

---

---

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ

FACULTAD DE INGENIERÍA

**“CARACTERIZACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA DE LA ALEACIÓN  
Zn-21%Al-2%Cu DEFORMADA SUPERPLÁSTICAMENTE USANDO LA  
TÉCNICA DE OIM-EBSD”**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE

MAESTRÍA EN METALURGIA E INGENIERÍA DE MATERIALES

PRESENTA:

I.M.A. MARÍA GUADALUPE RODRÍGUEZ HERNÁNDEZ

ASESORA:

Dra. ESPERANZA ELIZABETH MARTÍNEZ FLORES





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA  
DE SAN LUIS POTOSÍ

21 de julio de 2011

**ING. MARÍA GUADALUPE RODRÍGUEZ HERNÁNDEZ  
P R E S E N T E. –**

En atención a su solicitud de Temario, presentada por la **Dra. Esperanza Elizabeth Martínez Flores** Asesor de la Tesis que desarrollará Usted, con el objeto de obtener el Grado de **Maestría en Metalurgia e Ingeniería de Materiales**. Me es grato comunicarle que en la Sesión de Consejo Técnico Consultivo celebrada el día 21 de julio del presente año, fue aprobado el Temario propuesto:

TEMARIO:

**“CARACTERIZACIÓN DE LA MICROESTRUCTURA DE LA ALEACIÓN  
Zn-21Al-2Cu DEFORMADA SUPERPLÁSTICAMENTE USANDO LA  
TÉCNICA DE OIM-EBSD”**

Introducción.

- I. Comportamiento superplástico del Zinalco®
- II. Difracción de electrones retrodispersados y microscopía por orientación de imagen.
- III. Metodología para caracterización de la aleación Zn-21Al-2Cu deformada y sin deformar usando diferentes técnicas.
- IV. Resultados de la caracterización del Zinalco® deformado y sin deformar usando diferentes técnicas.

Conclusiones.

Bibliografía.

**“MODOS ET CUNCTARUM RERUM MENSURAS AUDEBO”**

**A T E N T A M E N T E**

  
**ING. ARMANDO VIRAMONTES ALDANA  
DIRECTOR**

  
UNIVERSIDAD AUTÓNOMA  
DE SAN LUIS POTOSÍ  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
DIRECCION

Copia.- Archivo  
\*\*bcb



**FACULTAD  
DE INGENIERÍA**

Av. Manuel Nava 8  
Zona Universitaria • CP 78290  
San Luis Potosí, S.L.P.  
tel. (444) 826 2330 al39  
fax (444) 826 2336  
www.uaslp.mx

Dedico este trabajo

A Dios por ser el motor que mueve mi alma y mi vida entera, porque me ha permitido llegar hasta aquí.

A la memoria de mi padre Gonzalo Rodríguez López y a mi madre Aurora Hernández Ledesma con todo mi amor por creer en mi y ayudarme a realizar mis sueños.

A mis hermanos: José Carlos, Gonzalo Raúl, José Luis, Gerardo y Alejandro con mucho cariño.

A mis tíos Tobías y Marta con cariño.

# AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Gabriel Torres Villaseñor profesor emérito del IIM-UNAM y SNI III por su asesoría académica, por las facilidades para realizar trabajo en los laboratorios y con los equipos del IIM-UNAM, además por el apoyo económico otorgado mediante la beca asignada como ayudante de Investigador.

A la Dra. Esperanza Elizabeth Martínez Flores por su paciencia y el tiempo dedicado para la asesoría, discusión y revisión de este trabajo.

A la Dra. Dolores Escalera por su apoyo para realizar la estancia de investigación en la Universidad Rey Juan Carlos en Madrid, España y las facilidades otorgadas para el uso del equipo de OIM-EBSD de dicha institución.

A mi comité académico: el Dr. Jorge García Rocha, el Dr. Jesús Cruz Rivera y al Dr. Salvador Palomares Sánchez por su asesoría y apoyo durante la realización de este trabajo.

A los profesores: M.C. Alberto Torres y M.C. Eugenio Campos Cambranis por su amistad, consejos, ayuda y aportaciones a este trabajo

Al técnico Omar Novelo del IIM-UNAM por las facilidades y asesoría técnica otorgada para el uso del equipo de OIM-EBSD.

A mi compañero Mitsuo Ramos Azpeitia por su ayuda durante la realización de este trabajo.

A todos mis amigos: Lorena, Brenda, Lucero, Vero, Xóchitl, Eyline y Sandi. En especial a César Alejandro Guzmán y Gerardo Joaquín Bárcenas por su amistad y su ayuda durante mi estancia en el DF.

A Francisco Núñez Ruiz y Nicolás Flores Sandoval técnicos responsables del taller de máquinas herramientas del Instituto de Metalurgia, por la ayuda y el apoyo que me brindaron.

A los técnicos: Fernando Rodríguez Juárez y Alfredo Ruiz Prado por su asesoría para la realización de las pruebas con las técnicas usadas en este trabajo.

Al CONACyT por el apoyo económico otorgado mediante la beca de maestría número. 231635.

Esta tesis se realizó con apoyo de la UASLP bajo el Convenio C10-FAI-05-04.67 como parte del proyecto denominado: “*Análisis del mecanismo de deformación superplástica del zinalco usando alta rapidez de deformación*”. Se realizaron además actividades en el marco del Programa de Intercambio Académico entre el Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM y el Instituto de Metalurgia de la UASLP.

# ÍNDICE GENERAL

| Sección   |  | Página |
|---|--|--------|
| Introducción                                    |  | 1      |
| Capítulo 1                                      | Comportamiento superplástico del zinalco   | 3      |
| 1.1   | Requisitos para la deformación superplástica del zinalco   | 3      |
| 1.2   | Deformación superplástica del zinalco en tensión.  | 5      |
| Referencias de la introducción y del capítulo 1 |  | 9      |
| Capítulo 2                                      | Difracción de electrones retrodispersados y microscopía por orientación de imagen.                               | 11     |
| 2.1   | Difracción de electrones retrodispersados.   | 12     |
| 2.2   | Descripción de la técnica de OIM-EBSD.   | 13     |
| 2.2.1   | Detección e indexación de patrones de electrones retrodispersados.   | 15     |
| 2.2.1.1   | Orientación y desorientación cristalina.   | 18     |
| 2.2.2   | Factores que afectan la calidad de los patrones de Kikuchi.  | 20     |
| 2.2.3   | Definición de los parámetros de barrido para OIM-EBSD.   | 25     |
| 2.2.4   | Parámetros para el procesamiento de datos en OIM-EBSD.   | 26     |
| 2.2.4.1   | Definición de grano y tamaño de grano.   | 26     |
| 2.2.4.2   | <i>Clean Up</i> .  | 27     |
| 2.2.5   | Reconstrucción de la microestructura e información adicional que proporciona esta técnica.                       | 29     |
| Referencias del capítulo 2                      |  | 33     |
| Capítulo 3                                      | Metodología para caracterización de la aleación Zn-21Al-2Cu deformada y sin deformar usando diferentes técnicas. | 35     |
| 3.1   | Fabricación y tratamiento termomecánico de probetas de zinalco.  | 35     |
| 3.2   | Microscopía electrónica de barrido (MEB).  | 36     |
| 3.3   | Difracción de rayos X (DRX)  | 37     |
| 3.4   | Preparación metalográfica de la muestra.   | 38     |
| 3.5   | OIM-EBSD.  | 41     |
| Referencias del capítulo 3                      |  | 44     |

|            |  |    |
|------------|--|----|
| Capítulo 4 | Resultados de la caracterización del zinalco deformado y sin deformar usando diferentes técnicas.      | 45 |
| 4.1        | Caracterización de la microestructura del zinalco usando MEB y de la estructura cristalina usando DRX  | 45 |
| 4.1.1      | Identificación de fases y determinación de los parámetros de red de las soluciones sólidas usando DRX. | 45 |
| 4.1.2      | Cambios microestructurales observados en la aleación Zn-21%Al-2%Cu con MEB.                            | 49 |
| 4.2        | Determinación de los parámetros para el uso de la técnica de OIM-EBSD.                                 | 53 |
| 4.2.1      | Modificaciones realizadas a la preparación metalográfica de muestras para OIM-EBSD.                    | 53 |
| 4.2.2      | Condiciones de operación del MEB.  | 58 |
| 4.2.3      | Condiciones de barrido en el OIM-EBSD.   | 59 |
| 4.3        | Reconstrucción de la microestructura de la aleación.   | 61 |
|            | Referencias del capítulo 4.  | 70 |
|            | Conclusiones   | 71 |

# INTRODUCCIÓN.

La caracterización de la microestructura de aleaciones metálicas es importante, porque su respuesta mecánica está directamente relacionada con parámetros como la morfología y el tamaño de los granos. Las técnicas de microscopía electrónica de barrido y difracción de rayos X se han utilizado desde hace tiempo para la caracterización microestructural de estos materiales. Recientemente se han desarrollado técnicas basadas en estas dos, pero que proporcionan información que complementa la obtenida por estos métodos convencionales, en períodos de tiempo mucho menores. Una de estas técnicas es la microscopía por orientación de imagen basada en la difracción de electrones retrodispersados, conocida por sus siglas en inglés como OIM-EBSD, esta técnica proporciona información sobre la orientación y desorientación de los granos en materiales con estructura cristalina. En sus inicios esta técnica se empleó para el estudio de metales cúbicos [1], en la actualidad su uso se está extendiendo al estudio de materiales con estructuras más complejas, como por ejemplo en metales con estructura hexagonal, muestras geológicas, materiales compuestos, cerámicos, materiales electrónicos entre otros [2].

Una de las principales aplicaciones de esta técnica, es el estudio de la microestructura de aleaciones metálicas sometidas a procesos de deformación plástica, en este trabajo nos interesa especialmente el análisis de aleaciones que presentan propiedades de superplasticidad, es decir que soportan una gran cantidad de deformación plástica previo a la fractura. McNelley T. fue uno de los primeros investigadores que determinó una correlación entre la orientación de los granos y los mecanismos que actúan durante el proceso de deformación superplástica en aleaciones de aluminio [3-6]. Actualmente el uso de esta técnica se está extendiendo al análisis de textura en aleaciones de Mg y otras aleaciones deformadas superplásticamente [7].

En este trabajo se estudia la aleación Zn-21Al modificada con 2% de Cu, conocida comercialmente como zinalco, este es un material que cuando se deforma superplásticamente en tensión presenta la formación de una zona de estricción severa como consecuencia de este proceso de deformación, por lo que es importante determinar los cambios microestructurales que originan este comportamiento.

El objetivo de este trabajo es realizar la caracterización microestructural del zinalco deformado superplásticamente a 240°C y  $10^{-3}\text{s}^{-1}$  usando las técnicas convencionales de MEB y DRX, complementadas con OIM-EBSD. Para aplicar la técnica de microscopía por orientación de imagen es necesario determinar algunos parámetros experimentales, como son: preparación de muestras, determinación de condiciones de operación en el microscopio electrónico de barrido, parámetros para el software de captura de datos del OIM-EBSD y para el postprocesamiento de datos.

Este trabajo está organizado en 4 capítulos. En el capítulo 1 se presentan las características del zinalco y el tratamiento termomecánico que proporciona la microestructura requerida para obtener una deformación superplástica, además de las pruebas mecánicas que se han realizado para evaluar el comportamiento superplástico de la aleación, también se describe el comportamiento anómalo que presenta la aleación al exhibir la formación de una zona de estricción severa previo a la fractura. En el capítulo 2 se presentan los fundamentos teóricos acerca de la técnica de OIM-EBSD, los requisitos para su uso en la caracterización de materiales, los factores que afectan la precisión de los resultados y el tipo de información que proporciona esta técnica acerca de la microestructura en estudio. En el capítulo 3 se presenta la metodología experimental usada para la caracterización microestructural del zinalco, en el capítulo 4 se presenta el análisis y discusión de los resultados obtenidos y por último las conclusiones finales de este trabajo.

# Capítulo 1. Comportamiento superplástico del zinalco.

Algunos metales como por ejemplo Al, Cu, Zn, Mg, Ti, Zr etc. presentan propiedades de superplasticidad, generalmente son aleaciones binarias eutécticas o eutectoides, que exhiben elongaciones  $>200\%$ , cuando son ensayadas en tensión bajo determinadas condiciones de temperatura y rapidez de deformación, sin presentar la formación de encuellamiento [8].

El zinalco es una aleación constituida por Zn-Al y modificada con 2% de Cu, su composición es Zn21%Al2%Cu. Esta aleación presenta un comportamiento superplástico cuando el metal obtenido por fundición, se somete a una serie de tratamientos térmicos para producir una microestructura de granos finos y equiaxiados [9].

El zinalco presenta propiedades como buena resistencia mecánica de entre 380 y 410 MPa, semejante a la de un acero de bajo carbono y una dureza de 40-55 RB y una densidad relativamente baja ( $5.4 \text{ g/cm}^3$ ) comparada con la del acero [10].

En este capítulo se presentan los requerimientos necesarios para que una aleación metálica tenga un comportamiento superplástico, se citan aquellos estudios realizados en el zinalco para obtener una microestructura que promueva la superplasticidad, para ello es necesario describir brevemente las fases que constituyen la aleación, también se detalla el comportamiento del zinalco al ser deformado y que será objeto de estudio en este trabajo.

## 1.1 Requisitos para la deformación superplástica del zinalco.

Los requerimientos generales para que una aleación metálica presente un comportamiento superplástico son [11]:

- La microestructura de la aleación debe estar constituida por granos equiaxiados y con un tamaño menor a  $10 \mu\text{m}$ , el tamaño de grano deberá mantenerse constante durante la deformación superplástica.
- La temperatura a la que se lleva a cabo la deformación debe ser aproximadamente de  $0.5 T_m$ , donde  $T_m$  es el punto de fusión del material.
- Que el material sea deformado a una rapidez de deformación de entre  $10^{-5}$  y  $10^{-2} \text{ s}^{-1}$  para evitar la formación del cuello y alcanzar ductilidades máximas.
- La microestructura deberá estar conformada en su mayoría por desorientaciones mayores a  $15^\circ$ .

La mayoría de las aleaciones superplásticas son aleaciones binarias, debido a que la presencia de dos fases evita el crecimiento de los granos y mantiene la estabilidad durante la deformación.

Para obtener una microestructura en el zinalco que cumpla con los requisitos mencionados, es necesario primero conocer las características de la aleación, por lo que a continuación se presenta una descripción breve de las fases que la constituyen.

En la figura 1,1 (a) se muestra el diagrama de equilibrio del sistema Zn-Al, que será usado en este trabajo para describir las fases que constituyen el zinalco. A temperaturas menores que la eutectoide  $\approx 275^\circ\text{C}$ , la aleación está constituida por dos fases estables a temperatura ambiente que son  $\alpha$  y  $\eta$ . La temperatura de fusión de la aleación se encuentra en un intervalo de 421 a  $481^\circ\text{C}$ .

La fase  $\alpha$  es una solución sólida rica en aluminio con menos del 1% de zinc disuelto y tiene una estructura cúbica centrada en las caras. La fase  $\eta$  es una solución sólida rica en zinc, con aproximadamente 0.5% de aluminio disuelto y una estructura hexagonal compacta. El cobre que no está en solución promueve la formación de dos intermetálicos denominados como  $\epsilon$  y  $\tau'$ , ver el corte isotérmico de la figura 1.1 (b).

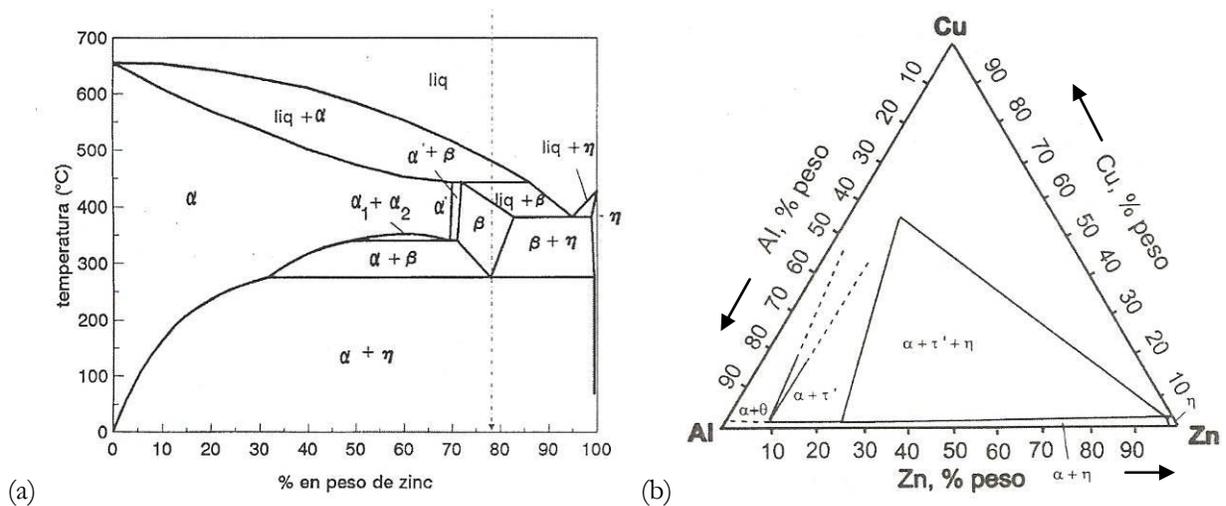


Figura 1.1 (a) Diagrama de equilibrio del sistema Zn-Al y (b) sección isotérmica del sistema Zn-Al-Cu a  $250^\circ\text{C}$  [12].

La fase  $\epsilon$  tiene una estequiometría  $\text{CuZn}_4$  con una estructura hexagonal compacta. La fase  $\tau'$  tiene una estequiometría  $\text{Al}_4\text{Cu}_3\text{Zn}$  y una estructura rombohedral. La fase  $\epsilon$ , metaestable a temperatura ambiente tiende a transformarse en la fase  $\tau'$  mediante una reacción de cuatro fases  $\alpha + \epsilon \Leftrightarrow \tau' + \eta$  a  $268^\circ\text{C}$ .

Al elevar la temperatura de la aleación por encima de la temperatura eutectoide, las dos fases estables se transforman en una fase de alta temperatura denominada como  $\beta$ , que tiene una estructura triclinica y una estequiometria  $ZnAl$ , ver figura 1.1 (a).

M. Ramos [13] realizó pruebas en el zinalco, para determinar el tratamiento termomecánico, para obtener una microestructura que cumpla con los requisitos para ser deformada superplásticamente; encontró que con un tratamiento de solubilización y temple desde  $280^{\circ}C$ , obtuvo una microestructura con un tamaño de grano de  $1\ \mu m$  y con forma equiaxiada como la de la figura 1.2, está microestructura le permitió alcanzar valores máximos de ductilidad utilizando valores de esfuerzo mínimos.

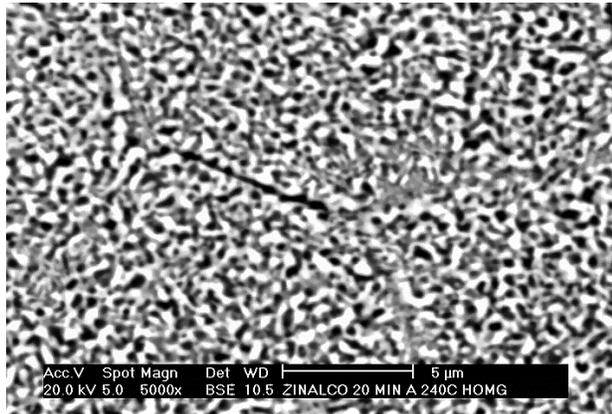


Figura 1.2 Microestructura de temple del zinalco [13].

## 1.2 Deformación superplástica del zinalco en tensión.

La “*International Conference on Superplasticity in Advanced Materials (ICSAM)*” definió superplasticidad como la habilidad de los materiales policristalinos, para exhibir de manera isotrópica altas elongaciones en tensión antes de fracturarse [14]. La superplasticidad se evalúa mediante ensayos de tensión en una máquina de tracción, a una temperatura constante y fijando, ya sea la rapidez de deformación o la velocidad de desplazamiento del cabezal.

La resistencia del material se relaciona con la rapidez de deformación mediante la siguiente ecuación:

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m$$

Dónde:

$\sigma$  es el esfuerzo de flujo del material.

$K$  es una constante que depende de la temperatura de ensayo y del tamaño de grano del material.

$\dot{\epsilon}$  es la rapidez de deformación

$m$  es la sensibilidad a la rapidez de deformación.

Los resultados del ensayo se presentan en una gráfica de logaritmo del esfuerzo de flujo contra rapidez de deformación, la forma de esta gráfica generalmente es sigmoïdal como la de la figura 1.3 (b). El parámetro que indica el grado de superplasticidad es la pendiente  $m$  de la gráfica. Para que un material se comporte superplásticamente el valor de  $m$  debe ser igual o mayor a 0.3, los metales comunes tienen un  $m=0.1$ .

En la figura 1.3 (a) se observa que para la aleación Zn22%Al, el porcentaje de deformación en función de la rapidez de deformación presenta una distribución con forma de campana de Gauss y exhibe una elongación máxima de 3000% a una rapidez de deformación de  $1.33 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ , con un esfuerzo de flujo de 2 a 80 MPa, un valor máximo de  $m=0.46$  y la probeta ensayada no presenta encuellamiento.

En la figura 1.3 (b) se distinguen tres regiones de flujo durante la deformación superplástica: En la región I y III, el valor de  $m$  generalmente es menor a 0.2 y se obtienen % de elongación mínimos [14].

