tendrán diferentes poblaciones. En ese contexto, el factor de contraste resultante será un promedio de los factores de contraste de las dislocaciones presentes:

$$\bar{C} = \sum_i \frac{\rho_i}{\rho} C_i \quad (1.15)$$

donde ρ_i/ρ es la fracción de dislocaciones del sistema i respecto del total, y la suma se extiende sobre todos los sistemas de deslizamiento presentes. Si todos los sistemas de deslizamiento están igualmente poblados, lo cual es una suposición razonable para un material policristalino, se recupera la forma funcional de la Ec. 1.12:

$$\bar{C}(hkl) = \bar{C}_{h00} (1 - q H^2) \quad (1.16)$$

En la Ec. 1.16 las barras denotan que se ha realizado un promedio sobre los factores de contraste de los distintos sistemas de deslizamiento, y ahora q está vinculado con la proporción de dislocaciones de hélice respecto de las de borde.

Finalmente, cuando no sólo se tiene que promediar sobre los diferentes sistemas de deslizamiento, sino que además se tiene que los cristales tienen diferentes tipos y cantidad de dislocaciones, las ecuaciones mencionadas previamente siguen siendo válidas, sólo que deben aplicarse a cada cristal individualmente y promediar entre sí para obtener el coeficiente de Fourier de distorsión de la red. Es decir que el coeficiente de distorsión de la Ec. 1.7 es en realidad un promedio sobre las diferentes cristalitas:

$$A_n^D = \langle A_n^D \rangle = \sum_{\alpha} f_{\alpha} A_n^{D,\alpha} \quad (1.17)$$

y f_{α} es la fracción de volumen de cada cristalita y los coeficientes de Fourier $A_n^{D,\alpha}$ se deben calcular utilizando las Ecs. 1.8, 1.12, 1.13, 1.15 y 1.16, según corresponda a cada caso particular para cada cristalita.

Agrego una crítica acerca de todo esto?

1.3. Difracción de electrones retro difundidos

La difracción de electrones retro difundidos (EBSD por sus siglas en inglés) es una técnica que se utiliza en conjunto con las técnicas de microscopía de barrido, por lo que permite no sólo caracterizar la microestructura promedio de un material, sino correlacionar espacialmente información como la textura, tamaño de grano y acumulación de defectos. El uso de esta técnica ha aumentado rápidamente desde principios del 2000 debido al aumento de disponibilidad de los microscopios electrónicos de barrido (SEM). El incremento de la velocidad de adquisición y procesamiento de datos también ha permitido lograr que una técnica extremadamente local (capaz de estudiar pocos cristales) pase a tener una estadística comparable, aunque aún menor, que la de los experimentos de rayos X.

Los patrones que se obtienen en una medición de EBSD se obtienen a partir de las imágenes obtenidas en una pantalla de fósforo. Un haz de electrones de alta energía incide sobre una dada muestra, e interactúa con un volumen del orden de los 20 nm, como se muestra esquemáticamente en la Fig. 1.7.

Entre la multitud de interacciones que ocurren entre los electrones y el cristal,