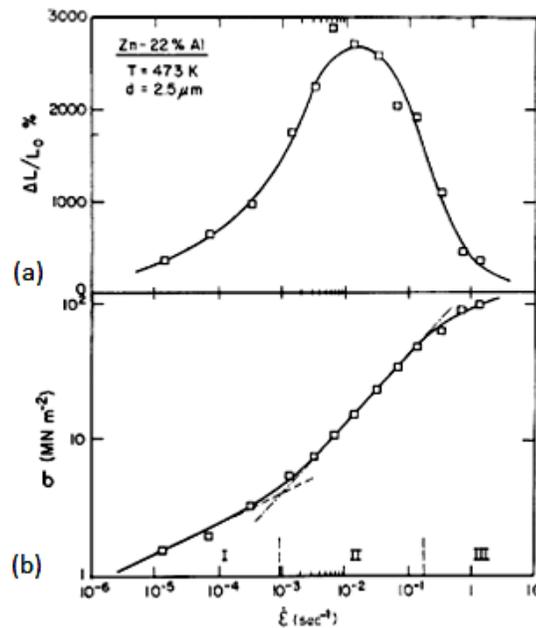


Figura 1.3 (a) Gráfica de elongación a la fractura y (b) Gráfica logarítmica de  $\sigma$  contra  $\dot{\epsilon}$  ambas de la aleación Zn22Al deformada superplásticamente [14].

La región II, se conoce como la región donde se presenta el comportamiento superplástico, aquí el valor de  $m$  varía de 0.5 a 0.8 y se alcanzan los mayores porcentajes de deformación debido a que el mecanismo predominante es el de resbalamiento de bordes de grano (GBS) y una reducida actividad de dislocaciones que ayudan al acomodo de los granos durante el GBS [14].

Con el objetivo de explorar el comportamiento superplástico de la aleación zinalco L. Mendoza [15] realizó ensayos a una temperatura de 240°C y con rapidez de deformación de entre  $10^{-1}$  y  $10^{-3}$   $s^{-1}$ , obteniendo elongaciones de entre 382 y 885%. La aleación presentó la formación de cuello en el centro de la probeta, como resultado de un proceso de deformación no homogéneo.

M. Ramos evaluó el comportamiento superplástico del zinalco, en función del tratamiento termomecánico y también obtuvo la formación de encuellamiento, en su gráfica logarítmica de esfuerzo contra rapidez de deformación, que se presenta en la figura 1.4 (b) se tiene una distribución similar a la gráfica de Zn22Al. Pero la gráfica de % de deformación contra rapidez de deformación de la figura 1.4 (a) presenta una distribución diferente a la de la aleación Zn22Al con forma de campana de Gauss [13].

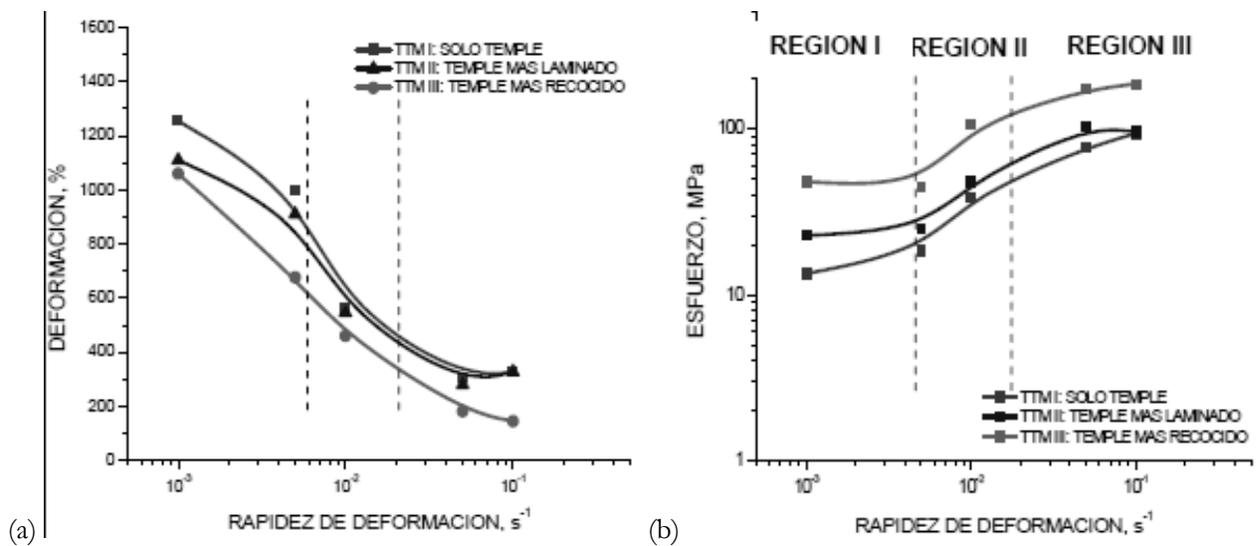


Figura 1.4 (a) Gráfica de % de elongación contra  $\dot{\epsilon}$  y (b) Gráfica logarítmica de  $\sigma$  contra  $\dot{\epsilon}$  ambas del zinalco deformado superplásticamente [13].

Además Ramos M. observó cambios en la microestructura de la aleación y señaló que en la zona cercana a la fractura, los granos de la fase  $\eta$  se encuentran aparentemente alargados y alineados en la dirección de la aplicación del esfuerzo, unidos por granos no deformados de la fase  $\alpha$ , como en la figura 1.5 [13].

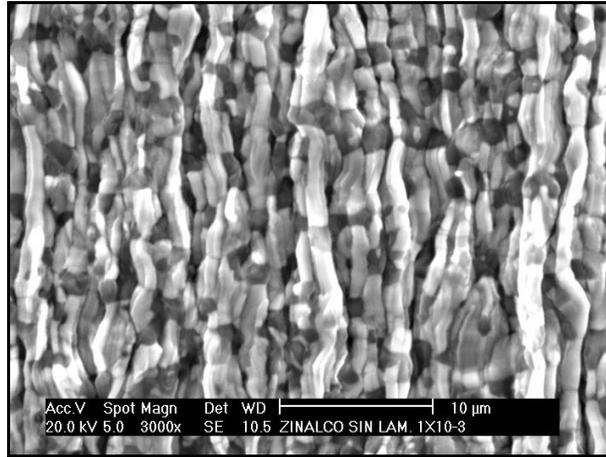


Figura 1.5 Micrografía del zinalco deformado superplásticamente a 240°C y  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [13].

## Referencias de la introducción y del capítulo 1

- [1] Randle V., “*Recent Advances in Electron Backscatter Diffraction*”, *Advances in Imaging and Electron Physics*, Vol. 151, pp. 363–416, 2008.
- [2] Randle V., “*Applications of electron backscatter diffraction to materials science: status in 2009*”, *Journal of Materials Science*, Vol. 44, pp. 4211–4218, 2009.
- [3] Xun Y., Tan M. J. and Nieh T. G., “*Grain boundary characterization in superplastic deformation of Al-Li alloy using electron backscatter diffraction*”, *Materials Science and Technology*, Vol. 20, pp. 173-180, 2004.
- [4] Hsiao I. C. and Huang J. C., “*Characterization of grain boundary properties in superplastic Al Based Alloys using EBSD*”, *Materials Science Forum*, Vol. 357-359, pp. 381-386, 2001.
- [5] McNelley T. R. and McMahon M. E., “*An investigation by interactive electron backscatter pattern analysis of processing and superplasticity in an aluminum-magnesium alloy*”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 27, No. 8, pp. 2252-2262, 1996.
- [6] Hsiao I. C. and Huang J. C., “*Evolution of Texture and Grain Misorientation in an Al-Mg Alloy Exhibiting Low-Temperature Superplasticity*”, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 31 A, pp. 2000-2169, 1999.
- [7] Watanabe H. Fukusumia M., Somekawab H. and Mukaib T., “*Texture and mechanical properties of superplastically deformed magnesium alloy rod*”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 527, No. 23, pp. 6350–6358, 2010.
- [8] Cahn R. W., Haasen P., Kramer E. J., Capítulo 9: “*Plastic deformation and fracture of materials*”, *Superplasticity in metals, Creamics and Intermetallics*, pp. 410-456; 1992.
- [9] Torres-Villaseñor, “*Zinalco un nuevo material para la industria*”, *Tecno Industria (CONACyT)*, No. 13, pp. 23-50, 1993.
- [10] Torres-Villaseñor G., “*Microestructura y propiedades mecánicas del zinalco*”, *Ciencia*. Vol 39, pp. 103-111, 1988.
- [11] Padmanabhan K. A., “*Grain boundary sliding controlled flow and its relevance to superplasticity in metals, alloys, ceramics and intermetallics and strain-rate dependent flow in nanostructured materials*”, *Journal of Materials Science*, Vol. 44, pp. 2226-2238, 2009.

- [12] Naziri H. y Pearce R., “*The Influence of Copper Additions on the Superplastic Forming Behavior of the Zn-Al eutectoid*”, Int. J. Mech., Sci., Vol. 12, pp. 513-521, 1970.
- [13] Ramos M., Martínez E. E., Torres G., “Influencia del Tratamiento Termo-Mecánico en la Deformación Superplástica del Zinalco”, Memorias del 32 Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales, 20 al 22 de octubre de 2010. Saltillo, Coahuila.
- [14] Langdon T. G, “*Seventy-five years of superplasticity: historic developments and new opportunities*”, Journal of Materials Science, Vol. 44, pp. 5998-6010, 2009.
- [15] Mendoza L. R., Tesis de maestría “Caracterización superplástica del zinalco”, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Maestría en Metalurgia e Ingeniería de Materiales, San Luis Potosí, 2010.

## Capítulo 2. Difracción de electrones retrodispersados y microscopía por orientación de imagen.

La técnica de microscopía por orientación de imagen (OIM) permite obtener una gran cantidad de información cristalográfica, mediante la adquisición de patrones de electrones retrodispersados (o patrones de Kikuchi), en un microscopio electrónico de barrido (MEB). Esta técnica fue descrita por primera vez por Adams y Wright en 1993 como una herramienta que se distingue de las técnicas convencionales de caracterización, por proporcionar información como: orientación-desorientación, identificación y cuantificación de fases, tamaño de grano promedio y determinación de textura, además de ser considerada como una técnica complementaria en la caracterización de materiales [1].

El primer patrón de difracción de electrones retrodispersados fue obtenido en 1928 por Kikuchi y Nishikawa en un microscopio electrónico de transmisión [2]. En 1972 Venables logra obtener el primer patrón de Kikuchi en el microscopio electrónico de Barrido [3]. En 1983 Dingley logró realizar la indexación de patrones mediante una computadora [4]. En 1991 se obtiene un sistema completamente automatizado de OIM-EBSD desarrollado para el estudio de materiales cúbicos por Wright *et al* [5]. Después en 1993 se utiliza la técnica para la identificación de fases por Michael *et al* [6] y del 2000 en adelante la empresa TSL EDAX comercializó la técnica ofreciendo además la diferenciación asistida por análisis químico y la reconstrucción de microestructuras en 3D mediante el acoplamiento de técnicas de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) con FIB (*Focussed ion beam*).

Los avances respecto a la resolución de las cámaras para la captura de patrones de Kikuchi y la capacidad de procesamiento de nuevas computadoras han permitido un notable incremento en la velocidad de adquisición de datos en el OIM-EBSD y se ha conseguido realizar análisis *in situ* en muestras tratadas térmicamente y/o mecánicamente [7].

En este capítulo se tratarán temas referidos a los fundamentos y alcances de la técnica de OIM-EBSD, con el objetivo de introducir al lector en cuestiones como la difracción de electrones retrodispersados, los componentes mínimos de un sistema de OIM-EBSD, la detección e indexación de patrones de electrones retrodispersados, los factores que se deben de considerar para obtener patrones de Kikuchi de calidad y finalmente la información que se puede obtener con la técnica de OIM-EBSD.

## 2.1 Difracción de electrones retrodispersados.

La difracción de electrones retrodispersados es el fenómeno físico en el que se basa la técnica de OIM para la obtención de patrones de Kikuchi en un MEB. La configuración adecuada para obtener patrones de Kikuchi en el microscopio electrónico de barrido se obtiene al incidir un haz de electrones sobre una muestra inclinada  $70^\circ$  respecto a la horizontal, una pantalla fosforescente debe ser colocada cerca de la muestra para detectar los patrones de difracción como se observa en la figura 2.1

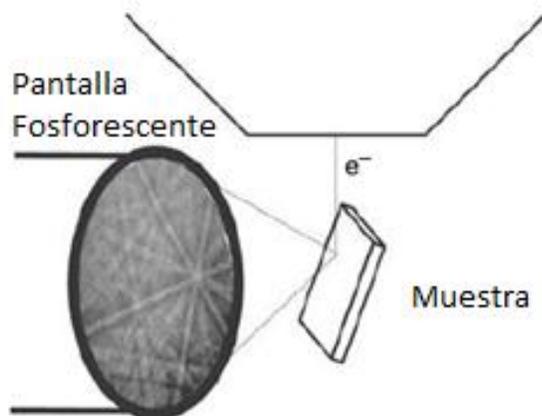


Figura 2.1 Configuración de la muestra y la pantalla fosforescente en un MEB para obtener patrones de Kikuchi [8].

Cuando se inclina la muestra  $70^\circ$ , el volumen de interacción se vuelve más pequeño y asimétrico, lo cual reduce la trayectoria de los electrones que inciden sobre la muestra y permite que una mayor cantidad de electrones retrodispersados escapen de la superficie, para que puedan ser detectados por la pantalla fosforescente.

El mecanismo por el cual se da lugar a la formación de patrones de electrones retrodispersados es complejo, pero básicamente comienza cuando una fracción de electrones son dispersados inelásticamente en la superficie de la muestra para formar una fuente de electrones, algunos de esos electrones satisfacen la ley de Bragg:  $n\lambda=2d\text{sen}\theta$  y son dispersados para salir de la superficie de la muestra en todas direcciones, formando conjuntos de pares de conos que son normales al plano de difracción. Estos pares de conos son interceptados por la pantalla fosforescente formando bandas (una por cada familia de planos) conocidas como bandas de Kikuchi y se presentan en la figura 2.2.

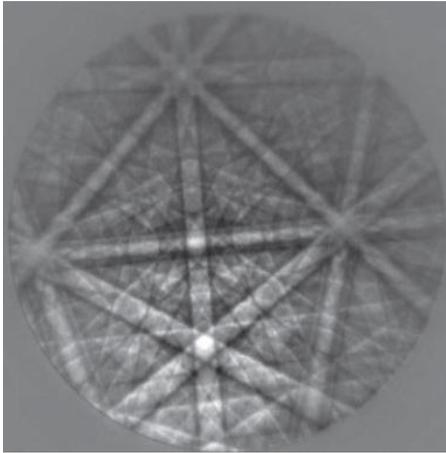


Figura 2.2 Patrones de Kikuchi [8].

En un patrón de Kikuchi:

- Cada banda representa una familia de planos.
- La intersección entre bandas corresponde con un eje de zona.
- La posición de las bandas está relacionada con la orientación cristalina.
- El ancho de las bandas es directamente proporcional a la distancia interplanar.
- Los ángulos entre las líneas de Kikuchi corresponden con los ángulos formados por los planos cristalinos.

Los electrones que son interceptados por la pantalla fosforescente, producen una luz que es detectada por una cámara con un dispositivo de carga acoplada (CCD), que los digitaliza en forma de imagen. Esta imagen es llevada a una computadora que indexa los patrones de Kikuchi y realiza el cálculo de la orientación correspondiente a la zona de incidencia del haz. Una vez obtenida la información en esta zona, el haz de electrones se desplaza a una zona contigua donde se realiza nuevamente el mismo proceso.

## 2.2 Descripción de la técnica de OIM-EBSD.

Los componentes principales de un sistema OIM-EBSD se presentan en la figura 2.3 y son los siguientes:

- Microscopio electrónico de barrido.
- Una muestra inclinada  $70^\circ$ .
- Pantalla fosforescente.
- Cámara CCD
- Computadora que controle los experimentos en el EBSD.
- Software de captura de datos.
- Software de análisis y procesamiento de datos.

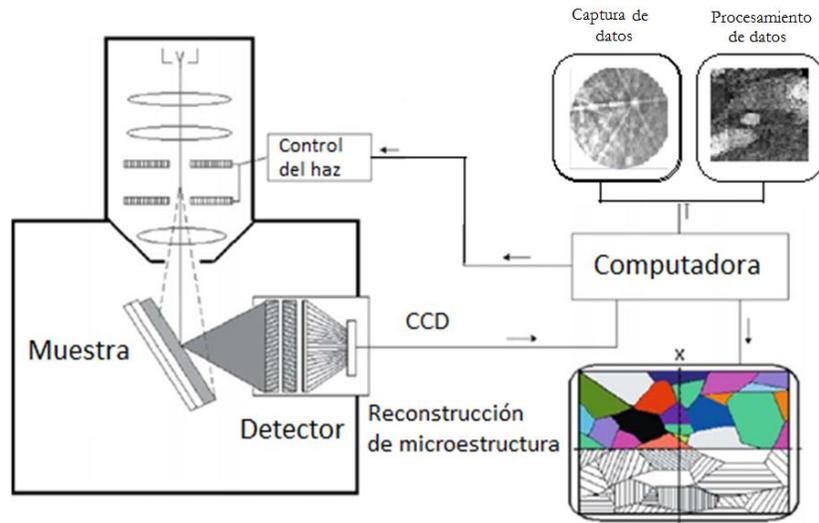


Figura 2.3 Configuración del sistema OIM-EBSD [9].

Para realizar un análisis adecuado el software del OIM-EBSD requiere que la muestra se coloque correctamente de acuerdo a ejes de referencia externos como en la figura 2.4, los ejes de referencia son:

- La dirección de laminación o rolado (RD), es la dirección de aplicación de esfuerzo en tensión.
- La dirección normal (ND), es la dirección que se encuentra perpendicular a la superficie de la muestra.
- La dirección transversal (TD), es la dirección paralela al área de sección transversal en la muestra.

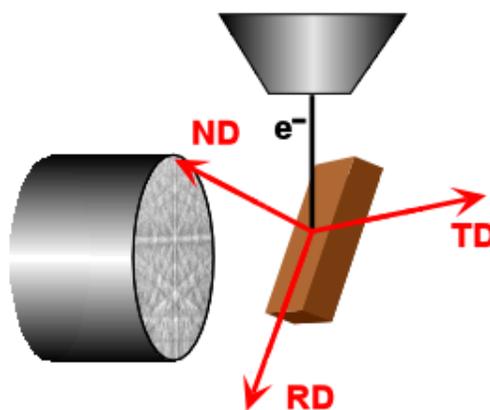


Figura 2.4 Configuración de una muestra en OIM-EBSD de acuerdo a los ejes de referencia externos [10].

Una vez que el patrón de Kikuchi es creado y que se han definido los ejes de referencia, el software del OIM-EBSD comienza a comparar la orientación cristalina de ese punto con los ejes de referencia.

Los patrones de difracción de electrones retrodispersados que se obtienen se usan para medir la orientación y desorientación cristalina, identificación y cuantificación de fases, análisis de textura etc.

### 2.2.1. Detección e indexación de patrones de electrones retrodispersados.

La detección de bandas de Kikuchi se realiza mediante un algoritmo denominado transformada de Hough. Este algoritmo transforma las coordenadas de los puntos (x,y) ver figura 2.5 (a), que forman las bandas del patrón de difracción en puntos con coordenadas ( $\rho$ ,  $\theta$ ) como en la figura 2.5 (b) del espacio de Hough, mediante la ecuación:  $\rho = x \cos \theta + y \sin \theta$ , la definición de los parámetros de la ecuación anterior se presentan en la figura 2.5 (a).

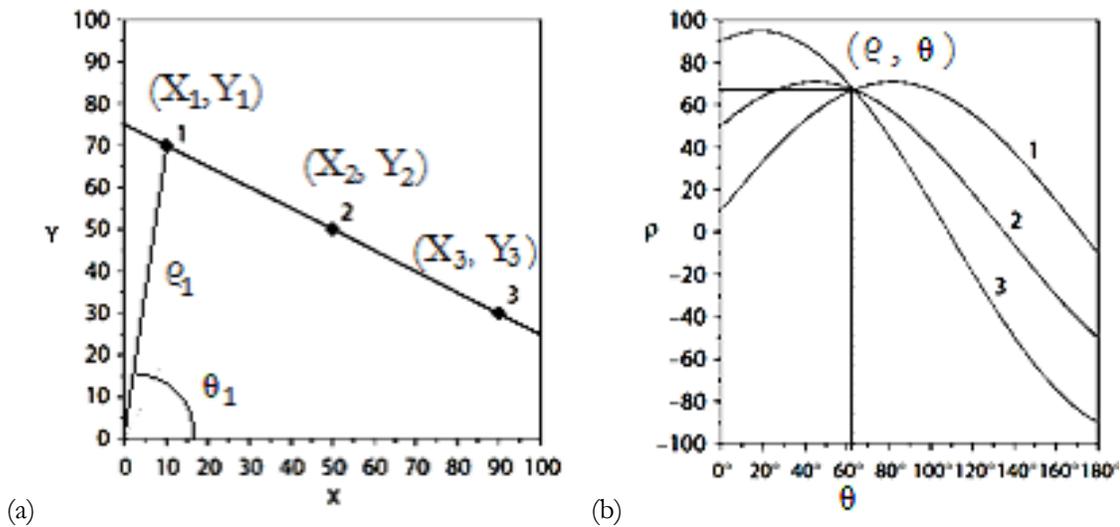


Figura 2.5 Parámetros de definen el algoritmo de Houg, (a) determinación de coordenadas y (b) identificación de un patrón en el espacio de Houg [8].

Cada banda en el espacio (x,y) se transforma en un punto ( $\rho$ ,  $\theta$ ) definido por la intersección de 3 curvas en el espacio de Houg. Los puntos encontrados en el espacio de Houg se analizan con la ayuda del software de captura de datos del OIM-EBSD.

Es necesario proporcionar información cristalográfica para que el software de captura realice un análisis integral de las fases que se desean estudiar, la información requerida es:

- Parámetros de red de las fases presentes en la aleación.
- Grupo espacial.
- Geometría.
- Planos cristalinos.

Esta información servirá para que el software compare los ángulos medidos entre 3 bandas con los ángulos teóricos de la información cristalográfica proporcionada.

En la figura 2.6 (a) se observa un patrón de difracción en el que se asignan líneas de colores y letras a cada banda, el software de análisis toma todas las posibles combinaciones de bandas, las ordena en una tabla y calcula los ángulos entre ellas, ver figura 2.6 (b). En la tabla se marcan con una **x** aquellas combinaciones de bandas que se ajustan a la solución teórica.

Debido a que la comparación entre los ángulos medidos y los teóricos se realiza de forma iterativa, es posible obtener más de una solución. Para determinar cuál solución es la mejor, el software suma los conjuntos de bandas que cumplen con la solución teórica y toma como la mejor solución aquella con más conjuntos de bandas. En la tabla de la figura 2.6 (b) la mejor solución es la número 3, con 9 conjuntos de bandas indexadas.

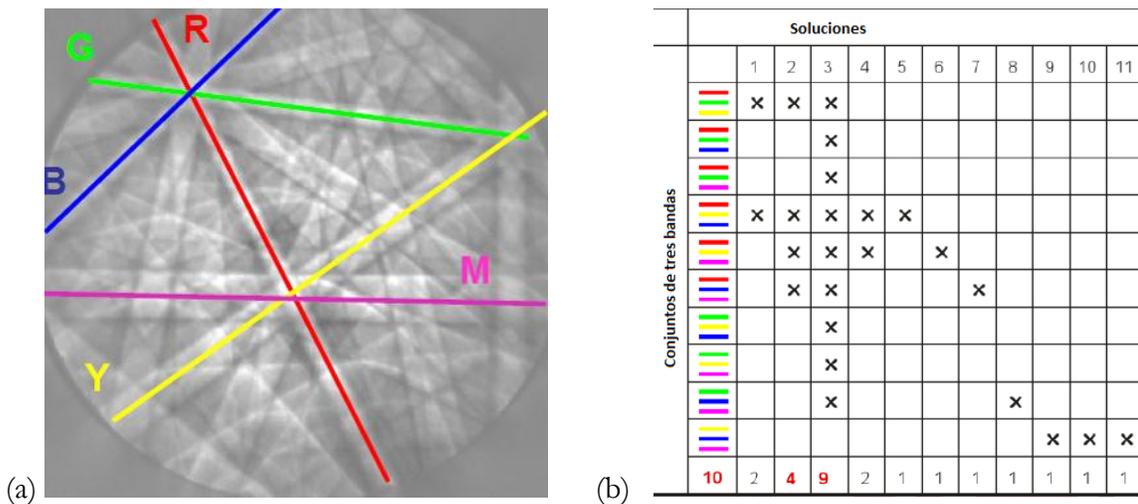


Figura 2.6 (a) Indexación de un patrón mediante conjuntos de tres bandas y (b) Tabla de posibles soluciones para la indexación [11].

La solución final, se elige mediante un sistema de votos, en el que un voto es asignado cada vez que un conjunto de tres bandas satisfacen la solución. Este parámetro se

denomina Índice de Confiabilidad (CI) y se refiere a que tan precisa es la indexación de los patrones de difracción, el CI está definido mediante la siguiente ecuación:

$$CI = \frac{(V_1 - V_2)}{V_{Ideal}} \quad (1.1)$$

Donde  $V_1$  es el número de votos para la primera solución,  $V_2$  el número de votos para la segunda solución y  $V_{Ideal}$  el número total de conjuntos de tres bandas disponibles.

La dependencia de la precisión en la indexación para cristales FCC se presenta en la gráfica de la figura 2.7.

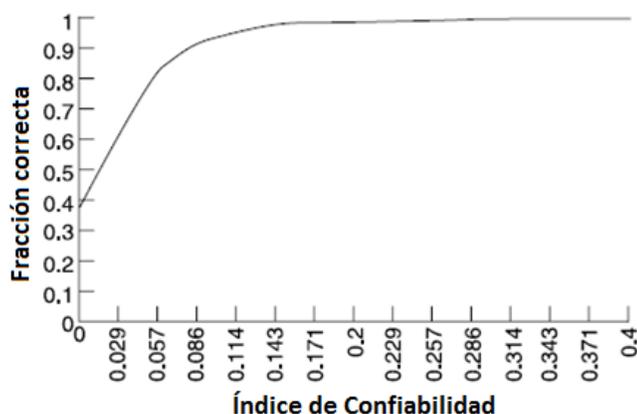


Figura 2.7 Índice de Confiabilidad vs fracción de puntos correctamente indexados para patrones de Kikuchi de materiales FCC [8].

La solución se considera confiable cuando el 90% de los patrones son correctamente indexados, es decir cuando se obtiene un CI mayor o igual a 0.08.

El Índice de confiabilidad es un parámetro que depende directamente de la calidad del patrón de difracción. Un patrón de Kikuchi con calidad es aquel en el que se tiene un buen contraste entre las bandas de Kikuchi, es decir la imagen del patrón es lo suficientemente nítida. La calidad de los patrones la determina automáticamente el software de captura del OIM-EBSD y se expresa mediante un parámetro denominado Índice de Calidad de la Imagen (IQ). En la figura 2.8 (a) se muestra un ejemplo de un patrón con mala calidad y en la figura 2.8 (b) se presenta un patrón de Kikuchi con buena calidad.

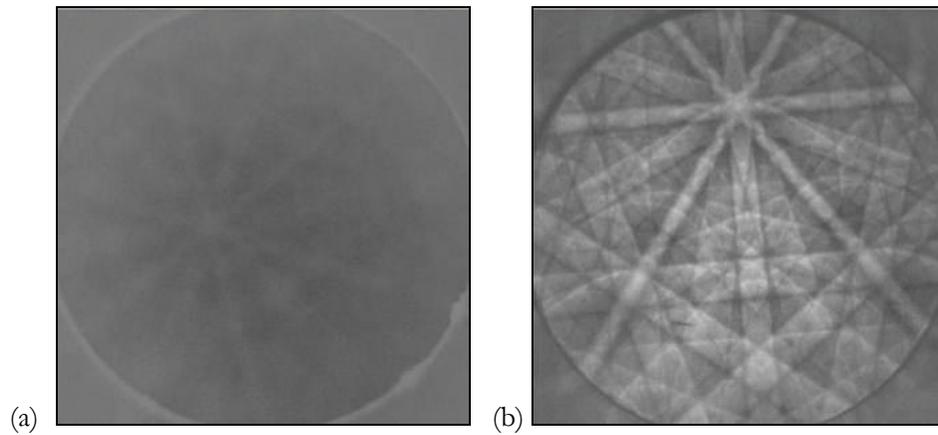


Figura 2.8 Patrones de Kikuchi: (a) con mala calidad, (b) con buena calidad [11].

### 2.2.1.1 Orientación y desorientación cristalina.

La orientación de un cristal se determina comparando los principales ejes del cristal respecto a los ejes de referencia externos, por ejemplo para un cristal cúbico se eligen los ejes principales de acuerdo con las direcciones principales del cristal [001], [010], [100] y se comparan respecto a los ejes externos: RD, TD y ND, ver la figura 2.9.

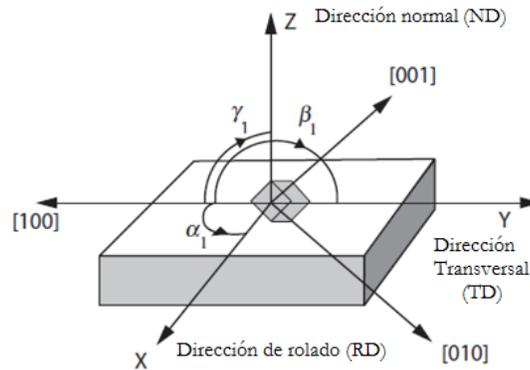


Figura 2.9 Esquema para determinar la orientación de un cristal respecto de los ejes de referencia externos [8].

Una vez que se han definido las coordenadas referencia y las coordenadas del cristal, se determina la posición del cristal respecto de la muestra mediante la ecuación:

$$C_c = g \cdot C_s \quad (1.2)$$

Donde  $C_c$  son las coordenadas del cristal y  $C_s$  las coordenadas de referencia,  $g$  es la matriz de orientación que hace coincidir las coordenadas del cristal con las coordenadas de los ejes de referencia externos.

La matriz de orientación  $g$  es una matriz cuadrada de 9 números, el primer renglón está dado por los cosenos de los ángulos entre el primer eje del cristal [100] y cada uno de

los tres ejes de la muestra X, Y y Z. Estos ángulos son  $\alpha_1, \beta_1, \gamma_1$  y se muestran en la figura 2.5. El segundo renglón está dado por los cosenos de los ángulos  $\alpha_2, \beta_2, \gamma_2$  entre [010] y X, Y, Z. Finalmente el tercer renglón está definido por los ángulos  $\alpha_3, \beta_3, \gamma_3$  entre la dirección [001] y los ejes X, Y y Z. La matriz completa es:

$$g = \begin{pmatrix} \cos \alpha_1 & \cos \beta_1 & \cos \gamma_1 \\ \cos \alpha_2 & \cos \beta_2 & \cos \gamma_2 \\ \cos \alpha_3 & \cos \beta_3 & \cos \gamma_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} g_{11} & g_{12} & g_{13} \\ g_{21} & g_{22} & g_{23} \\ g_{31} & g_{32} & g_{33} \end{pmatrix}$$

Para especificar la orientación de un cristal se utilizan parámetros matemáticos, los más comunes son:

- Ángulos de Euler.
- Rotación eje-ángulo.
- Vector Rodríguez.

El sistema que se usó en este trabajo es el de Euler y consiste de un sistema de 3 ángulos denominado ángulos de Euler, que son 3 rotaciones que se realizarán para transformar las coordenadas de la muestra a las coordenadas del cristal. Existen varias expresiones de los ángulos de Euler, en este trabajo se utilizarán las definidas por Bunge  $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$  [8], estos ángulos se definen en la figura 2.10.

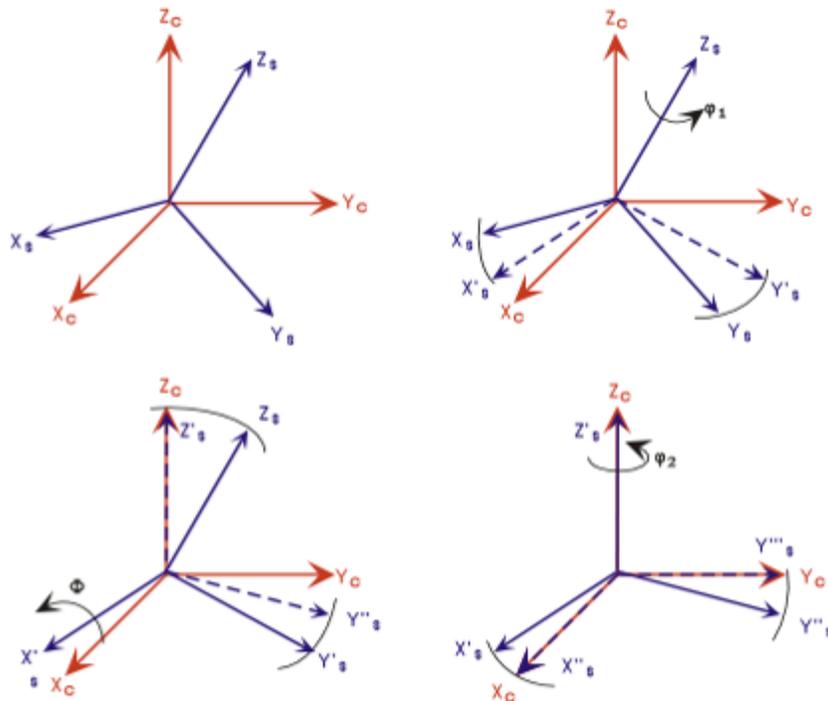


Figura 2.10 Esquema para definir los ángulos de Euler [10].

Los ángulos de Euler están definidos por las siguientes matrices:

$$g_{\varphi_1} = \begin{pmatrix} \cos \varphi_1 & \text{sen } \varphi_1 & 0 \\ -\text{sen } \varphi_1 & \cos \varphi_1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

$$g_{\Phi} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \Phi & \text{sen } \Phi \\ 0 & -\text{sen } \Phi & \cos \Phi \end{pmatrix}$$

$$g_{\varphi_2} = \begin{pmatrix} \cos \varphi_2 & \text{sen } \varphi_2 & 0 \\ -\text{sen } \varphi_2 & \cos \varphi_2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

La multiplicación de las tres matrices anteriores permite obtener la matriz de rotación de Euler:

$$g = g_{\varphi_2} \cdot g_{\Phi} \cdot g_{\varphi_1} \quad (1.3)$$

La desorientación de un cristal está definida como  $\Delta g$  que diferencia dos cristales con orientaciones  $g_A$  y  $g_B$  y está definida por las siguientes matrices:

$$\Delta g = g_B g_A^{-1} \quad \text{ó} \quad \Delta g = g_B g_A^T \quad (1.4)$$

Donde  $g_A^T$  representa la matriz transpuesta de  $g_A$ .

### 2.2.2 Factores que afectan la calidad de los patrones de Kikuchi.

La calidad del patrón de Kikuchi es el principal indicador para la confiabilidad de los resultados que se obtendrán, al tener patrones difusos o de mala calidad es posible introducir errores en la indexación y en el peor de los casos los patrones no podrán ser detectados e indexados por el software, por lo que para caracterizar un material usando la técnica de OIM-EBSD es esencial obtener patrones de buena calidad.

En esta sección se explica cuáles son las variables que pueden aumentar o disminuir el índice de calidad (IQ) de los patrones de EBSD, estas variables son:

- (a) Las características de la muestra en estudio como: número atómico, tratamiento termomecánico de la muestra, la cantidad de fases presentes, defectos de red, etc.
- (b) Las condiciones experimentales de la preparación de muestras.
- (c) Voltaje de aceleración en el MEB, corriente de prueba, tamaño del haz de electrones, tipo de microscopio, resolución de la cámara, etc.

### (a) Características de la muestra.

La penetración de los electrones retrodispersados depende del tipo de material. En la figura 2.11 se muestra la penetración de los electrones retrodispersados para materiales con diferente número atómico, se puede observar que la penetración es menor en materiales con número atómico grande ( $Z$ ). Si los electrones penetran poco podrán salir fácilmente de la muestra y serán detectados por la cámara del OIM [12].

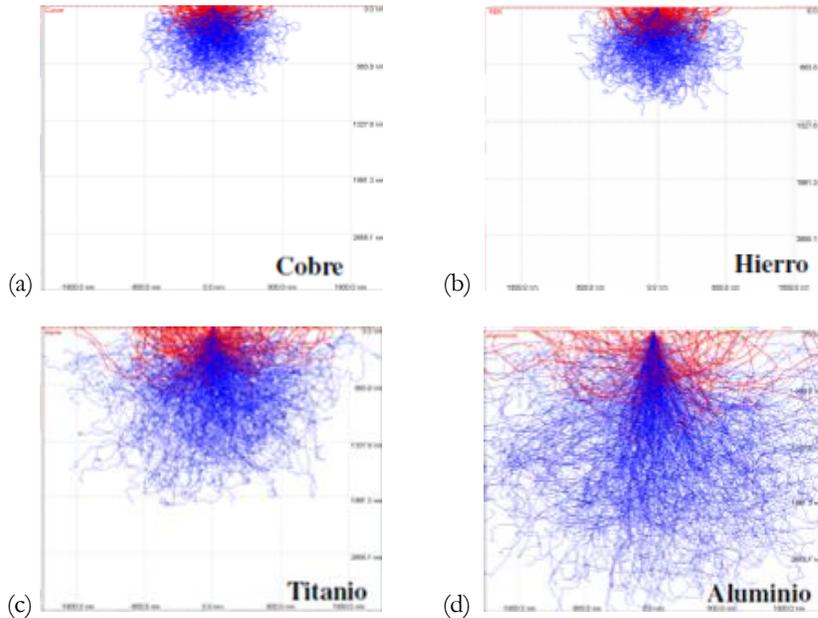


Figura 2.11 Penetración de los electrones retrodispersados, en función del número atómico de la muestra. (a) Cobre, (b) hierro, (c) titanio y (d) aluminio [11].

Otro aspecto importante para la obtención de patrones de calidad está relacionado con el tratamiento termo-mecánico del material, en la figura 2.12 se observa que un material deformado plásticamente producirá patrones de baja calidad [11].

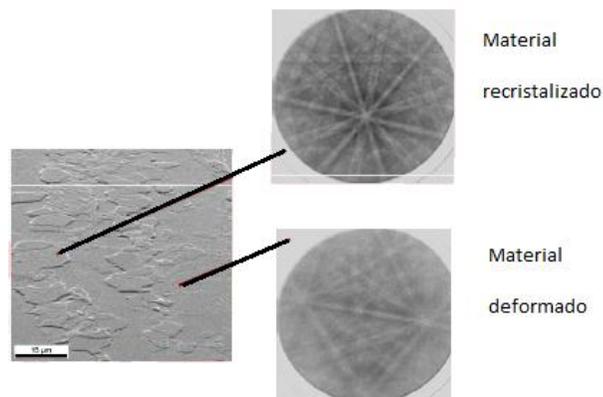


Figura 2.12 Efecto del tratamiento termomecánico del material sobre la calidad del patrón de Kikuchi [11].

## **(b) Preparación metalográfica de muestras metálicas.**

Es necesario que la preparación metalográfica proporcione una superficie plana, limpia, libre de contaminantes y de capas de óxidos para que los electrones retrodispersados puedan escapar de la superficie de la muestra, [13-15]. La preparación de la muestra es el paso crítico para optimizar la calidad del patrón.

Existen varios métodos de preparación de muestras para OIM-EBSD:

- a) Electropulido.
- b) Ataque Iónico (FIB)
- c) Pulido mecánico.

**Electropulido:** es un método que permite obtener patrones de EBSD de buena calidad porque remueve capas de deformación presentes en la superficie. Sin embargo, se pueden presentar algunos inconvenientes como: el uso de algunos electrolitos que pueden ser peligrosos, el área de ataque es limitada, es un proceso que no permite la retención de bordes, la remoción de material es limitada, el control de la temperatura debe ser preciso y las condiciones para electropulir deben determinarse para cada muestra [13].

**El ataque iónico:** emplea un haz de iones para remover capas de la superficie de la muestra. Es una técnica que se puede utilizar en todo tipo de material, incluso se recomienda su uso para la remoción de capas de óxidos en materiales que tienden a pasivarse. Para aplicar esta técnica y evitar generar daño en la superficie del material, es necesario determinar parámetros como: voltaje y corriente del haz de iones.

**Pulido mecánico:** es posible obtener patrones de Kikuchi con calidad usando pulido mecánico, este método resulta una técnica práctica, barata y rápida que puede ser aplicada a casi cualquier material. Las recomendaciones para cada etapa de preparación metalográfica usando pulido mecánico son:

En la etapa de corte es necesario minimizar el daño producido en la superficie del material. Cortar la muestra es el paso más crítico, se deberá evitar el calentamiento y deformación de la superficie que se seccione usando el disco de corte recomendado para cada tipo de material.

En la etapa de desbaste el uso de abrasivos muy gruesos puede producir superficies rugosas y generar un daño en la superficie que puede ser profundo y difícil de remover. Se deberá comenzar el desbaste con el abrasivo más fino posible.

Se recomienda usar pulidoras automáticas que permiten mantener constantes las condiciones de pulido. Si no se tiene acceso a este tipo de equipo, se pueden usar

pulidoras semiautomáticas o bien pulir de forma manual, pero se deberá tener cuidado, para obtener condiciones de pulido que sean reproducibles.

Se aconseja utilizar paños que minimicen la generación de relieve y daño en la superficie, los paños menos agresivos son: seda, nylon, polyester y poliuretano. Para que el proceso de pulido sea homogéneo es importante cargar el paño con suficiente cantidad de abrasivo y distribuirlo uniformemente sobre la superficie del plato, se recomienda usar lubricantes a base de petróleo, en este trabajo usamos etilenglicol como dispersante para la pasta de diamante.

Para evitar la pérdida de abrasivo y lubricante por la acción de fuerzas centrifugas cuando se utilizan pulidoras automáticas y semiautomáticas, se aconseja que las velocidades de rotación del plato estén entre 120 y 150 rpm. La velocidad de rotación de la muestra se sugiere que sea de 60 rpm. Las fuerzas aplicadas sobre la muestra en la pulidora automática dependerán del tipo de material. Una fuerza muy pequeña produce relieve u ondulaciones y fuerzas muy grandes causan deformación en la superficie.

Es importante hacer un seguimiento de los cambios en la superficie de la muestra entre cada paso de pulido con la ayuda del microscopio óptico.

Cuando se usa pulido mecánico, se requiere de una etapa adicional de pulido, denominada pulido final. En esta etapa se recomienda el uso de abrasivos con un tamaño de partícula igual o menor a  $0.05 \mu\text{m}$ . Los tiempos de pulido que van desde 1h hasta 4 h o más en pulidora vibratoria. Los abrasivos que generalmente se utilizan son: silica coloidal o suspensión de alúmina.

La silica coloidal es una solución de partículas de dióxido de silicio cargadas negativamente con un valor de pH entre 8 y 11. La solución pule y ataca ligeramente la muestra removiendo la mayor parte de la deformación presente en la superficie.

Las suspensiones de alúmina para pulido final están compuestas por alúmina  $\gamma$  y agua destilada en una proporción 1:10. La alúmina  $\gamma$  tiene un tamaño de  $0.05 \mu\text{m}$  y una estructura cúbica. La suspensión final debe tener un pH neutro para optimizar la remoción de material [16].

### **Preparación de aleaciones base zinc con pulido mecánico.**

El zinc es un metal de bajo punto de fusión, suave y difícil de preparar, tiene una estructura hexagonal compacta susceptible a la formación de maclas durante el corte y desbaste. Sin embargo, no se encontró reportado un método para la preparación de aleaciones base zinc, solo se encontraron en la literatura algunas ideas generales dadas por Vander Voort [15] y que se detallan a continuación:

Para el desbaste de aleaciones base zinc se recomienda usar lijas de carburo de silicio. Si se utilizan lijas muy finas se aconseja que estén recubiertas con parafina para evitar que las partículas de SiC se incrusten en la superficie del material. [16].

Si se utilizan lijas de SiC con malla menor a 120 provocarán un daño en la superficie que no podrá ser removido en los pasos siguientes, por lo que se recomienda comenzar el desbaste con abrasivos de SiC con malla de 320. Si utiliza desbastadoras automáticas, la velocidad de rotación del plato durante el desbaste deberá estar entre 240 y 300 rpm.