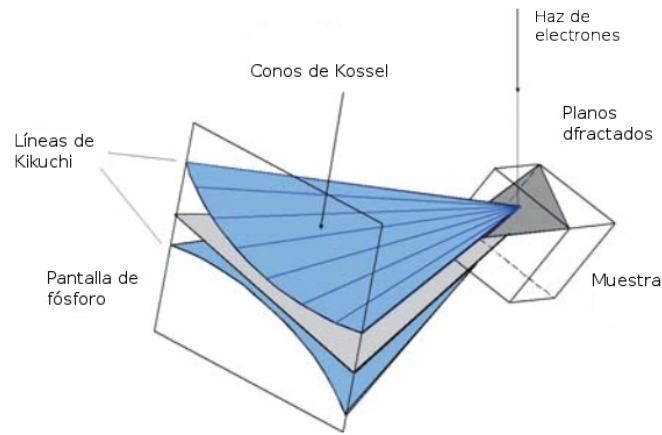


Figura 1.7: Esquema de una medición de EBSD

la interacción quasi elástica entre los electrones y el arreglo de planos cristalinos del volumen de interacción es la responsable de producir las llamadas bandas de Kikuchi que pueden verse en la Fig. 1.8. Estas bandas, que pueden pensarse como la proyección de una dada familia de planos cristalinos en la pantalla de fósforo, están limitadas por los conos de difracción que se producen cuando los electrones interactúan con la familia de planos $\{hkl\}$. Se puede demostrar que el espaciamiento angular entre los llamados conos de Kossel es igual a $2\theta_{hkl}$, donde θ_{hkl} cumple con la ley de Bragg:

$$2 d_{hkl} \sin(\theta_{hkl}) = n \lambda \quad (1.18)$$

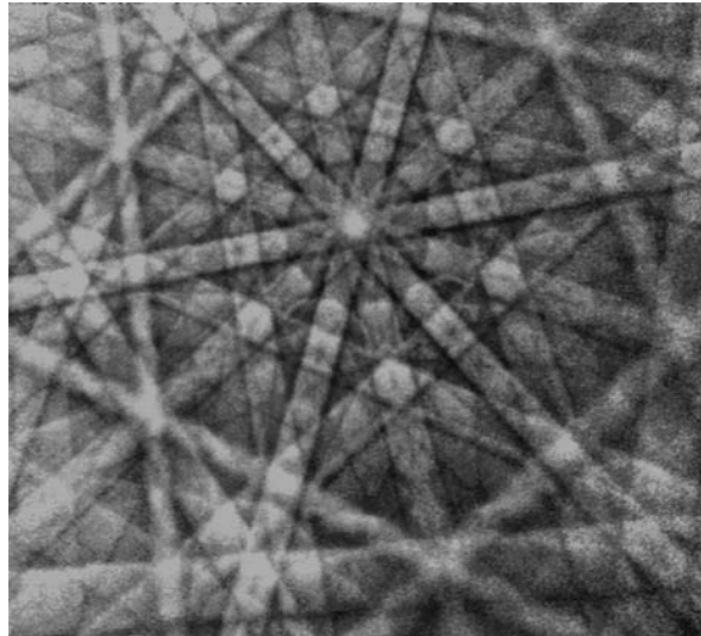


Figura 1.8: Patrón de Kikuchi

La configuración experimental de una medición de EBSD es tal que los conos de difracción son mucho más grandes que la pantalla de fósforo que los registra, por lo que las banda de Kikuchi que deberían ser curvas se ven prácticamente rectas, lo que facilita

su procesamiento y reconocimiento a través de herramientas matemáticas desarrolladas hace tiempo, en particular la transformada de Hough[ref].

Como en la práctica el haz incidente no interactúa solamente con una familia de planos sino con todos ellos, en la pantalla de fósforo quedan grabadas multitud de bandas de Kikuchi, cada una vinculada a una familia de planos en particular, y el ángulo entre bandas de Kikuchi es igual al ángulo que forman los diferentes planos cristalinos entre sí[ref], y es esta la característica que permite junto con la indicación de la estructura cristalina del material estudiado (dato que es preferible dar de antemano) determinar a partir de las bandas de Kikuchi la orientación promedio de los cristales que interactúan con el haz de electrones.

De esta manera en un experimento de EBSD, el haz de electrones barre la muestra, y en cada ubicación registra una serie de bandas de Kikuchi que permiten determinar, procesamiento de imagen mediante, la orientación de los cristales en el volumen estudiado. El resultado final es una imagen en la que se registra la orientación de todos los cristales del área estudiada como la que se puede ver en la Fig. 1.9. En este caso lo que se hace es asignar un color a los cristales que tienen una dada dirección cristalina paralela al eje Z y colorear cada pixel en función de este dato. Nótese que esta imagen, llama mapa de figura de polo inversa, da información acerca de la dirección de los cristales y no de su orientación, aunque combinando la información de distintos mapas, toda la información orientacional de la muestra puede ser analizada.