Para el pulido de aleaciones base zinc y en general metales de bajo punto de fusión, el uso de abrasivos como la alúmina remueve material más fácil y rápido que la pasta de diamante. De acuerdo con Vander Voort, para el pulido final de aleaciones base zinc puede utilizarse alúmina o sílica coloidal de 0.05  $\mu\text{m}$  en pulidora vibratoria por 1 o 2 h [15].

### **(c) Condiciones de operación en el MEB.**

Deben seleccionarse los parámetros de operación en el MEB como: voltaje de aceleración, diámetro del haz y corriente de prueba. Estos parámetros deberán elegirse de manera que permitan obtener patrones de calidad y a la vez una buena resolución espacial [8, 9].

Para tener información más precisa acerca de la superficie de la muestra, se deberá obtener la mayor cantidad de electrones retrodispersados, como se explicó en la sección 2.2.2 un voltaje de aceleración pequeño permite una mayor salida de electrones retrodispersados, lo que favorece la resolución espacial en el microscopio electrónico [11]. No hay un valor fijo de voltaje de aceleración, se pueden usar valores de 20, 30 o 40 kV, se deberán hacer pruebas para determinar el valor de voltaje que permita obtener patrones de mayor calidad. Se recomienda iniciar las pruebas con un voltaje de aceleración de 20 kV [8].

La figura 2.13 muestra la variación en la cantidad de bandas de Kikuchi cuando se modifica el voltaje de aceleración para una misma muestra. Para un voltaje de aceleración bajo, las bandas se hacen más grandes como en la figura 2.13 (a). Conforme se aumenta el voltaje de aceleración se puede observar una mayor número de bandas como en la figuras 2.13 (b), (c) y (d), al tener más bandas en el patrón se obtendrá una mayor precisión en la indexación.

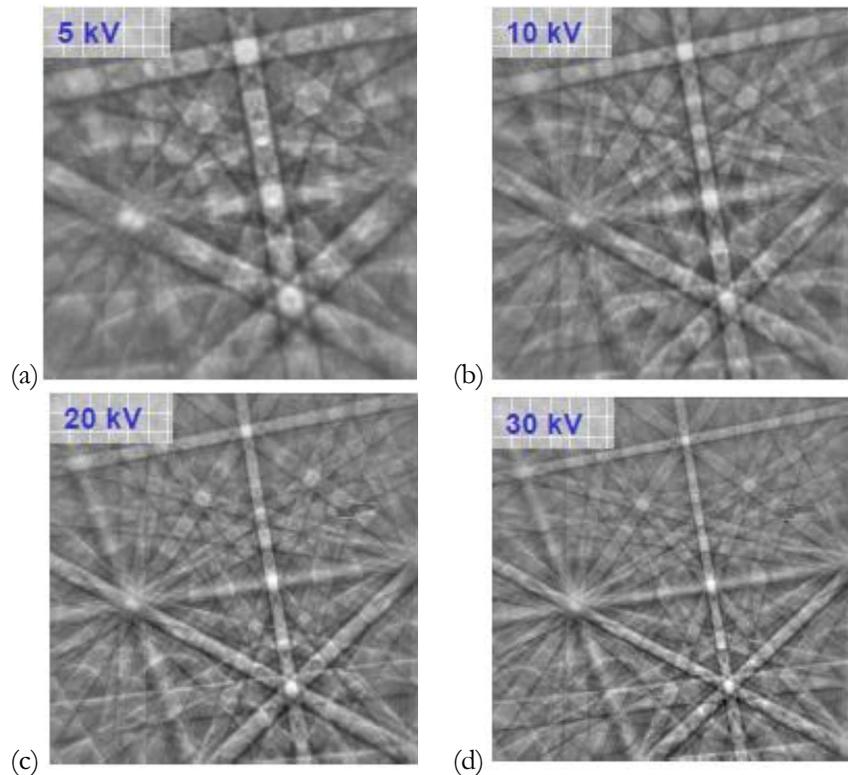


Figura 2.13 Efecto del voltaje de aceleración en las dimensiones del patrón de EBSD [17].

La corriente de prueba también está relacionada con el volumen de interacción, por lo que se deberá determinar aquella que permita obtener una buena resolución espacial. Se aconseja usar una corriente de prueba de 5nA [8].

### 2.2.3 Definición de los parámetros de barrido para OIM-EBSD.

El término Microscopia por Orientación de Imagen puede usarse para describir un barrido que se realiza sobre la superficie de una muestra, con el objetivo de obtener información en términos de orientación y desorientación cristalina. La captura de datos sobre la superficie de la muestra es puntual y es una parte fundamental para la reconstrucción de la microestructura. La distancia que se desplaza el haz de electrones para realizar una medición define el tamaño del *step*. El número de puntos que se obtengan para la reconstrucción de la microestructura estará definido por el tamaño del *step* y las dimensiones del área de barrido. En función de las características de la muestra en estudio es importante realizar una adecuada selección de los parámetros de barrido, éstos son:

- Tamaño del *step*.
- Dimensiones del área de barrido.

El tamaño del *step* estará determinado por el tamaño de grano de la muestra, se recomienda usar un *step* en donde se obtengan al menos 10 puntos por cada grano [11]. El tamaño del área de barrido dependerá del tiempo disponible para la obtención de datos.

#### **2.2.4 Parámetros para el procesamiento de datos en OIM-EBSD.**

Después de que se ha capturado punto a punto la información sobre la superficie de la muestra, los datos se procesan con ayuda del software de análisis, para realizar este procesamiento se requiere de la definición de dos variables importantes que son:

- La definición de grano en OIM-EBSD.
- La aplicación de un ajuste matemático denominado *Clean Up*.

##### **2.2.4.1 Definición de grano y tamaño de grano.**

Los granos en OIM-EBSD se forman mediante un algoritmo que agrupa los puntos cercanos con una orientación máxima. La definición de un grano varía dependiendo de los valores definidos por el usuario.

Para esta técnica un grano está definido por dos parámetros:

- Ángulo de tolerancia: es el ángulo mínimo de desorientación que diferencia un grano de otro.
- Tamaño mínimo de grano: se refiere al número mínimo de puntos necesarios para formar un grano.

Una vez que se ha definido un grano en OIM, es posible reconstruir la microestructura en un mapa de granos.

El tamaño y la forma de los granos lo determina el software de análisis mediante rutinas basadas en el método de intersección lineal. Para determinar el tamaño de grano con suficiente precisión, se requiere del análisis de un área con mínimo de 200 granos y 10 puntos por grano, esto quiere decir que la reconstrucción de la microestructura deberá tener al menos 20,000 puntos, este tipo de análisis normalmente toma 1.7 h [18].

En la figura 2.14 se presenta un ejemplo de cómo afecta la definición de grano al reconstruir el mapa de granos. En estos mapas un grano se representa con un color y la designación de colores se realiza de manera aleatoria para diferenciar un grano de otro.

En el mapa de la figura 2.14 (a), se observa que con un ángulo de tolerancia de  $3^\circ$  los granos son más pequeños que los de la figura 2.14 (b), que están definidos por un ángulo de tolerancia de  $15^\circ$ .

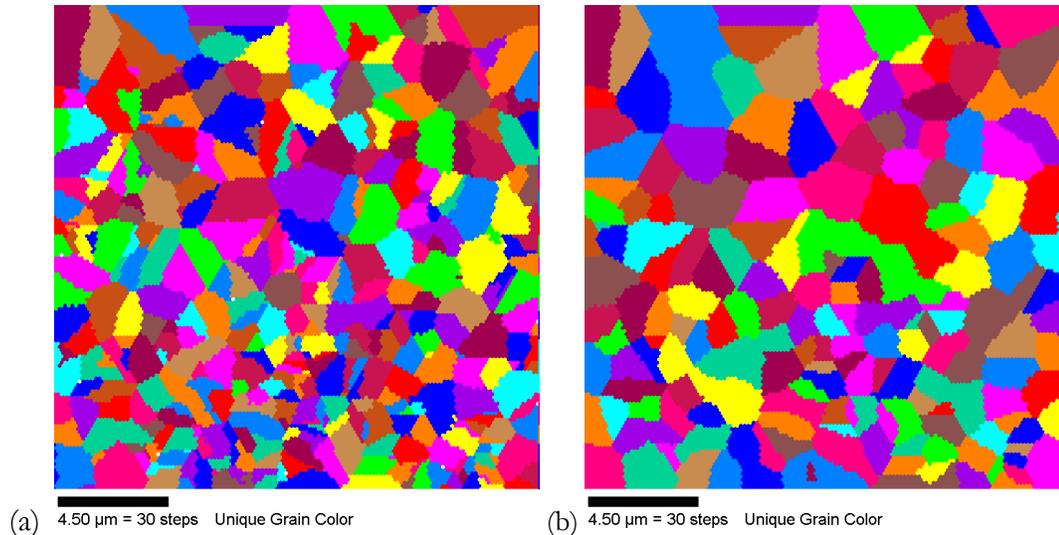


Figura 2.14 Mapa de granos con una definición de grano usando un ángulo de tolerancia de  $3^\circ$ , (b) mapa de granos usando un ángulo de tolerancia de  $15^\circ$ .

#### 2.2.4.2 *Clean Up.*

Generalmente la indexación de patrones resulta bastante confiable, sin embargo, en ocasiones el software de captura tiene algunas dificultades para indexar los patrones de EBSD, esto sucede comúnmente en los límites de grano y en las uniones triples. El software de análisis proporciona un método de ajuste matemático denominado *Clean up*, que se realiza sobre aquellos puntos: no indexados y puntos indexados, que no pertenecen a un grano y que son el resultado de la superposición de uno o más patrones.

Existen 5 tipos de ajustes:

- *Grain dilation.*
- *Grain CI standardization.*
- *Neighbour CI correlation.*
- *Neighbour Orientation Correlation”.*
- *Neighbour Phase Correlation”.*

Ajuste usando *Grain Dilation*: este tipo de ajuste actúa solamente sobre puntos que no pertenecen a ningún grano. La orientación del punto blanco se cambia por la orientación de aquel vecino con el más alto CI. Figura 2.15.

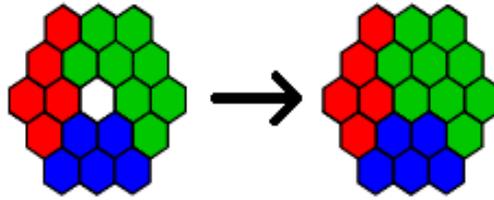


Figura 2.15 Esquema para el *Clean Up Grain Dilation* [10].

Ajuste usando: *Grain CI Standardization*: este método cambia el CI de todos los puntos de un grano por el máximo CI encontrado en ese grano. Es necesario definir el ángulo de tolerancia en esta rutina, ver figura 2.16.



Figura 2.16 Esquema para el *Clean Up Grain CI Standardization* [10].

Ajuste con: *Neighbour CI correlation*: este método ajusta los puntos con valores de CI muy pequeños, el ajuste se realiza definiendo un valor de CI mínimo. La orientación del punto con el CI más pequeño se cambiará por la del punto vecino con el mayor CI, ver figura 2.17.

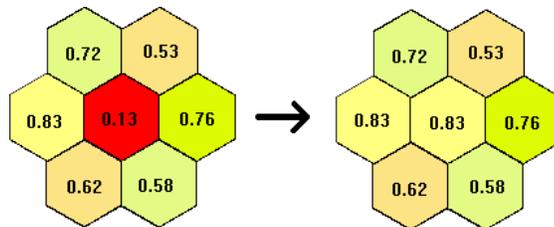


Figura 2.17 Esquema para el *Clean Up Neighbour CI Correlation* [10].

Ajuste con *Neighbour Orientation Correlation*: este método analiza cada punto de acuerdo al ángulo de tolerancia y el nivel de *Clean Up*. El nivel de *Clean Up* se refiere a que tan

diferente es la orientación entre los puntos vecinos. La orientación del punto de análisis se cambia por la orientación de los vecinos predominantes. Figura 2.18.

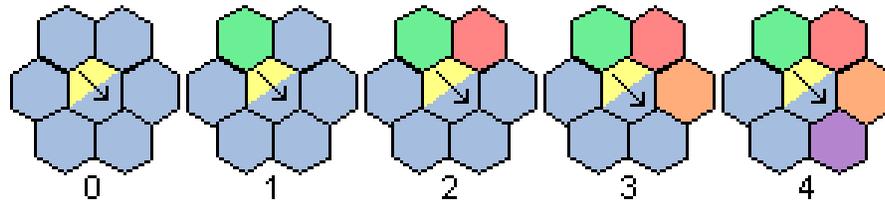


Figura 2.18 Esquema para el *Clean Up Orientation Correlation* [10].

Ajuste con *Neighbour Phase Correlation*: este método se utiliza únicamente en puntos de datos con un CI menor al valor de CI mínimo definido por el usuario. La fase y orientación se cambia a la de los puntos vecinos predominantes. Figura 2.19.

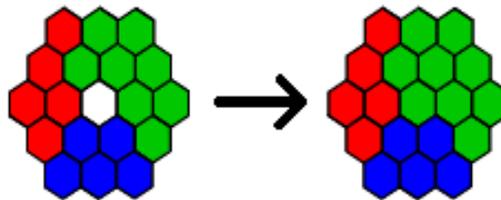


Figura 2.19 Esquema para el *Clean Up Neighbour Phase Correlation* [10].

## 2.2.5 Reconstrucción de la microestructura e información adicional que proporciona esta técnica.

La información que se puede obtener usando el software de análisis y procesamiento de datos es mediante la reconstrucción de la microestructura a través de distintos tipos de mapas, que pueden ser de: granos, de fases, mapas de índice de calidad y confiabilidad, mapas de límites de grano y subgrano. Además es posible obtener gráficos de tamaño de grano, distribución de ángulos de desorientación, de CI e IQ y figuras que caracterizan la textura global de un material: figuras de polos directas e inversas y figuras de función de distribución de desorientaciones ODF.

**Mapa de granos:** de manera aleatoria, a los granos del material se asignan diferentes colores para distinguirlos unos de otros, a los puntos no cumplen con el tamaño mínimo de grano y que no están dentro de la definición de grano se les asigna siempre un color blanco. Las zonas de la muestra en las que no se obtuvo un patrón de difracción o si bien se obtuvo no fue posible indexarlo, se les puede asignar el color negro o cualquier color definido por el usuario, ver la figura 2.20.

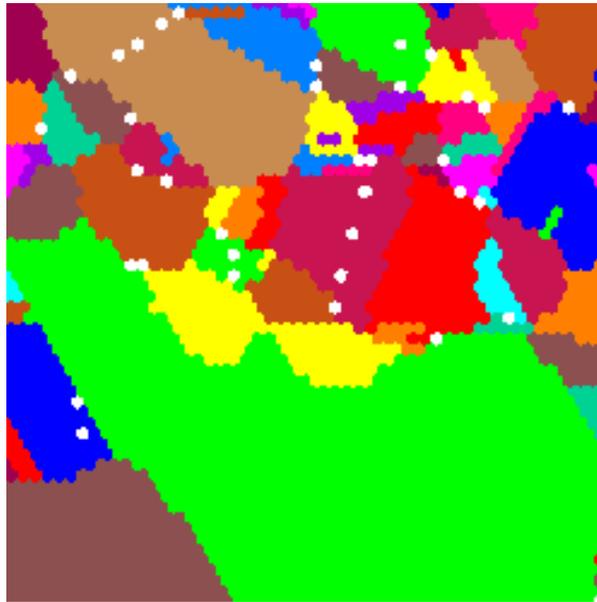


Figura 2.20 Mapa de granos de OIM-EBSD [10].

**Mapa de CI y mapa de IQ:** en este mapa a cada punto se le asigna un nivel de gris, en donde el punto más claro corresponde a un valor de CI o IQ más alto y el punto más oscuro corresponde al valor más pequeño. Ver figura 2.21.

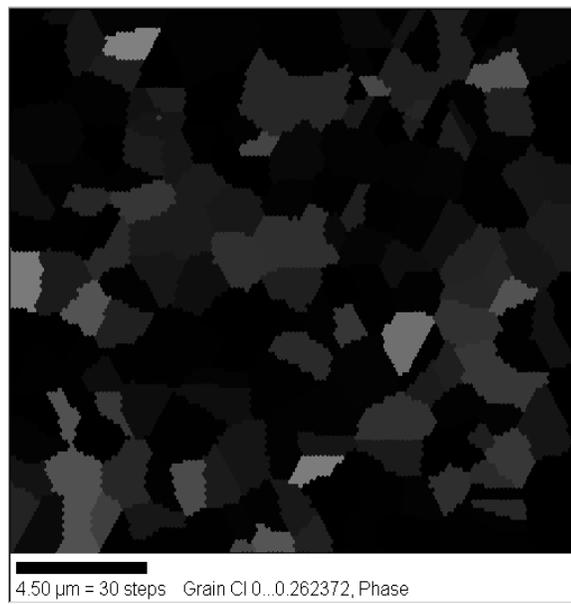


Figura 2.21 Mapa de CI de OIM-EBSD.

**Mapa de fases y mapa de límites de grano y subgranos:** es posible obtener un mapa en el que se distinga una fase de otra, a cada punto se le asigna un color de acuerdo a la fase que representa. Además es posible resaltar y cuantificar límites de grano y subgrano mediante un código de colores definido por el usuario, ver figura 2.22.

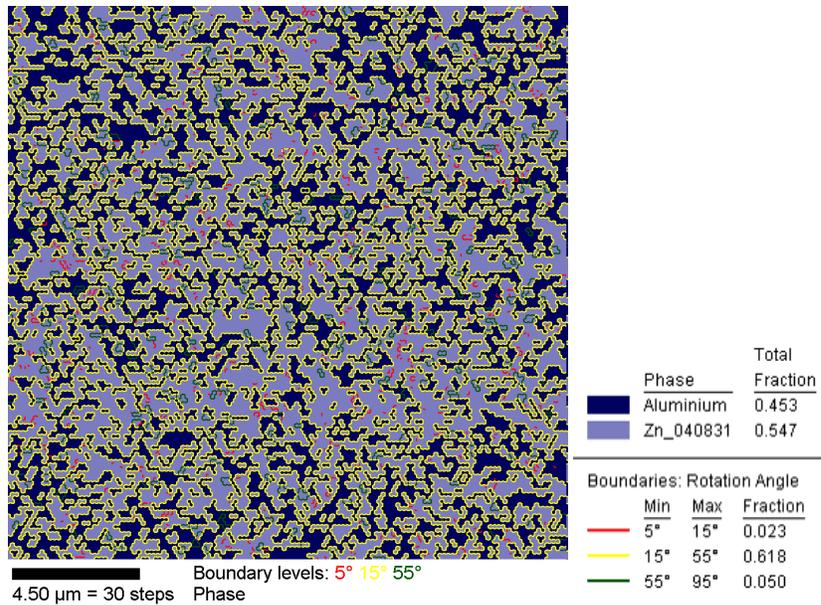


Figura 2.22 Mapa de fases en el que se muestran los límites de grano.

**Graficas de desorientación:** en este grafico se muestran los ángulos de desorientación cuantificados, en términos de la cantidad de puntos que presentan cada valor de desorientación. Es posible realizar este tipo de gráficos separando los datos por fase. Ver figura 2.23.

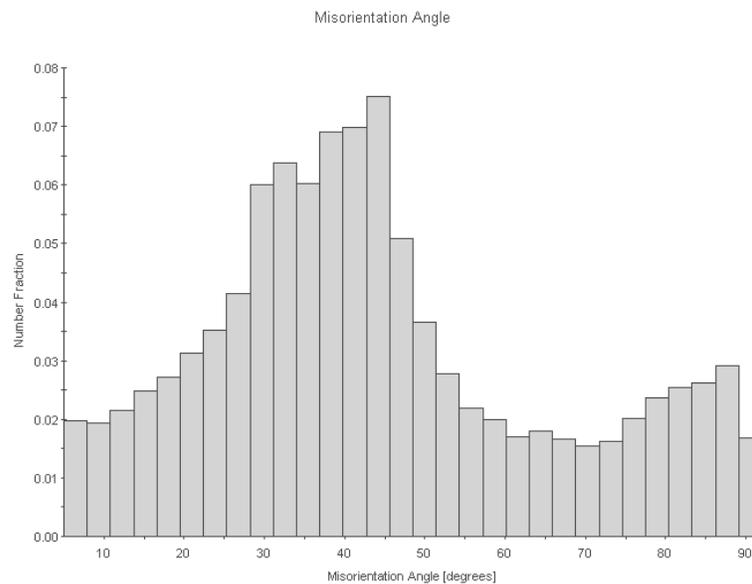


Figura 2.23 Distribución de ángulos de desorientación.

**Textura:** los mapas de textura se pueden obtener para cada fase y el usuario elije qué tipo de sistema usar para describir la orientación, por ejemplo: Euler, eje ángulo, Rodríguez, ver la figura 2.24.

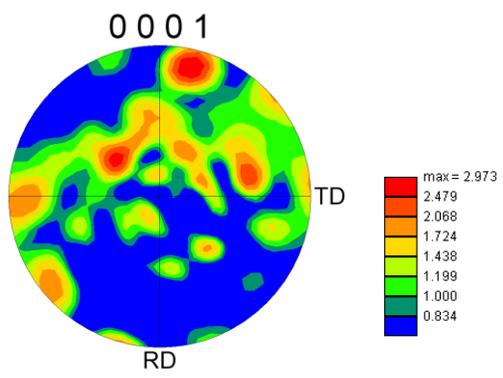


Figura 2.24 Figuras de polos.