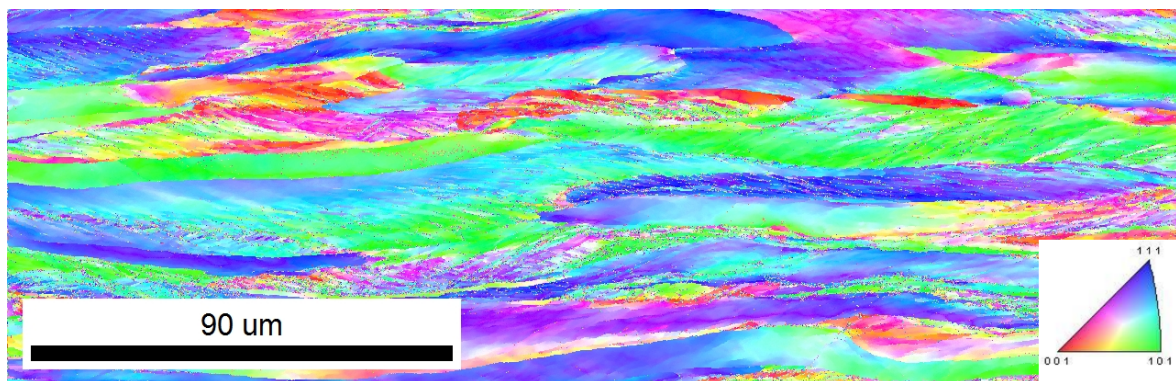


Figura 1.9: Ejemplo de mapa EBSD

Adicionalmente, los mapas de EBSD pueden proveer información acerca de la correlación espacial que existe entre las orientaciones, por ejemplo, en la imagen de la Fig. 1.9 puede verse que todos los puntos que tienen direcciones similares se agrupan a lo ancho de la imagen, dando una idea de "granos alargados", consistente con el hecho de que la imagen mostrada proviene de una muestra laminada, con la dirección de laminación paralela a la dirección en que los granos se "alargan".

A partir de lo descrito anteriormente se puede apreciar que las magnitudes físicas que se pueden obtener a partir de un experimento de EBSD van a estar definidas a partir de comparar la orientación de los cristales medidos. Por ejemplo, en un experimento de DRX uno puede estimar, a partir de las técnicas de LPA, el tamaño de los dominios coherentes de difracción, también llamados cristalitas, mientras que en EBSD se trabaja con el concepto de granos, definidos como porciones del material que tienen una misorientación mayor que determinado umbral, que suele variar entre los 5° y los 15°. (escribir mejor esta parte) Una comparación similar se puede hacer cuando se discuten las magnitudes asociadas a la deformación de la red cristalina. En los experimentos de

DRX se intenta estimar la densidad de dislocaciones del material, observadas por la presencia de un ensanchamiento que crece de una manera particular con los índices de Miller de los picos estudiados, mientras que en EBSD la cantidad básica para estimar la deformación de la red cristalina es la llama *Kernel Average Misorientation* (KAM) que se define como la misorientación promedio de un pixel con sus vecinos más cercanos. Debe quedar claro de las definiciones que tanto en las mediciones de tamaño de grano como de deformación de la red cristalina, las magnitudes medidas a partir de DRX y de EBSD son diferentes y van a arrojar, en general, valores diferentes. Sin embargo, es parte de las suposiciones iniciales de este trabajo que, aunque las magnitudes medidas con ambas técnicas son diferentes, su comportamiento con respecto a los procesos sometidos a los materiales debe ser cualitativamente similar, por lo que se pueden utilizar los resultados obtenidos por EBSD para constatar las conclusiones obtenidas a partir de los estudios de ancho de pico.