## Referencias del capítulo 2.

- [1] Adams B. L., Wright S. I. and Kunze K., “*Orientation Imaging: The Emergence of a New Microscopy*”, Metallurgical Transactions A, Vol. 24-A, No. 4, pp. 819-831, 1993.
- [2] Nishikawa S. and Kikuchi S., “*The Diffraction of Cathode Rays by Calcite*”, Proc. Imperial Academy (of Japan), Vol. 4, pp. 475-477. 1928.
- [3] Venables J. A. and Harland C. J., “*Electron Back-Scattering Patterns – A New Technique for Obtaining Crystallographic Information in the Scanning Electron Microscope*”, Philosophical Magazine, Vol. 2, pp. 1193-1200, 1973.
- [4] Dingley D. J., “*Diffraction from Sub-Micron Areas Using Electron Backscattering in a Scanning Electron Microscope*”, Scanning Electron Microscopy, Vol. 11, pp. 569-575, 1984.
- [5] Wright S. I., Adams B. L. and Zhao J. Z., “*Automated Determination of lattice Orientation from Electron Backscattered Kikuchi Diffraction Patterns*”, Textures and Microstructures, Vol 13, pp. 123-131.
- [6] Michael J. R. and Goehner R. P., “*Crystallographic Phase Identification in the Scanning Electron Microscope: Backscattered Electron Kikuchi Patterns Imaged with a CCD-Based Detector*”, MSA Bulletin, Vol. 23, pp. 168-175.
- [7] Nowell M. M., Chui-Sabourind M. and Carpenter J. O., “*Recent Advances in High-Speed Orientation Mapping*”, Edax TSL.
- [8] Randle V. y Engler O. “*Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, Microtexture and Orientation Mapping*”, Gordon and Breach Science Publishers, The Netherlands 2000.
- [9] Schwart A. J., Kumar M., Adams B. L., “*Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*”, Springer, Segunda edición, pp. 1-20, 2000.
- [10] TSL EDAX OIM, “*Analysis Users Manual*”, 3<sup>a</sup> ed., pp. 162, 2001.
- [11] Gandarilla F. C. y Cabañas J. G., “*Microscopia de Imagen Orientacional*”, 1<sup>a</sup> edición, Edit. Sociedad Mexicana de Cristalografía A.C., 2007.
- [12] Goldstein J. I., “*Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis*”, 2a edición, Edit. New York : Plenum Publishers, pp. 69, 1992.
- [13] Nowell, M. “*EBSD Sample Preparation: techniques, Tips and Tricks*”; Microscopy Today, No. 4, pp. 44-48, 2005.

- [14] Tex SEM Laboratories, [www.tsl-oim.com](http://www.tsl-oim.com),  
<http://prism.mit.edu/Edax%20Genesis/EBSD%20prep/Specimen%20prep.pdf>
- [15] Vander Voort G. F. and Geertruyden W. V. “*Specimen preparation for Electron Backscattered Diffraction*”, [Georgevandervoort.com](http://www.georgevandervoort.com),  
[http://www.georgevandervoort.com/met\\_papers/EBSD/EBSD\\_specimen\\_Prep\\_Paper.pdf](http://www.georgevandervoort.com/met_papers/EBSD/EBSD_specimen_Prep_Paper.pdf).
- [16] Vander Voort G. F., “*Metallography principles and practice*”, 2a Ed., Edit. The Materials Information Society, pp. 101-102, 1999.
- [17] Boehm E., “*Electron Backscatter Diffraction: Principle and application*”, epfl,  
[http://cime.epfl.ch/files/content/sites/cime2/files/shared/Files/Teaching/MSE\\_603\\_2011\\_Autumn/Chapter%206-%20EBSD.pdf](http://cime.epfl.ch/files/content/sites/cime2/files/shared/Files/Teaching/MSE_603_2011_Autumn/Chapter%206-%20EBSD.pdf), novembre 2010.
- [18] Humphreys F. J., “*Quantitative metallography by electron backscattered diffraction*”, Journal of Microscopy, Vol. 195, pp. 170-185, 1998.

## **Capítulo 3. Metodología para la caracterización de la aleación Zn-21Al-2Cu deformada y sin deformar usando diferentes técnicas.**

El desarrollo experimental de este trabajo se divide en varias etapas, la primera consiste en la fabricación y tratamiento termomecánico de probetas, para obtener una microestructura que promueva el comportamiento superplástico en la aleación. En este trabajo se utilizaron probetas ya fabricadas, tratadas termomecánicamente y algunas ensayadas a tensión por M. Ramos, si se desea saber más respecto a los procedimientos para obtención de estas probetas, se recomienda consultar la referencia [1].

La segunda etapa consiste en la caracterización microestructural de la aleación mediante técnicas de DRX y MEB, con el objetivo de conocer toda la información posible sobre la microestructura y las fases que la constituyen, también se detallan los datos técnicos de los equipos utilizados.

En la tercera etapa se describen aquellos detalles importantes para la preparación metalográfica de la aleación y que provienen de la experiencia personal, el seguir o no estas recomendaciones podría ser un factor determinante, para obtener una preparación que proporcione patrones de Kikuchi con buena calidad.

En la última etapa se describen los datos técnicos de los equipos usados para la caracterización con la técnica de OIM-EBSD, además de la información necesaria para utilizar esta técnica.

### **3.1 Fabricación y tratamiento termomecánico de probetas de zinalco.**

Las probetas de zinalco se obtuvieron mediante fundición de Zn, Al y Cu de alta pureza, la solidificación de la aleación se realizó mediante colada continua, para producir barras de 5.3 cm de diámetro, cada perfil se cortó en tramos de 8 cm de longitud y 3.8 cm de diámetro, posteriormente se realizó extrusión inversa en caliente a 290°C con una velocidad de extrusión de 7.6 mm/min. Los perfiles obtenidos se cortaron en secciones de 10 mm de longitud y se laminaron en caliente a 240°C, hasta obtener láminas de 20 cm de longitud y 2.6 cm de espesor final, cada lámina se cortó en tramos de 3 cm y se maquinó para obtener las probetas de tensión [1].

Las dimensiones finales de las probetas son: 6.35 mm de longitud calibrada y 5.98 mm de ancho, ver la figura 3.1.

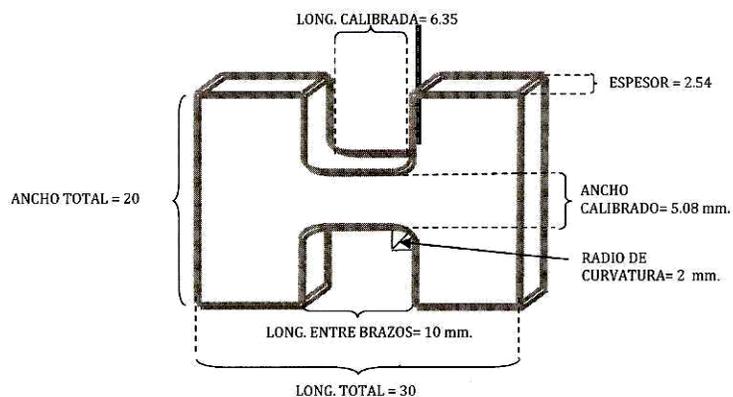


Figura 3.1 Probeta maquinada de zinalco [1].

Las probetas se trataron térmicamente, comenzando por un calentamiento a 350°C por 1 h, seguido de temple a 14°C y posteriormente se homogenizó a 240°C por 20 min, de acuerdo con M. Ramos este tratamiento proporciona las máximas ductilidades durante la deformación superplástica [2], las probetas se deformaron superplásticamente a 240°C con una rapidez de deformación de  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

### 3.2 Microscopia electrónica de barrido.

Las micrografías de la muestra deformada se obtuvieron con un microscopio marca JEOL modelo JSM-7600F FEG-SEM del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM, que se presenta en la figura 3.2.



Figura 3.2. Microscopio electrónico marca JEOL modelo JSM-7600F del IIM-UNAM.

Se analizaron muestras de zinalco que se pulieron después de ser deformadas, las micrografías se obtuvieron en el microscopio electrónico de barrido marca Philips modelo XL-30, del Instituto de Metalurgia de la UASLP, ver figura 3.3.

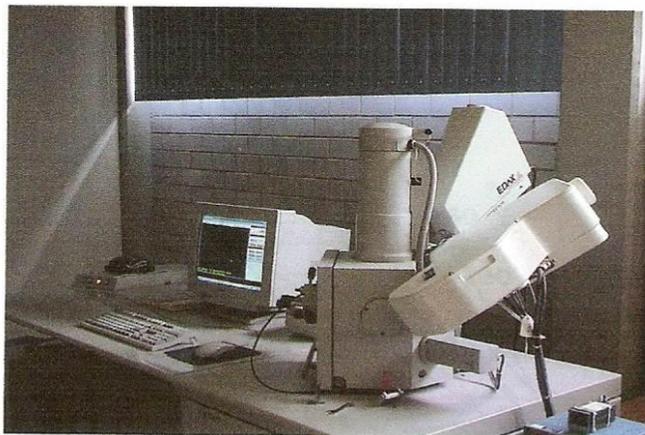


Figura 3.3 Microscopio electrónico de barrido Philips XL-30 del IM-UASLP.

Para pulir las muestras después de ser deformadas, se montaron en frío en una resina polimérica, la imagen que se obtuvo en el microscopio fue de mala calidad, para resolver este problema se recubrió con oro.

### **3.3 Difracción de Rayos X.**

Se realizó difracción de rayos X, se utilizó un difractómetro marca Rigaku DMAX-2200 del Instituto de Metalurgia de la UASLP, se usó filtro de níquel y una radiación de Cu, el análisis se realizó de 30 a 90° en 2-Theta, con un *step size* de 0.01°.

#### **Refinamiento de parámetros de red.**

Para obtener información mediante la técnica OIM-EBSD, se requiere del conocimiento preciso de los parámetros de red de cada una de las fases cristalinas presentes en la aleación. En el caso particular del zinalco se han usado hasta ahora los parámetros de red del Zn y Al como los de las fases  $\eta$  y  $\alpha$  respectivamente.

El método de refinamiento Rietveld permite efectuar el ajuste entre un modelo teórico y un patrón de difracción obtenido de forma experimental, este ajuste se realiza mediante el uso de mínimos cuadrados. El programa Maud® basado en el método Rietveld permite realizar refinamientos con una interfaz amigable y fácil de usar, proporciona datos como: tamaño de cristalito, cuantificación de fases y textura [3].

Para determinar los parámetros de red de las soluciones sólidas  $\alpha$  y  $\eta$  usando el programa Maud®, fue necesario utilizar los difractogramas obtenidos mediante difracción de rayos X. Los datos cristalográficos usados para crear las soluciones sólidas, se tomaron de la base de datos del programa Maud ®. Los datos de las fases  $\epsilon$  y  $\tau'$  se tomaron de las tarjetas JCPDF [4] y se presentan en la tabla 3.1.

Tabla 3.1 Datos cristalográficos de las fases  $\epsilon$  y  $\tau'$ .

| Fase       | Datos  | Posiciones atómicas, factor de ocupación (oc.) y número de oxidación (ox.)   |
|------------|--|--|
| $\epsilon$ | Estequiometría: Al <sub>4.2</sub> Cu <sub>3.2</sub> Zn <sub>0.7</sub><br>Simetría: trigonal<br>Parámetros de red: a=8.676 Å y $\alpha=27.41^\circ$<br>Clasificación de Pearson: hR3<br>Grupo espacial: R3R | Al1 x=0, y=0 z=0 oc.= 0.90 ox=3+<br>Al2 x=0.2 y=0.2 z=0.2 oc.= 0.75 ox=3+<br>Zn1 x=0.2 y=0.2 z=0.2 oc.= 0.25 ox=2+<br>Al3 x=0.4 y=0.4 z=0.4 oc.= 0.90 ox=3+<br>Zn2 x=0.4 y=0.4 z=0.4 oc.= 0.10 ox=2+<br>Al4 x=0.6 y=0.6 z=0.6 oc.= 0.90 ox=3+<br>Zn3 x=0.6 y=0.6 z=0.6 oc.= 0.10 ox=2+<br>Al5 x=0.8 y=0.8 z=0.8 oc.= 0.75 ox=3+<br>Zn4 x=0.8 y=0.8 z=0.8 oc.= 0.25 ox=2+<br>Cu1 x=0.1 y=0.1 z=0.1 oc.= 0.90 ox=2+<br>Cu2 x=0.3 y=0.3 z=0.3 oc.= 0.70 ox=2+<br>Cu3 x=0.7 y=0.7 z=0.7 oc.= 0.70 ox=2+<br>Cu4 x=0.9 y=0.9 z=0.9 oc.= 0.90 ox=2+ |
| $\tau'$    | Estequiometría: CuZn <sub>4</sub><br>Simetría: Hexagonal<br>Parámetros de red: a=2.74 Å, c=4.29 Å<br>Clasificación de Pearson: hP2<br>Grupo espacial: P63/mmc  | Cu1 x=0.333 y=0.666 z=0.25 oc.= 0.20 ox=2+<br>Zn1 x=0.333 y=0.666 z=0.25 oc.= 0.80 ox=2+   |

### 3.4 Preparación metalográfica de la muestra.

En el capítulo 2 se estableció que la preparación de muestras es un factor importante para la obtención de patrones de calidad, es necesario determinar el método adecuado en particular para cada material. Para determinar la preparación metalográfica de muestras de zinalco usando pulido mecánico, se tomó como referencia la preparación realizada por M. Ramos en un trabajo previo [1], que consiste en: desbaste con lija 600, 1000, 1200, 1500 y 2000, seguido de pulido con pasta de diamante de 3  $\mu\text{m}$  y pasta de 1  $\mu\text{m}$ , por un tiempo de 1h con 30 min para cada paso de pulido.

El método descrito por M. Ramos no proporciona patrones con buena nitidez, por lo que se realizaron pruebas en probetas sin deformación, se utilizaron varios tipos de abrasivos y tiempos de preparación, los resultados se evaluaron en función de los valores obtenidos de IQ y CI en el OIM-EBSD.

Cuando se describió el proceso de fabricación de probetas en este capítulo, se mencionó que las probetas se fabrican a partir de una barra de zinalco extruida, la superficie de la barra se lamina en caliente y se maquina sólo en los bordes, por lo que no es necesario usar lija gruesa para desbastar la superficie.

En el capítulo 2 se mencionó que, para aleaciones de bajo punto de fusión en donde el material es relativamente suave, se debe evitar generar daño en la superficie del mismo, por lo que se recomienda comenzar el desbaste con el abrasivo más grueso posible [5]. Se decidió desbastar la superficie con lijas de SiC: 1000, 1500, 2000 y 4000. En este trabajo se utilizó lija SiC comercial, sólo la lija 4000 se compró de la marca Struers.

Cuando se realiza el desbaste de materiales muy suaves como el zinc, las partículas de carburo de silicio más finas tienden a incrustarse en la superficie del material, para remover estas partículas diversos autores recomiendan realizar una limpieza ultrasónica [5]. Para el zinalco, se estableció realizar una limpieza ultrasónica con alcohol etílico por un tiempo de 1 min después de cada paso de desbaste. Es muy importante que después de terminar el desbaste, se lave la muestra y se verifique en el microscopio óptico que las rayas de lija gruesa han sido removidas.

El proceso de pulido se dividió en 3 etapas:

1. Pulido grueso, es aquel en el que el tamaño de los abrasivos está en el intervalo de 9 a 1  $\mu\text{m}$  y se realiza en pulidora de disco.
2. Pulido fino, este tipo de pulido es aquel en el que los abrasivos tienen un tamaño menor a 1  $\mu\text{m}$  y se realiza en pulidora de disco.
3. Pulido final, es el último paso de pulido de la muestra y el tamaño de los abrasivos es menor a 0.06  $\mu\text{m}$  y se realiza en pulidora vibratoria.

En cada paso de pulido se realizó una limpieza ultrasónica en alcohol por 1 minuto. Es necesario utilizar paños limpios y recién cargados, porque el zinalco se raya fácilmente si se pule con paños ya usados; después de utilizar cada paño es necesario lavarlo con un cepillo de dientes y con agua del grifo, para remover el abrasivo y material desbastado que haya quedado en la superficie, después se debe enjuagar con agua desionizada, alcohol y secar con aire caliente. Es importante evitar que se contaminen los paños, por lo que se debe tener higiene y cuidado al manipularlos.

Los paños que se utilizaron para la preparación metalográfica de zinalco son: paño DP-Mol de la marca Struers para el pulido grueso, paños Microcloth de la marca Buehler y DP-Nap de la marca Struers para el pulido fino y pulido final. En estas dos etapas de

pulido se recomienda usar paños de medio pelo o de pelo corto, en especial cuando se pulen aleaciones suaves como el zinalco.

Los abrasivos que se utilizaron en la preparación de muestras de zinalco son: pasta de diamante Leco de 3, 0.5 y 0.1  $\mu\text{m}$ , pasta de diamante Buehler de 1  $\mu\text{m}$  y etilenglicol como dispersante, alúmina  $\gamma$  de 5-1  $\mu\text{m}$ , alúmina  $\alpha$  de 0.3  $\mu\text{m}$ , alúmina  $\alpha$  de 0.05  $\mu\text{m}$  de la marca Buehler, silica coloidal Mastermet de Buehler de 0.06  $\mu\text{m}$  y silica coloidal de la marca Struers de 0.04  $\mu\text{m}$ . En mi experiencia personal, la marca de los consumibles, sólo diferencia a los abrasivos en cuanto al precio del producto, recomendando comprar la marca Struers porque es más económica.

Durante el pulido de muestras de zinalco se presentó el arrastre de material y se formaron huecos en la superficie, de acuerdo con la literatura consultada este fenómeno se presentan bajo cualquiera de las siguientes condiciones:

1. Cuando la velocidad de rotación del plato de pulido es muy alta.
2. Cuando la fuerza aplicada es alta.
3. Cuando el tiempo de pulido son muy largos.

El arrastre de material en zinalco solo se presentó cuando se pule con abrasivos más pequeños que 1  $\mu\text{m}$  y se encontró que la única forma de evitarlo, es pulir suavemente y con el plato de la pulidora fijo.

### **Silica coloidal.**

El uso de silica coloidal fue un tema nuevo para la preparación metalográfica de zinalco, nunca antes se había utilizado este tipo de abrasivo, por lo que fue necesario consultar en la literatura la forma correcta de usarlo.

Lo primero que hay que saber es que la suspensión de silica coloidal tiende a cristalizar si se seca, por lo que es importante que una vez que se haya cargado el paño con silica se continúe agregando un par de gotas cada 30 segundos, se debe realizar esto durante todo el tiempo que dure el pulido para evitar que el paño se seque y la silica cristalice, si cristaliza podría rayar la superficie del metal y dañar el paño. Es necesario que la silica este diluida al 30% con agua destilada.

Para tiempos muy largos de pulido la exposición a la silica coloidal provoca que la superficie de la muestra se ataque, ya que el pH básico de la silica se promueve la formación de hidróxidos, la cual deberá ser removida de la muestra mediante una

limpieza con agua y jabón. El procedimiento de limpieza se debe realizar de la siguiente manera: se debe dejar de añadir silica coloidal 20 segundos antes de que termine el pulido y se debe comenzar a agregar agua destilada con 10 segundos de anticipación directo al paño en la pulidora. Después se debe enjuagar la muestra con agua corriente por varios minutos hasta que la superficie quede bastante limpia, luego enjuagar con etanol y secar con aire caliente.

Vander Voort no recomienda usar de silica Mastermet II de la marca Buehler para preparar muestras para OIM-EBSD, ya que hace tiempo se le agregó un aditivo a este producto para evitar que cristalice, VanderVoort no obtuvo patrones de Kikuchi con buena nitidez al pulir con la silica Mastermet II [5].

### 3.5 OIM-EBSD.

Después de precisar la preparación metalográfica de muestras, se evaluaron las condiciones de operación del MEB para el análisis con la técnica de OIM-EBSD. Los parámetros que se determinaron son: voltaje de aceleración y corriente de prueba.

La determinación de estos parámetros y de las condiciones de barrido del OIM-EBSD se desarrolló en un microscopio Cambridge Leica modelo Stereoscan 440. El análisis mediante OIM-EBSD se realizó con una cámara CCD, acoplada al MEB con la muestra inclinada  $70^\circ$  y software OIM TSL Delphi 1, ver figura 3.4.

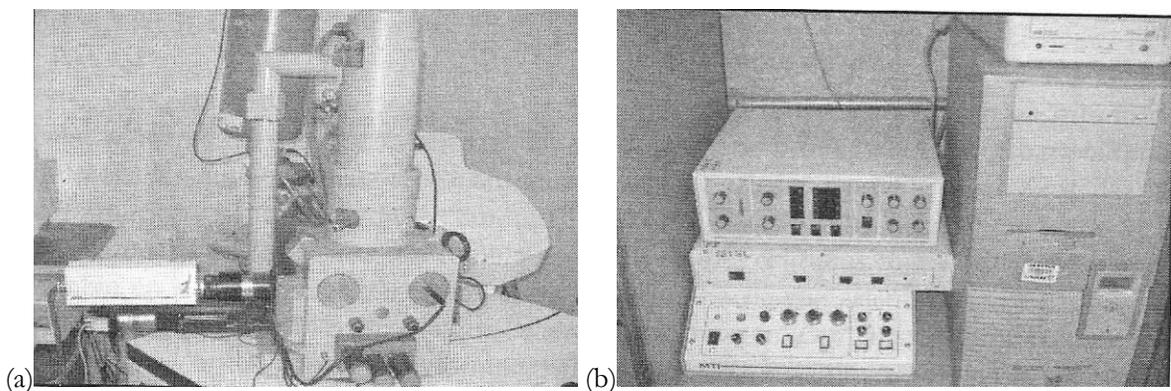


Figura 3.4 (a) Microscopio electrónico de barrido Cambridge Leica Stereoscan 440 del IIM-UNAM y (b) equipo de OIM-EBSD TSL Delphi 1.

Para la reconstrucción de la microestructura se utilizó un ajuste: *Clean Up Neighbour CI correlation*, con un CI mínimo de 0.05.

Para definir un grano en OIM-EBSD, se usó un ángulo de tolerancia de  $15^\circ$ , este valor es el que se recomienda cuando las muestras que se analizan, tienen una deformación severa y pueden presentar la formación de textura [6], se usó un tamaño mínimo de grano de 2.

Después de determinar los parámetros experimentales para la aleación, se caracterizaron las muestras deformadas superplásticamente. El análisis de estas muestras se realizó en un OIM-EBSD acoplado a un Nova Nano SEM230 (FEG-SEM) de la Universidad Rey Juan Carlos en Madrid España y que se presenta en la figura 3.5.