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

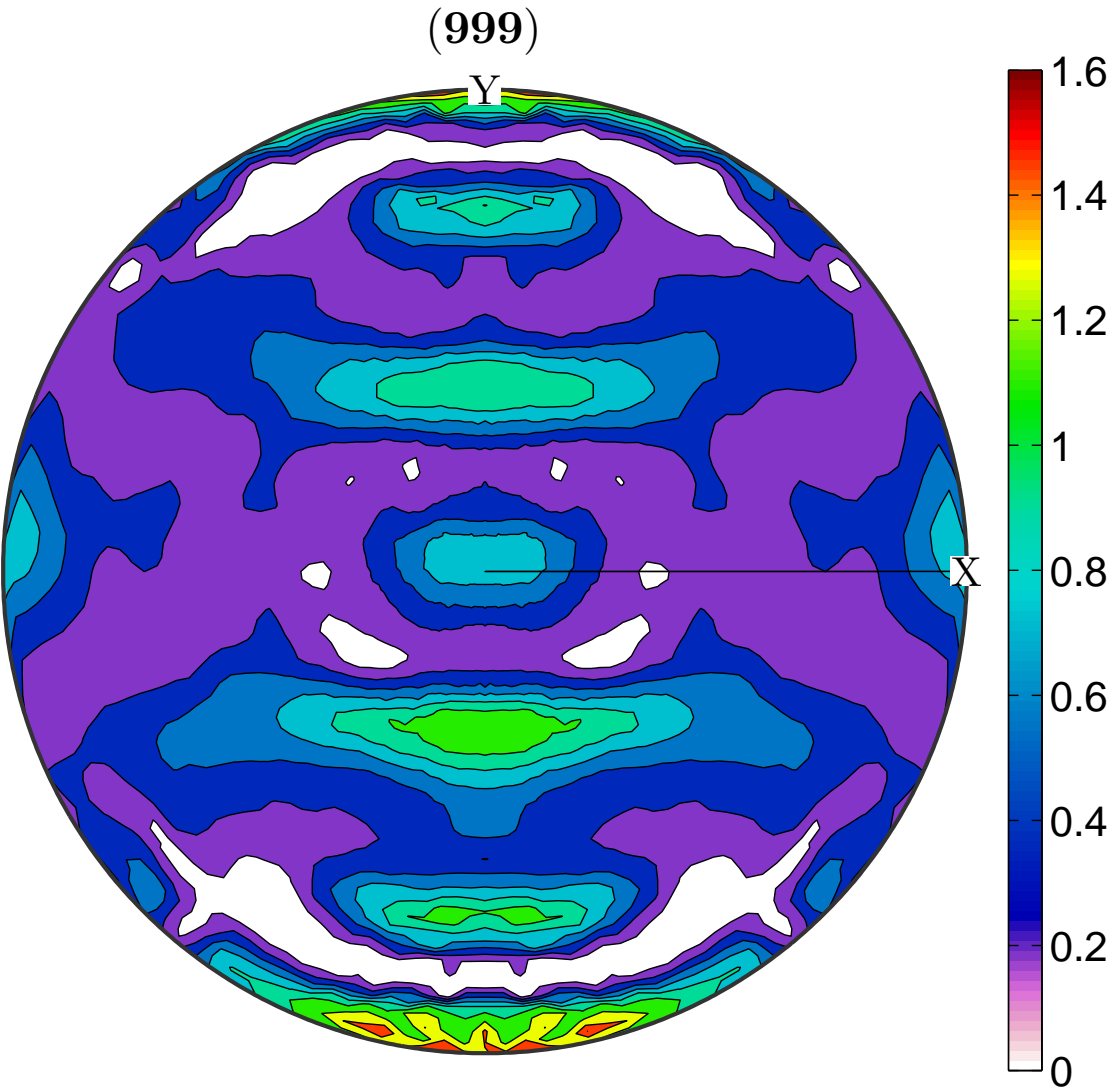


Figura 3.1: caption para probar

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.