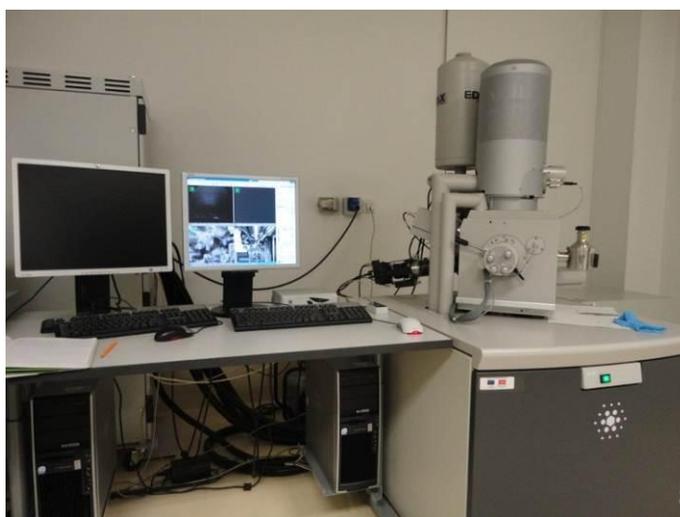


Figura 3.5. Equipo de OIM-EBSD acoplado a un Nova Nano SEM320 (FEG-SEM) de la URJC.

Los parámetros que se utilizaron para realizar los barridos de OIM-EBSD acoplado a este microscopio, son: corriente de prueba 6.1 nA, área de barrido de  $4 \times 4 \mu\text{m}^2$ , *step size* de 0.025, 29693 puntos, 8000 aumentos, voltaje de aceleración 20 kV, tiempo de barrido de 48 minutos y una WD de 14 a 18.

Los parámetros que se utilizaron para dar de alta las fases cristalinas, de la muestra sin deformar en el software de análisis del OIM-EBSD, se presentan en la tabla 3.2 y los parámetros de las fases para la muestra deformada se presentan en la tabla 3.3.

Tabla 3.2 Fases dadas de alta en el OIM-EBSD para la muestra sin deformar.

| Fase | Grupo espacial | Parámetros de red | Reflexiones | Factor de estructura hkl |
|------|----------------|-------------------|-------------|--------------------------|
| Alfa | [m3m]          | a = 4.0447593 Å   | (1 -1 -1)   | 8.5                      |
|      |                |                   | (0 -2 0)    | 7                        |
|      |                |                   | (0 -2 2)    | 4.4                      |
|      |                |                   | (1 -3 1)    | 3.6                      |
| Eta  | [D6h][6/mmm]   | a = 2.6660428 Å   | (0 0 0 2)   | 53                       |
|      |                |                   | (1 0 -1 1)  | 100                      |
|      |                |                   | (1 0 -1 2)  | 28                       |
|      |                |                   | (1 0 -1 3)  | 25                       |
|      |                | c = 4.92007 Å     | (1 1 -2 0)  | 21                       |
|      |                |                   | (1 1 -2 2)  | 23                       |
|      |                |                   | (2 0 -2 1)  | 17                       |
|      |                |                   | (1 0 -1 5)  | 6                        |

Tabla 3.3 Fases dadas de alta para la muestra de deformada.

| Fase | Grupo espacial | Parámetros de red | Reflexiones | Factor de estructura hkl |
|------|----------------|-------------------|-------------|--------------------------|
| Alfa | [m3m]          | a = 4.040399 Å    | (1 -1 -1)   | 8.5                      |
|      |                |                   | (0 -2 0)    | 7                        |
|      |                |                   | (0 -2 2)    | 4.4                      |
|      |                |                   | (1 -3 1)    | 3.6                      |
| Eta  | [D6h][6/mmm]   | a = 2.6684 Å      | (0 0 0 2)   | 53                       |
|      |                |                   | (1 0 -1 1)  | 100                      |
|      |                |                   | (1 0 -1 2)  | 28                       |
|      |                |                   | (1 0 -1 3)  | 25                       |
|      |                | c = 4.8968 Å      | (1 1 -2 0)  | 21                       |
|      |                |                   | (1 1 -2 2)  | 23                       |
|      |                |                   | (2 0 -2 1)  | 17                       |
|      |                |                   | (1 0 -1 5)  | 6                        |

## Referencias del capítulo 3

- [1] Ramos M., Tesis de maestría “Estudio de la deformación superplástica del zinalco en alta rapidez de deformación”, Universidad Autónoma de San Luis Potosí, Maestría en Metalurgia e Ingeniería de Materiales, San Luis Potosí, 2008.
- [2] Ramos M., Martínez E. E., Torres G., “Influencia del Tratamiento Termo-Mecánico en la Deformación Superplástica del zinalco”, Memorias del 32 Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales, 20 al 22 de octubre de 2010. Saltillo, Coahuila.
- [3] Sitio en internet: <http://www.ing.unitn.it/~maud/>
- [4] JCPDS International Centre for Diffraction Data, “*Selected powder diffraction data for metals and alloys: Data book*”. First Edition, Vol. 1 y 2.
- [5] Vander Voort G. F. and Geertruyden W. V. “*Specimen preparation for Electron Backscattered Diffraction*”, [Georgevandervoort.com](http://www.georgevandervoort.com), [http://www.georgevandervoort.com/met\\_papers/EBSD/EBSD\\_specimen\\_Prep\\_Paper.pdf](http://www.georgevandervoort.com/met_papers/EBSD/EBSD_specimen_Prep_Paper.pdf).
- [6] Humphreys F. J., “*Quantitative metallography by electron backscattered diffraction*”, Journal of Microscopy, Vol. 195, pp. 170-185, 1998.

## Capítulo 4 Resultados de la caracterización del zinalco deformado y sin deformar usando diferentes técnicas.

En este capítulo se presenta el análisis y discusión de los resultados de la caracterización de la microestructura con MEB y DRX, que se realizó para conocer toda la información posible acerca de la microestructura de la muestra. Se uso el método de refinamiento Rietveld para determinar los parámetros de red de las soluciones sólidas, que se utilizaron para la indexación de los patrones de Kikuchi. Se definieron los parámetros experimentales para el uso de la técnica de OIM-EBSD y se presentan las modificaciones, que se hicieron al método de preparación metalográfica para obtener patrones con buena calidad. Se realizó la reconstrucción de la microestructura con la técnica de OIM-EBSD para obtener información adicional como por ejemplo la desorientación de los granos.

### 4.1 Caracterización de la microestructura del zinalco usando MEB y de la estructura cristalina usando DRX.

En esta sección se presenta la caracterización de la microestructura de muestras de zinalco tanto deformadas como sin deformar, ya se describió en el capítulo 1 cuales son las fases que corresponden a esta aleación, por lo que se hizo difracción de rayos X para realizar un control y verificar que las fases en mi aleación correspondan con lo esperado. La muestra sin deformación se analizó con microscopia electrónica de barrido para corroborar, que después del tratamiento térmico se obtiene una microestructura homogénea de granos finos y equiaxiados, que es la microestructura necesaria para la deformación superplástica. También se caracterizó la microestructura de la muestra deformada superplásticamente, para determinar si la microestructura presento cambios en cuanto al tamaño y forma de los granos.

#### 4.1.1 Identificación de fases y determinación de los parámetros de red de las soluciones sólidas usando DRX.

Las pruebas de DRX muestran la presencia de las fases  $\alpha$ ,  $\eta$  y  $\tau'$  tanto en las muestras deformadas como sin deformar, en la figura 4.1 se presentan los patrones de difracción de ambas muestras. La fase  $\epsilon$  solo está presente en la muestra sin deformación debido a que, tanto la temperatura como el esfuerzo aplicado promueven la transformación de la fase  $\epsilon$  a la fase  $\tau'$ , mediante la reacción de 4 fases que se describió en el capítulo 1:

$$\alpha + \epsilon \Leftrightarrow \tau' + \eta$$

Si se compara el difractograma de la muestra deformada con la muestra sin deformar, se observa que hay un desplazamiento de los picos de la fase  $\eta$  y de la fase  $\alpha$ , esto indica que tanto los átomos de cobre como los de aluminio y zinc que están en solución podrían estar entrando y saliendo de la red durante la deformación, debido a esto es probable que existan cambios en los parámetros de red de las fases cristalinas presentes en la aleación. Se observa también un cambio en las intensidades de los picos de la fase  $\eta$  lo cual podría sugerir que los granos de esta fase se orientan preferencialmente en una dirección.

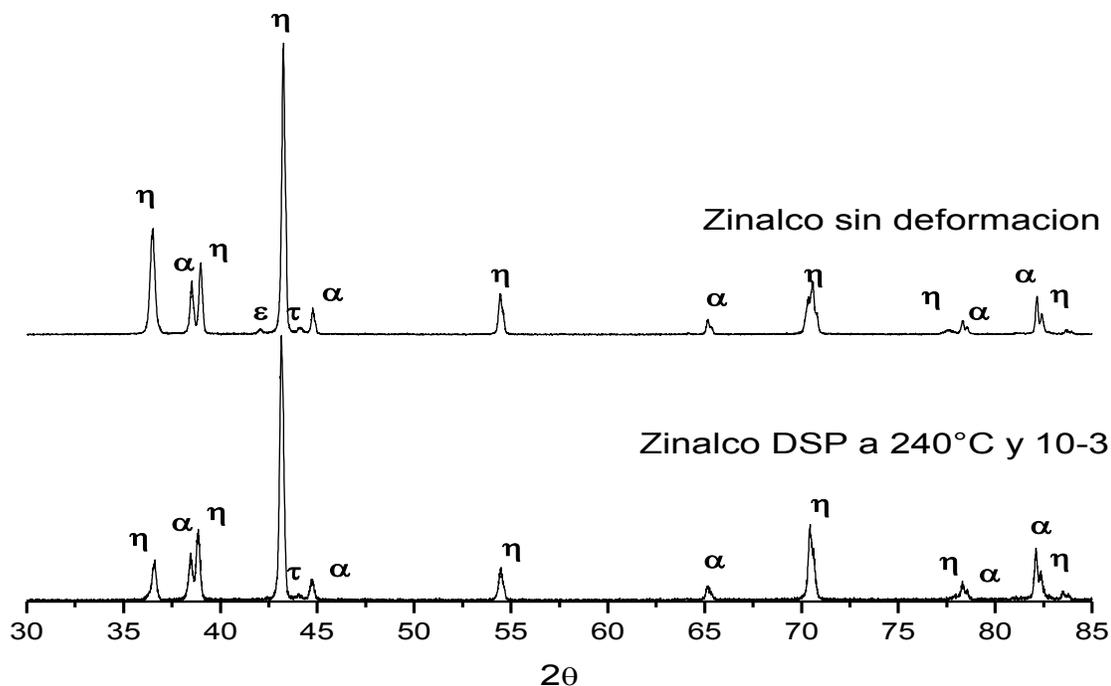


Figura 4.1 En la parte superior de la figura se presenta el patrón de difracción de rayos X de la aleación Zn-21%Al-2%Cu sin deformar y en la parte inferior se presenta el de la aleación deformada superplásticamente a  $240^{\circ}\text{C}$  y  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

### Determinación de los parámetros de red de las soluciones sólidas.

Para tener una caracterización completa de la aleación se realizó el refinamiento de los parámetros de red, mediante el método Rietveld con el programa Maud®, se utilizaron los patrones de difracción de las muestras de Zinalco deformadas y sin deformar.

Como se mencionó en el capítulo 3, en el caso particular del zinalco se han usado hasta ahora los parámetros de red de los metales puros que para aluminio son:  $a = 4.0494 \text{ \AA}$  y para zinc son:  $a = 2.665 \text{ \AA}$  y  $c = 4.947 \text{ \AA}$ , como los de las fases  $\alpha$  y  $\eta$  respectivamente. En la muestra sin deformación se realizó el refinamiento Rietveld para determinar los parámetros de red de las soluciones sólidas.

Los parámetros determinados por este método son más precisos ya que, como puede observarse en la figura 4.2 para la muestra sin deformación, el difractograma obtenido de forma experimental (línea punteada) se ajusta muy bien con el difractograma que resulta del refinamiento (línea continua).

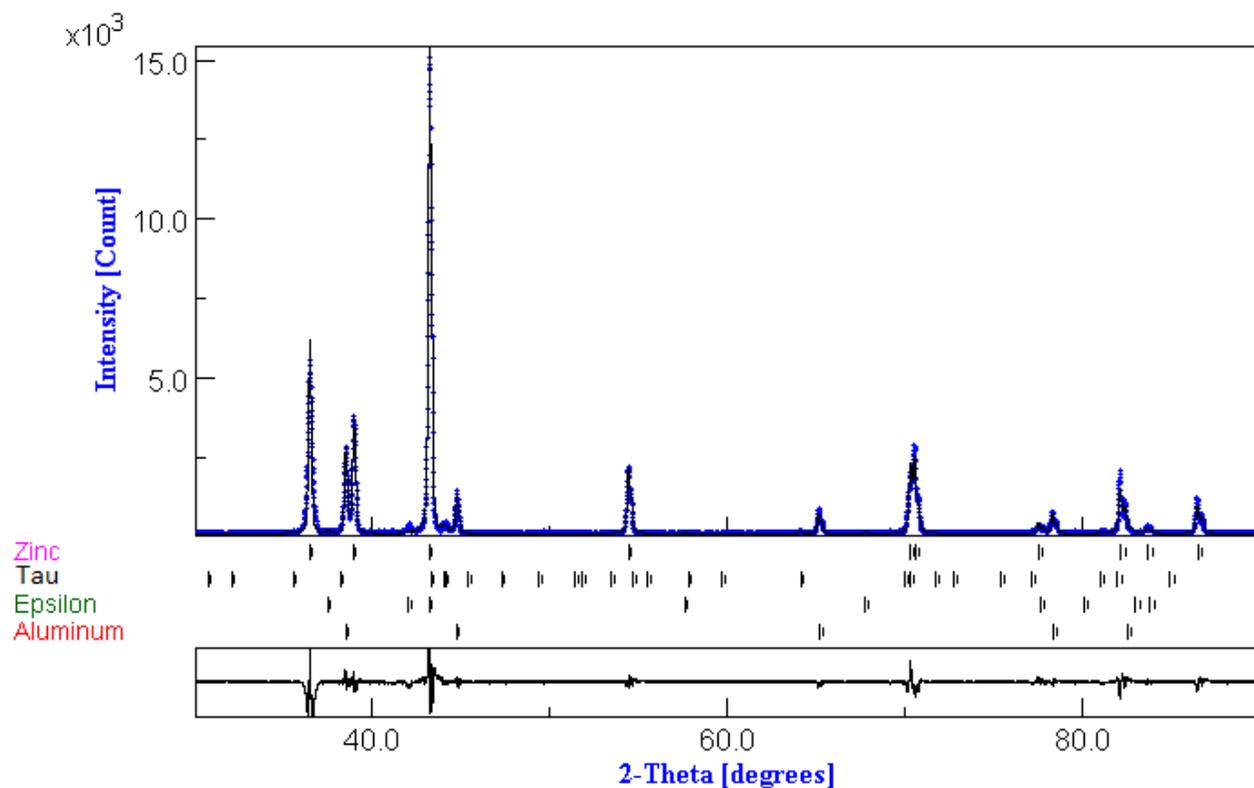


Figura 4.2 Refinamiento Rietveld usando el programa Maud® para la muestra sin deformación.

Se realizó el refinamiento Rietveld en la muestra deformada superplásticamente, en la figura 4.3 se observa un buen ajuste en cuanto a posiciones de picos entre el difractograma experimental y el del refinamiento, sin embargo las intensidades no se ajustan perfectamente, como el valor del parámetro de red esta directamente relacionado con la posición de los picos, entonces el valor del parámetro de red para las soluciones sólidas tendrá un buen ajuste.

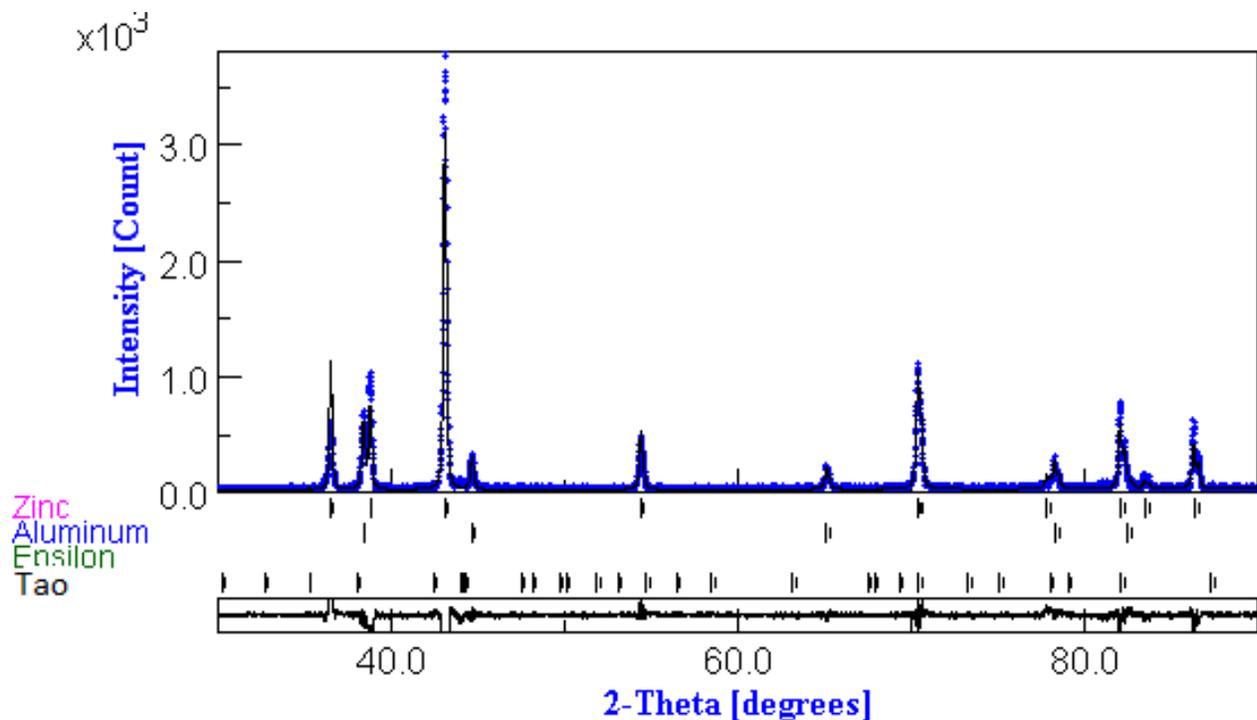


Figura 4.3 Refinamiento Rietveld usando el programa MAUD para la muestra deformada superplásticamente.

Si comparamos los resultados de los parámetros determinados para las soluciones sólidas con los de los metales puros de la tabla 4.1, se observa para la fase alfa una disminución de 0.11% para la muestra sin deformar y de 0.22% para la muestra deformada. Para la fase eta se observa un aumento en el parámetro a de 0.03% en la muestra sin deformar y de 0.12% en la muestra deformada, el cambio más evidente se presenta en el parámetro c que disminuye 0.54% en la muestra sin deformar y 1.014% en la muestra deformada, lo que podría indicar la salida de átomos de Al y Cu de la solución sólida de zinc.

Tabla 4.1 Parámetros de red refinados de las fases  $\alpha$  y  $\eta$  para la muestra sin deformar y la muestra deformada.

| Muestra                 | Fase     | Parámetros de red Å |
|-------------------------|----------|---------------------|
| Metales puros           | aluminio | a = 4.049           |
|                         | zinc     | a = 2.665           |
|                         |          | c = 4.947           |
| Zinalco sin deformación | alfa     | a= 4.044            |
|                         | eta      | a = 2.666           |
|                         |          | c = 4.920           |
| Zinalco deformado       | alfa     | a= 4.040            |
|                         | eta      | a = 2.668           |
|                         |          | c = 4.896           |

#### 4.1.2 Cambios microestructurales observados en la aleación Zn-21%Al-2%Cu con MEB.

En los primeros estudios referentes al fenómeno de superplasticidad, los metales deformados superplásticamente exhibían una gran cantidad de deformación plástica previa a la fractura, sin presentar cambios apreciables en el tamaño y la forma de los granos, tampoco presentaban la formación de un encuellamiento, por lo que no se fue necesario profundizar más en el estudio de la microestructura. Sin embargo, en el caso del zinalco, se logran deformaciones hasta del 1000% pero se presenta la formación de una estricción severa, por esta razón se decidió estudiar su microestructura y analizar 3 zonas que se muestran en la figura 4.4 y son:

- Zona 1 que es la zona más cercana al lugar donde las mordazas de la máquina de tensión sujetan la probeta.
- Zona 2, se refiere a una zona intermedia, si solamente se analiza la mitad de la probeta.
- Zona 3, es la zona más cercana al punto de fractura de la probeta.



Figura 4.4 Zonas de la probeta de zinalco donde se analizará la microestructura.

Como se mencionó en el capítulo 1, la microestructura del zinalco templado está constituida por granos finos y equiaxiados de las fases  $\alpha$  y  $\eta$ , además de regiones ricas en solución sólida de zinc, como se observa en la micrografía de la figura 4.5 (a).

En la micrografía de la zona 1 figura 4.5 (b), se observa que los granos de las fases  $\alpha$  y  $\eta$  comienzan a deslizarse como resultado del esfuerzo y la temperatura aplicados.

Se analizó una segunda zona de la probeta con una deformación mayor en donde el encuellamiento se hace más notable, al analizar la microestructura de esta zona que se presenta en la figura 4.5 (c), algunos granos de ambas fases se deslizaron unos sobre otros orientándose en una dirección que es paralela al eje de tensión, como resultado de este deslizamiento se forma en la superficie un relieve con una orientación preferencial como se ve en (1). También se observan huecos como resultado del fenómeno de cavitación, estos se muestran en (2). Se presentan zonas en donde aparentemente no ha

iniciado el deslizamiento entre granos, por lo que no se observa relieve como se ve en (3).

Se estudió una tercera zona de la probeta, que presenta una gran cantidad de deformación plástica muy cerca de la zona de fractura. Se analizó su microestructura y se presenta en la figura 4.5 (d), se observa que los granos de la fase  $\eta$  aparentemente están alargados y orientados en la dirección de la aplicación del esfuerzo y los granos de la fase  $\alpha$  permanecen equiaxiados. Se presenta un relieve bastante marcado en la microestructura debido a que en esta zona todos los granos se deslizaron.

Se decidió analizar la microestructura en el interior de la muestra deformada, para lo cual la probeta se montó en frío en una resina polimérica, la microestructura se presenta en las figuras 4.6 (a), (b) y (c) que corresponden a las zonas 1, 2 y 3 de la probeta respectivamente. En las 3 zonas se observa que la microestructura está compuesta por granos finos y equiaxiados. En la microestructura de la zona con mayor deformación plástica que se muestra en la figura 4.6 (c), los bordes de grano se observan con más facilidad, ya que fueron revelados como resultado del resbalamiento de los granos, también se observa que algunos están alineados en una dirección paralela al eje de tensión como se ve en (1). Es posible ver que en el interior de la muestra hay una gran cantidad de cavitación que se distingue en (2).

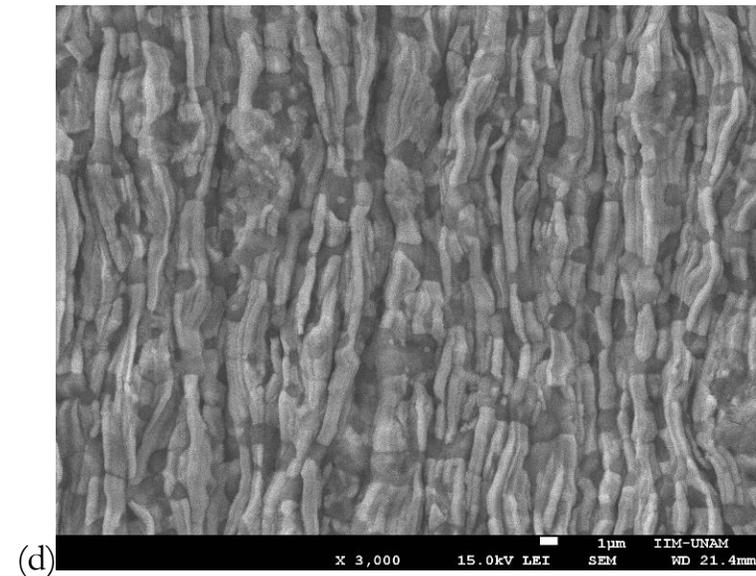
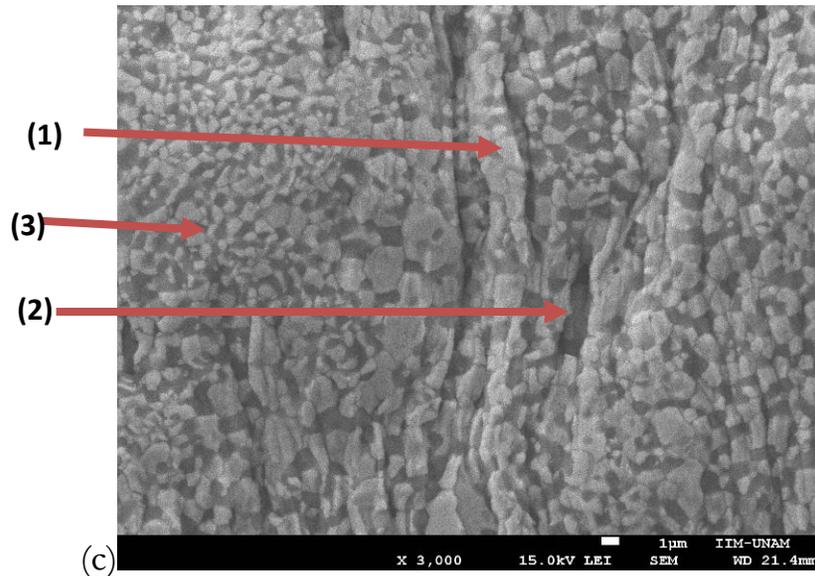
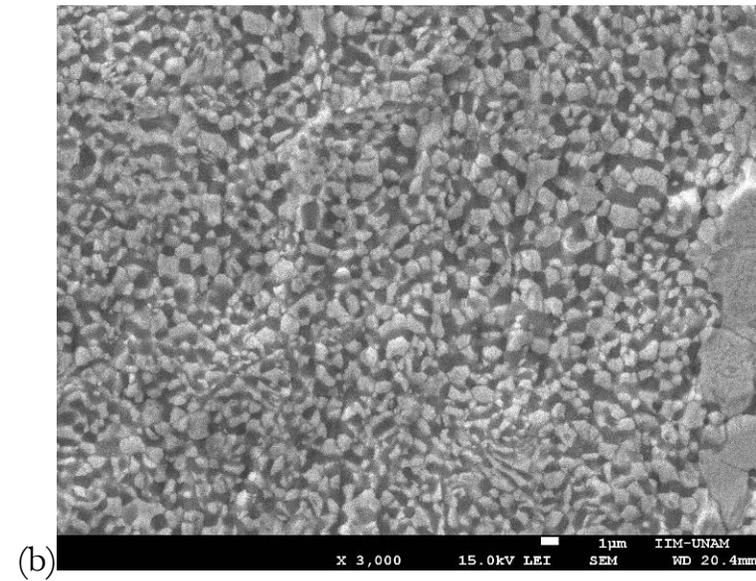
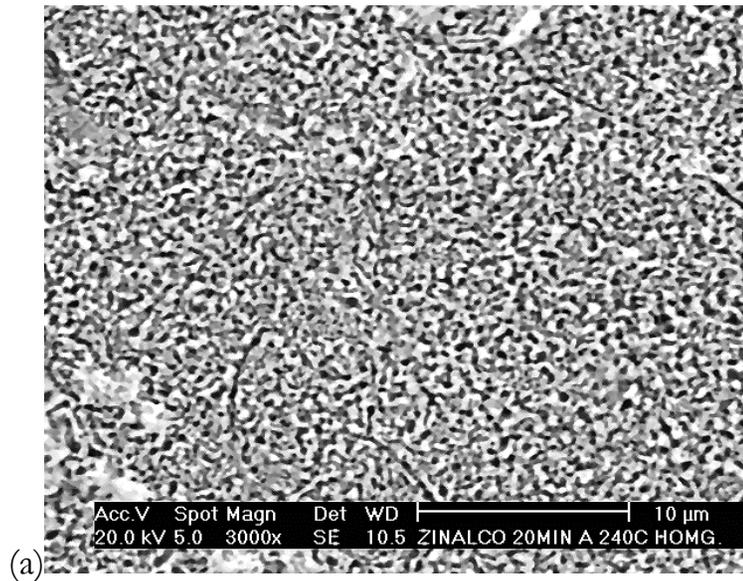


Figura 4.5 (a) Microestructura de la aleación sin deformar, las figuras (b), (c) y (d) corresponden a la microestructura de la muestra deformada en las zonas 1, 2 y 3 respectivamente.

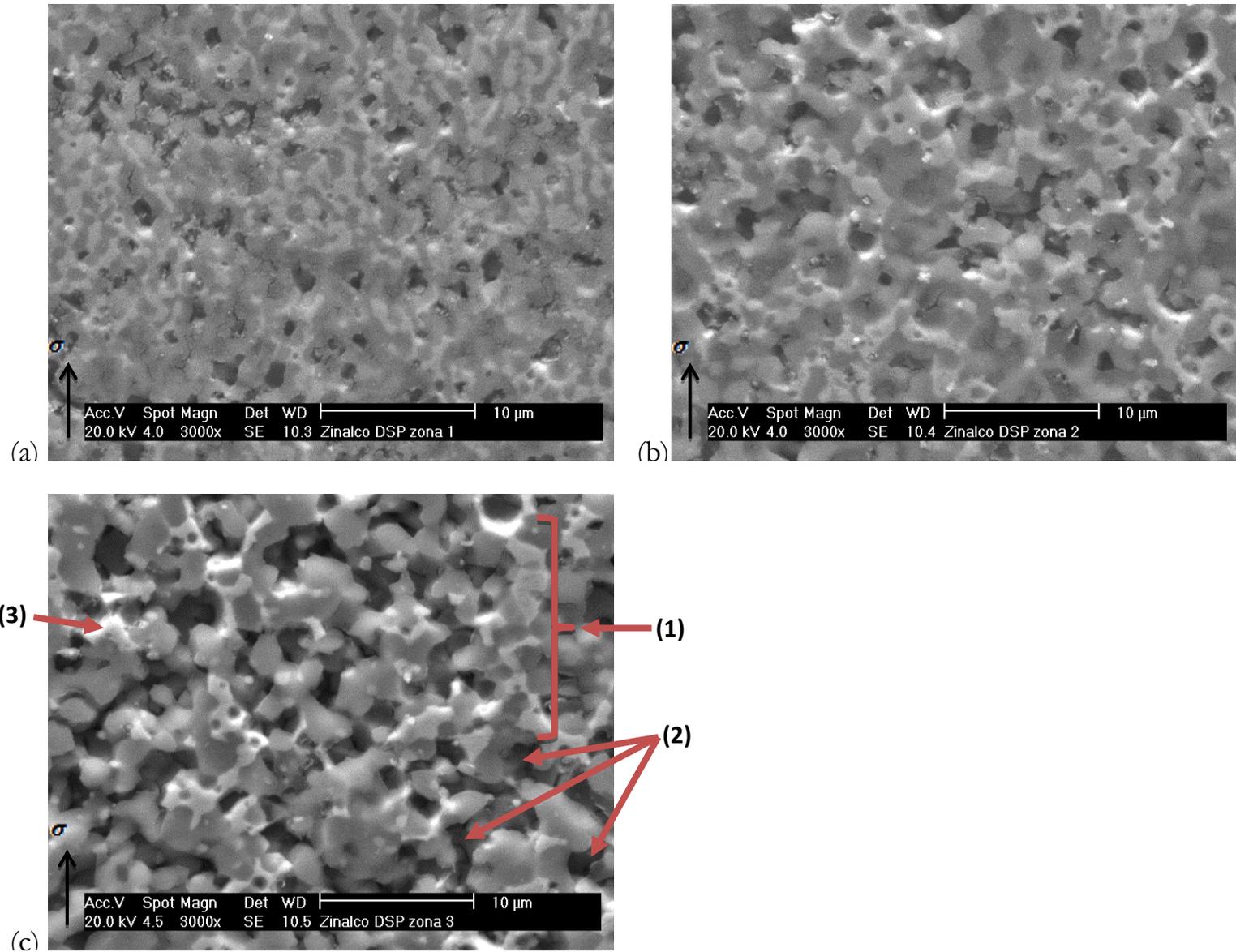


Figura 4.6 Microestructura del interior de la muestra de zinc de deformado que se montó en frío en una resina polimérica (a) Zona 1, (b) Zona 2 y (c) Zona 3.

## **4.2 Determinación de los parámetros para el uso de la técnica de OIM-EBSD.**

Como se mencionó en el capítulo 2, para usar la técnica de OIM-EBSD fue necesario determinar una serie de parámetros experimentales, que me permitieron obtener patrones de Kikuchi bien definidos. En la metodología de este trabajo se planteó una serie de parámetros iniciales que se modificaron de acuerdo a las características del equipo y de la preparación de la muestra, los resultados se describen en esta sección.

El criterio que se usó para evaluar los parámetros experimentales consistió en tomar una serie de imágenes de patrones de Kikuchi e indexarlos con el OIM-EBSD, para evaluar el índice de calidad del patrón (IQ) y el índice de confiabilidad (CI).

Como se dijo en la sección 4.4.1 se debe proporcionar al software de captura toda la información cristalográfica de las fases que constituyen el zinalco, para la determinación de las condiciones de experimentales se usaron parámetros de red que se refinaron para las soluciones sólidas, porque estos parámetros proporcionaron un aumento en el índice de confiabilidad (CI) del 20% para la muestra sin deformar y del 60% para la aleación deformada.

### **4.2.1 Modificaciones realizadas a la preparación metalográfica de muestras para OIM-EBSD.**

Las modificaciones que se realizaron a la preparación metalográfica de muestras se evaluaron usando dos tipos de microscopios, por lo que fue necesario realizar pruebas con cada uno de los equipos que son:

- Microscopio Cambridge Leica modelo Stereoscan 440 de emisión termoiónica del Instituto de Investigaciones en Materiales de la UNAM.
- Microscopio FEG-SEM Nova Nano SEM230 de la Universidad Rey Juan Carlos en Madrid, España.

En la literatura se menciona que es mejor usar un microscopio de emisión por campo para caracterizar la microestructura de aleaciones con un tamaño de grano menor a 1  $\mu\text{m}$ , sin embargo fue posible realizar el análisis con un microscopio de emisión termoiónica.

Debido a que la técnica de OIM-EBSD es reciente, en la literatura existe poca información para la preparación de aleaciones base zinc, se hizo una revisión bibliográfica y se encontró un artículo escrito por Vander Voort [1], en donde se realizó un estudio de preparación metalográfica tomando en cuenta el tipo de aleación; las

recomendaciones que Vander Voort propone para la preparación de aleaciones base zinc son totalmente contrarias a la propuesta que estableció M. Ramos [2], por lo que fue necesario realizar pruebas para determinar las condiciones adecuadas para obtener patrones de calidad.

Respecto al tipo de abrasivo para pulir zinalco se utiliza pasta de diamante [2], pero [1] y [3] recomiendan usar alúmina para pulir zinc y sus aleaciones. En cuanto al tiempo de pulido, M. Ramos recomienda la preparación metalográfica de zinalco con tiempos de 1 h o incluso más, sin embargo, él no obtuvo patrones de calidad. Vander Voort [1] recomienda pulir las muestras durante 5 min como máximo en cada etapa de pulido, si se usa un tiempo mayor se introduce deformación en la superficie del material.

Las pruebas que se realizaron consistieron en determinar el tiempo de pulido y el tipo de abrasivo, las modificaciones que se realizaron a la preparación de muestras en el microscopio Cambridge, respecto al método usado por M. Ramos [2], se presentan en la tabla 4.2 y consisten en:

- Usar alúmina para pulido grueso, fino y final.
- El tiempo de pulido es de 5 min para pulido grueso y fino.
- Para pulido final se usó pulidora vibratoria durante 1 h.

Tabla 4.2 Resultados de IQ y CI para la preparación metalográfica de zinalco para pulido final.

| Muestra  | Alúmina $\mu\text{m}$ |       |      | Pasta de diamante $\mu\text{m}$ |     |     |      |     | Silica $\mu\text{m}$ | IQ     | CI   |
|----------|-----------------------|-------|------|---------------------------------|-----|-----|------|-----|----------------------|--------|------|
|          | 5 a 1                 | 0.3   | 0.05 | 3                               | 1   | 0.5 | 0.25 | 0.1 | 0.06                 |        |      |
| M. Ramos |                       |       |      | 1 h                             | 1 h | --  | --   | --  | ---                  | 25     | 0.02 |
| ZLMPTC1A | 5 min                 | 5 min | 1 h  | --                              | --  | --  | --   | --  | --                   | 130.19 | 0.05 |

En la figura 4.7 se presenta el patrón de difracción que se obtiene con el método usado por M. Ramos [1] y con la preparación metalográfica determinada para el microscopio Cambridge.

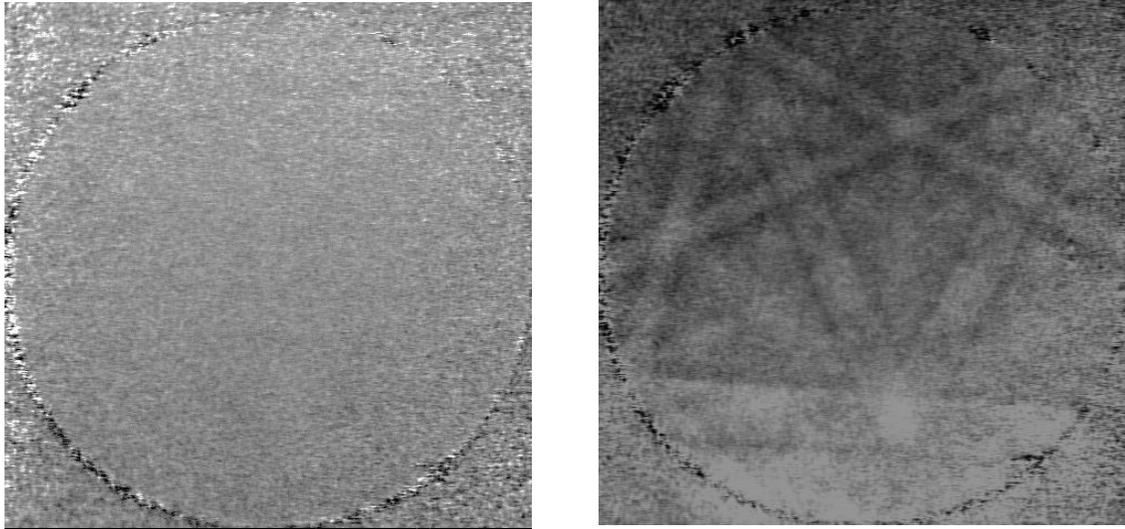


Figura 4.7 Patrones de Kikuchi (a) usando la preparación de M. Ramos y (b) muestra preparada con el método ZLMPTC1A.

El patrón de difracción que se obtuvo muestra bandas de Kikuchi con buena nitidez, un IQ de 130 y un CI de 0.05, en donde aproximadamente el 80% de los puntos se indexaron correctamente.

Se evaluó la preparación metalográfica con el microscopio Nova nano FEG-SEM, en la tabla 4.3 se presentan los resultados de las muestras que se analizaron.

La preparación de la muestra ZLMPTC2P de la tabla 4.3 presenta los mejores resultados de IQ y CI debido a que, hasta este paso se obtiene una superficie con acabado espejo.

Al preparar la muestra ZLMPTC1A en pulidora vibratoria con alúmina de  $0.05\ \mu\text{m}$ , se formó una capa de óxido y los valores de IQ y CI disminuyen. Finalmente se preparó la muestra ZLMPTC1AS para remover la capa de óxido usando silica coloidal de  $0.04\ \mu\text{m}$ , se logró remover la capa de óxido, pero al mismo tiempo la superficie de la muestra se atacó por el pH básico de la silica y se obtuvo un acabado opaco que tampoco proporcionó buenos resultados.

Tabla 4.3 Resultados de la preparación metalográfica de zinalco en el FEG-SEM.

| Muestra   | Lijas SiC |      |      |      | Alúmina $\mu\text{m}$ |       | Pasta de diamante $\mu\text{m}$ | Alúmina $\mu\text{m}$ | Silica coloidal $\mu\text{m}$ | CI /CI Clean UP | IQ       |
|-----------|-----------|------|------|------|-----------------------|-------|---------------------------------|-----------------------|-------------------------------|-----------------|----------|
|           | 1000      | 1500 | 2000 | 4000 | 5 a 1                 | 0.3   | 0.1                             | 0.05                  | 0.04                          |                 |          |
| ZLMPTC1   | X         | X    | X    | X    | 5 min                 | ----  | ----                            | ----                  | ----                          | 0.03/0.04       | 2644.37  |
| ZLMPTC2   | X         | X    | X    | X    | 5 min                 | 5 min | ----                            | ----                  | ----                          | 0.03/0.04       | 2628.37  |
| ZLMPTC2P  | X         | X    | X    | X    | 5 min                 | 5 min | 5 min                           | ----                  | ----                          | 0.08/0.09       | 3154.9   |
| ZLMPTC1A  | X         | X    | X    | X    | 5 min                 | 5 min | 5 min                           | 1 h                   | ----                          | 0.03/0.03       | 3055.96  |
| ZLMPTC1AS | X         | X    | X    | X    | 5 min                 | 5 min | 5 min                           | 1 h                   | 1 h                           | 0.04/0.04       | 2924/.80 |

En adelante la preparación de la muestra ZLMPTC2P será la que se utilizará para la caracterización de la microestructura de muestras de zinalco, con la técnica de OIM-EBSD.

En la figura 4.8 se presentan los patrones de difracción y los mapas de granos para las primeras 3 muestras de la tabla 4.3 en donde no se realiza pulido final. En la figura 4.9 se presentan los patrones de Kikuchi y los mapas de granos para las muestras de la tabla 4.3 que tienen pulido final.

La nitidez de los patrones de difracción mejora al disminuir el tamaño de los abrasivos de pulido, pero solo hasta pulir con pasta de diamante de  $0.1\mu\text{m}$ , como se observa en la figura 4.8 (e), en el mapa de granos de la figura 4.8 (f) se observa una menor cantidad de puntos en blanco (los puntos en blanco son aquellos que no pertenecen a un grano y esto se debe a patrones con mala calidad).

Al pulir con alúmina en pulidora vibratoria disminuye la calidad del patrón de difracción, como se observa en la figura 4.9 (a), el mapa de granos de la figura 4.9 (b) presenta una mayor cantidad de puntos en blanco y se debe a la capa de óxido que se formó en la superficie de la muestra ZLMPTC1A.

La muestra ZLMPTC1AS presenta un patrón de Kikuchi con menor calidad que las demás muestras debido a la formación de óxido en la superficie de la muestra, el mapa de granos que se observa en la figura 4.9 (d) presenta bastantes puntos en blanco.

En conclusión el uso de alúmina y silica coloidal en pulidora vibratoria no mejora la calidad de los patrones de difracción, porque promueve la formación de capas de óxido en la superficie de la muestra.

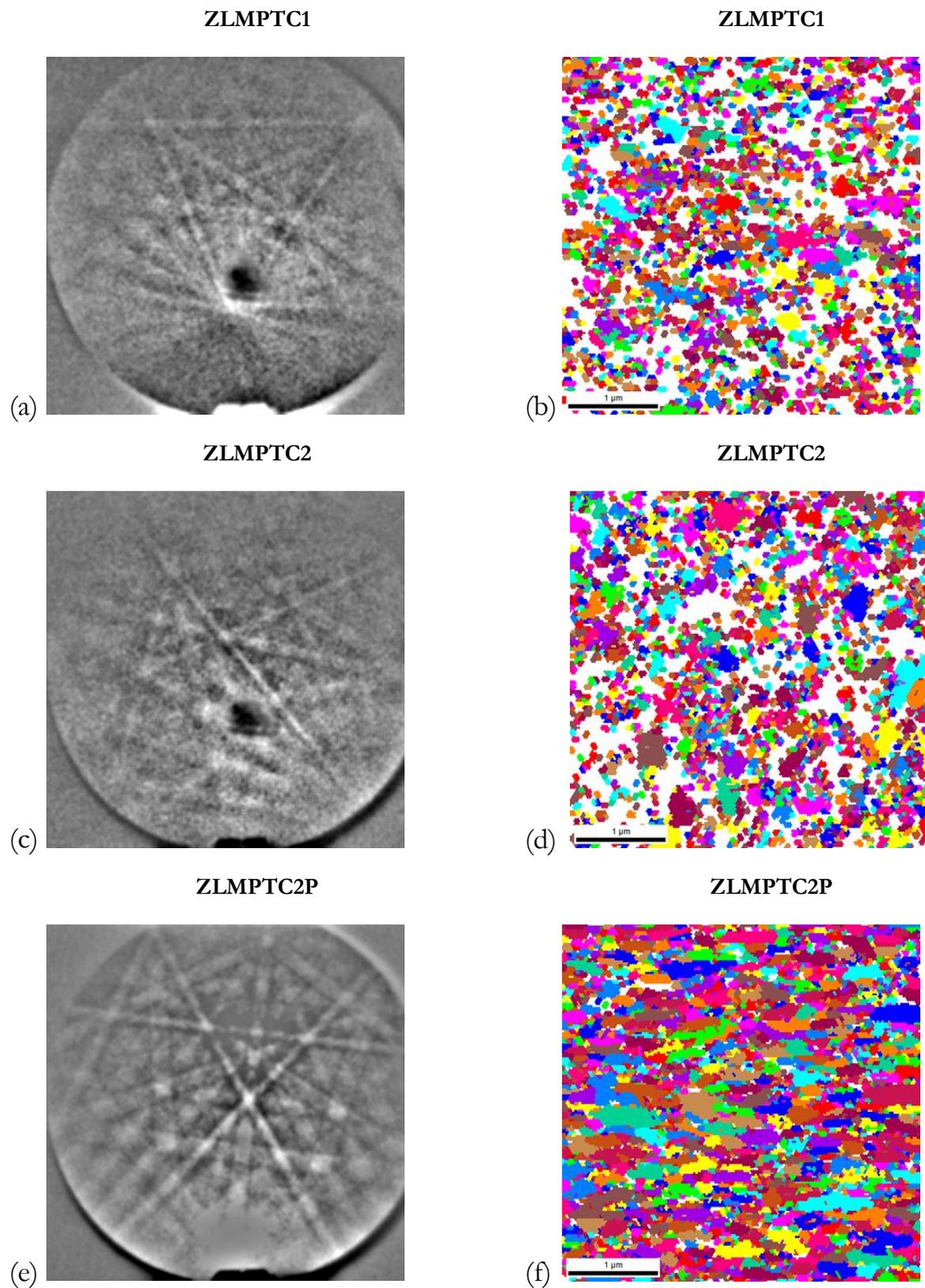


Figura 4.8 Patrón de Kikuchi y mapa de granos de la muestra: (a) y (b) ZLMPTC1, (c) y (d) ZLMPTC2, (e) y (f) ZLMPTC2P, respectivamente.

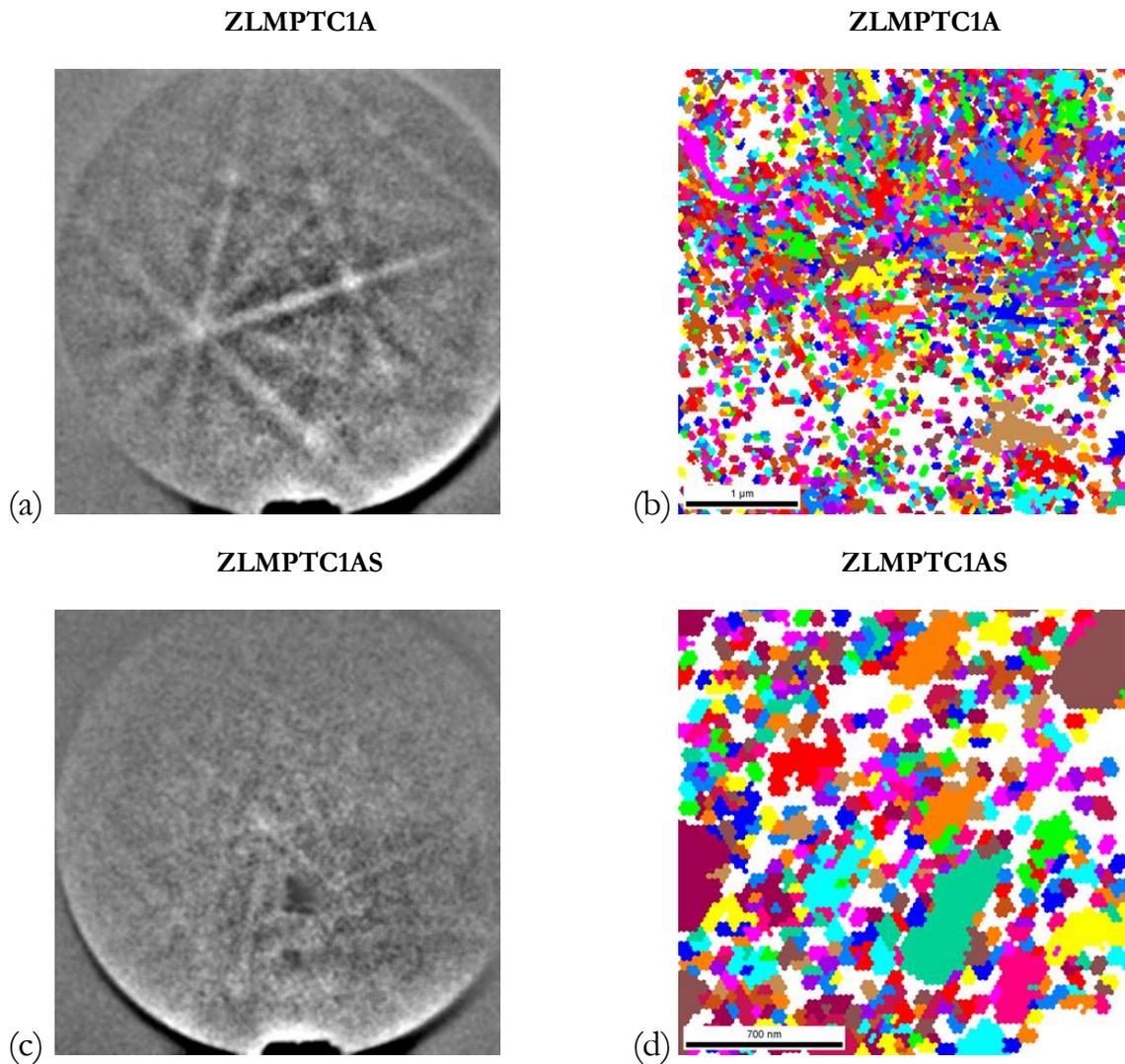


Figura 4.9 Patrón de Kikuchi y mapa de granos de la muestra: (a) y (b) ZLMPTC1A, (c) y (d) ZLMPTC1AS.

#### 4.2.2 Condiciones de operación del MEB

En esta sección se presentan los resultados de las pruebas realizadas en el OIM-EBSD variando las condiciones de operación del MEB que son: voltaje de aceleración y corriente de prueba, con el objetivo de mejorar la nitidez de los patrones de Kikuchi.

Las condiciones de operación se determinaron para dos tipos de microscopios realizando barridos sobre muestras sin deformación y con una preparación metalográfica fija.

En el microscopio Cambridge se utilizó un voltaje de aceleración de 15 kV y una corriente de prueba de 4 nA. Estas condiciones son las que proporcionaron el patrón de

difracción de la figura 4.7. En el microscopio Nova Nano FEG-SEM se utilizaron 20 kV y una corriente de prueba de 6 nA.

### 4.2.3 Condiciones de barrido en el OIM-EBSD.

Se realizaron pruebas con el microscopio Nano Nova FEG-SEM para determinar el tamaño del *step* adecuado para la captura de patrones de difracción, los resultados se muestran en la tabla 4.4. Se inicio con un tamaño de *step* de 0.15  $\mu\text{m}$  para obtener al menos 6 mediciones por grano, considerando un tamaño de grano de 1  $\mu\text{m}$  [2] y se realizó la reconstrucción del mapa de granos de la figura 4.10(a), en el que se observan granos muy pequeños. Se realizó una segunda prueba en la que el tamaño de *step* fue de 0.075 para obtener al menos 13 mediciones por grano, en el mapa de granos se observan granos más definidos, ver la figura 4.10 (b). Se realizó una tercera prueba en la que el tamaño del *step* fue de 0.025 para obtener 40 mediciones por grano, el mapa de granos que se obtuvo se presenta en la figura 4.10 (c) y el tamaño de grano que se determinó con la técnica de OIM-EBSD fue de 0.8  $\mu\text{m}$ .

Tabla 4.4 Condiciones de barrido del OIM-EBSD en el FEG-SEM.

| Barrido  | Step Size ( $\mu\text{m}$ ) | Área de barrido | Aumentos | IQ      | CI / CI Clean Up | Tamaño de grano ( $\mu\text{m}$ ) |              |
|----------|-----------------------------|-----------------|----------|---------|------------------|-----------------------------------|--------------|
|          |                             |                 |          |         |                  | Sin Clean up                      | Con Clean Up |
| ZLMPTC23 | 0.15                        | 20 x 20         | 3000     | 2740.07 | 0.02/0.03        | <b>0.24</b>                       | <b>0.49</b>  |
| ZLMPTC24 | 0.075                       | 10 x 10         | 6000     | 2637.07 | 0.03/0.04        | <b>0.14</b>                       | <b>0.25</b>  |
| ZLMPTC25 | 0.025                       | 4 x 4           | 8000     | 2628.37 | 0.03/0.04        | <b>0.05</b>                       | <b>0.08</b>  |

Se decidió usar un *step* de 0.025, porque con éste valor se obtiene una mayor cantidad de mediciones por grano y también porque en la reconstrucción de la microestructura logra que los granos estén bien definidos.

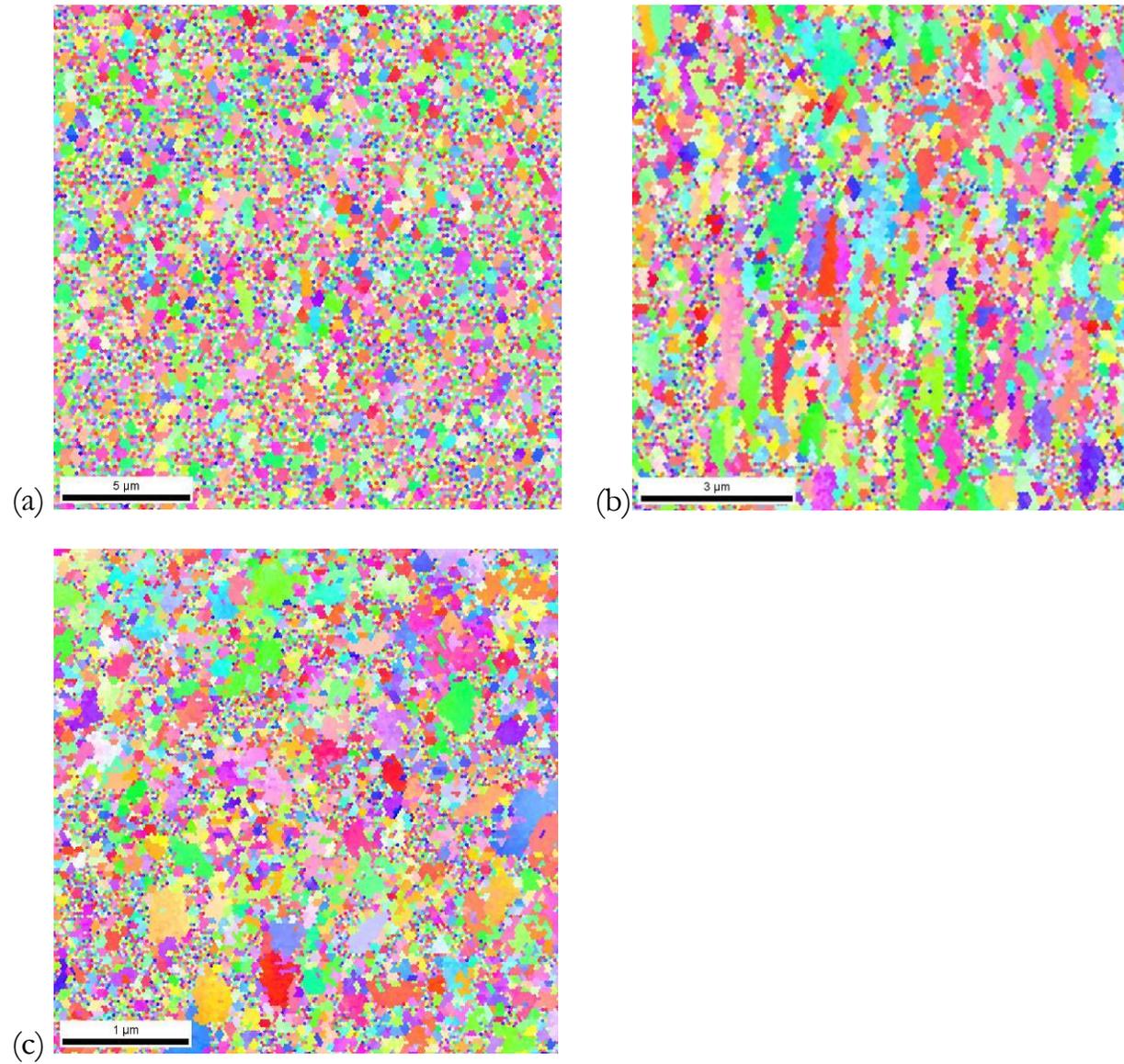


Figura 4.10 Mapa de granos usando un *step size* de: (a) 0.15 μm, (b) 0.075 μm y (c) 0.025 μm.

### 4.3 Reconstrucción de la microestructura de la aleación.

Se realizó la reconstrucción de la microestructura usando los parámetros experimentales determinados en la sección anterior. Para la muestra sin deformación se construyeron mapas de granos y de fases, que representan la microestructura previa a la deformación superplástica. Antes de iniciar el análisis de la muestra sin deformar usando OIM-EBSD, se tomó una imagen de MEB de la muestra inclinada  $70^\circ$ , tal como se usará para el barrido con EBSD, esta micrografía de la microestructura se presenta en la figura 4.11 (a), está constituida por granos orientados y alineados en la dirección de laminación, en esta figura el recuadro de color verde, representa el área sobre la cual se realizó el análisis para la adquisición de datos.

En la reconstrucción del mapa de fases que se presenta en la figura 4.11 (b), a los granos de la fase  $\alpha$  se les asignó el color negro y a los de la fase  $\eta$  el color blanco, de forma análoga a como se observa en la microestructura obtenida en el MEB, en esta micrografía se puede ver que hay zonas de color gris claro que se podría pensar que son un solo grano de la fase  $\eta$  como se ve en (1). La zona (1) en la micrografía de MEB corresponde con la zona (2) del mapa de fases que se presenta en la figura 4.11 (b) se observa que esta zona está formada por granos de ambas fases  $\alpha$  y  $\eta$ . Además en el mapa de granos de la figura 4.11 (c) se observa que esta misma zona en realidad está conformada por grupos de granos muy finos, como se ve en (3).

Uno de los resultados obtenidos con esta técnica, es el tamaño de grano promedio que fue de  $0.08 \mu\text{m}$  y que, es seis veces menor al que se calculó con el método de intersección lineal sobre las micrografías adquiridas en el MEB. La diferencia entre estos resultados se debe, a que se determinó el tamaño de grano usando la micrografía de MEB de una muestra en la que no fue posible hacer un ataque químico para revelar los límites de grano. La técnica de OIM-EBSD permitió distinguir y reconstruir los granos como se observa en el mapa de granos de la figura 4.11 (c).

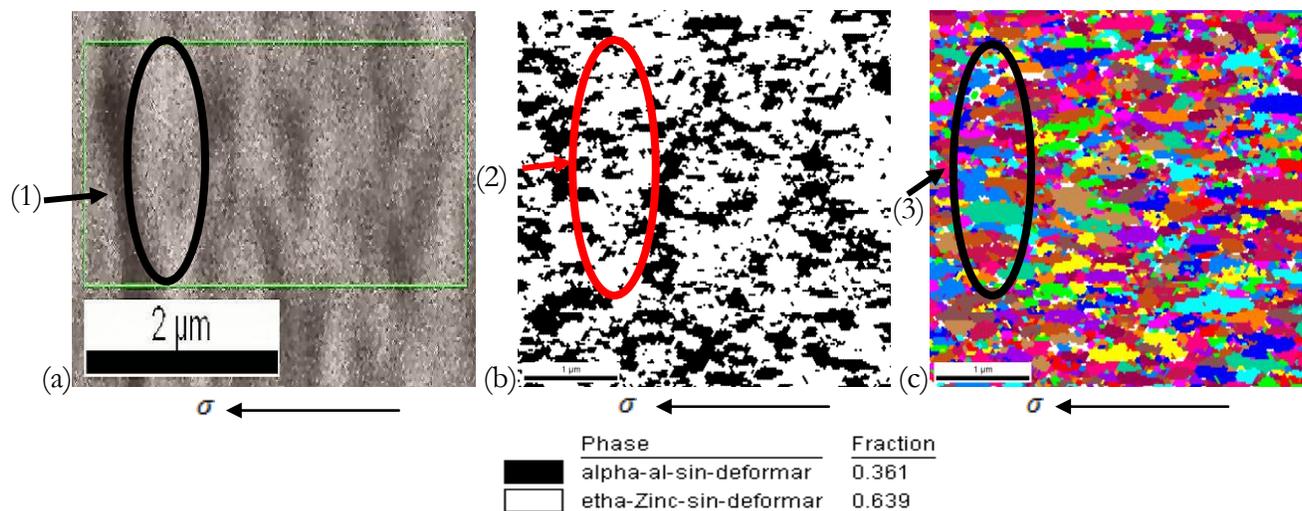


Figura 4.11 Microestructura de la muestra sin deformar: (a) micrografía de MEB, (b) mapa de fases y (c) mapa de granos.

Se realizó la reconstrucción de la microestructura de la muestra deformada, que se encuentra inclinada  $70^\circ$ , la inclinación de la muestra hace posible apreciar detalles que no se observaron en la micrografías de la sección 4.1.2,. Analizaremos la zona con mayor deformación y que está muy cerca del área de fractura, ya que es representativa de lo que se observó en toda la muestra.

En la micrografía de la figura 4.12 (a) se observan granos equiaxiados que parecen estar agrupados, estos granos se pueden asociar con las zonas oscuras en el mapa de fases de la figura 4.12 (b), por lo que estos deben corresponder a la fase  $\alpha$ . El tamaño de grano promedio es aproximadamente de  $1 \mu\text{m}$ . de acuerdo con el mapa de granos de la figura 4.12 (c),

Se analizó otra zona de la muestra deformada, se selecciono lo que parecía ser un grano alargado y alineado de la fase  $\eta$ , una ampliación de esta zona se presenta en la micrografía de la figura 4.13 (a). En el mapa de fases de la figura 4.13 (b) se observa que esta zona está constituida, en realidad por granos de las fases  $\alpha$  y  $\eta$ . En el mapa de granos de la figura 4.13(c) se observa que el tamaño de estos granos es muy fino.

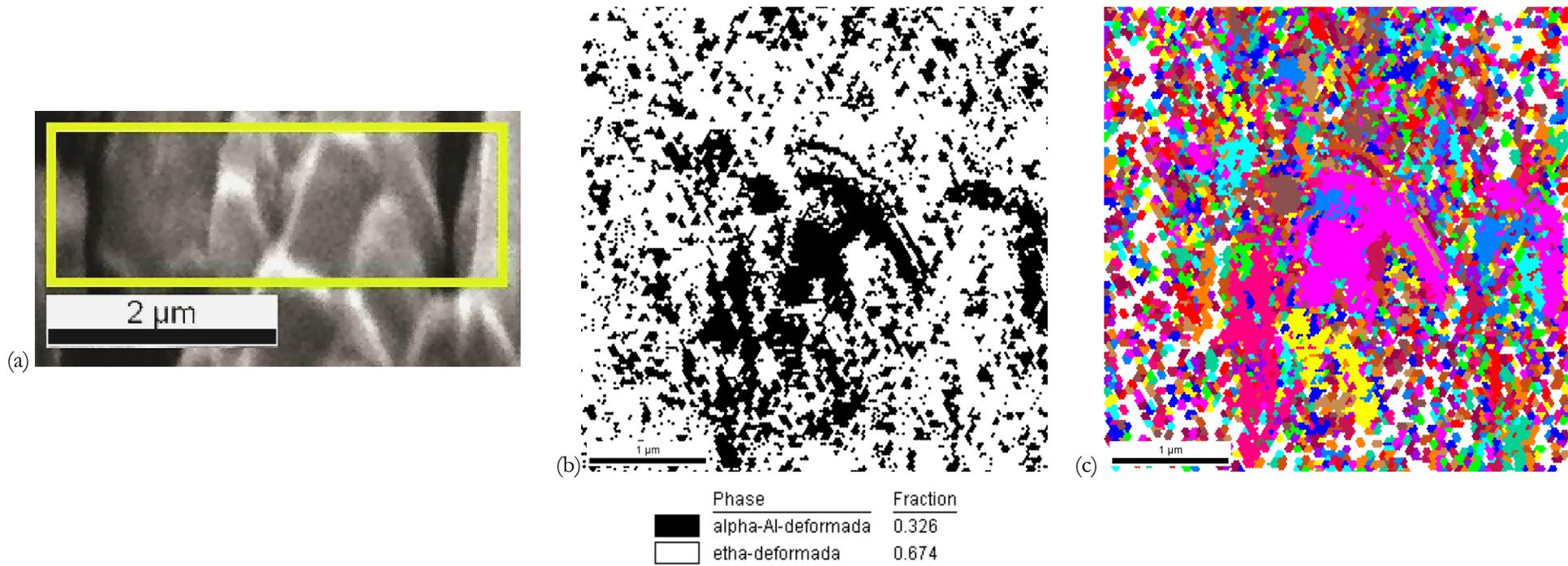


Figura 4.12 (a) Micrografía de la muestra en la zona con mayor deformación, (b) mapa de fases y (c) mapa de granos.

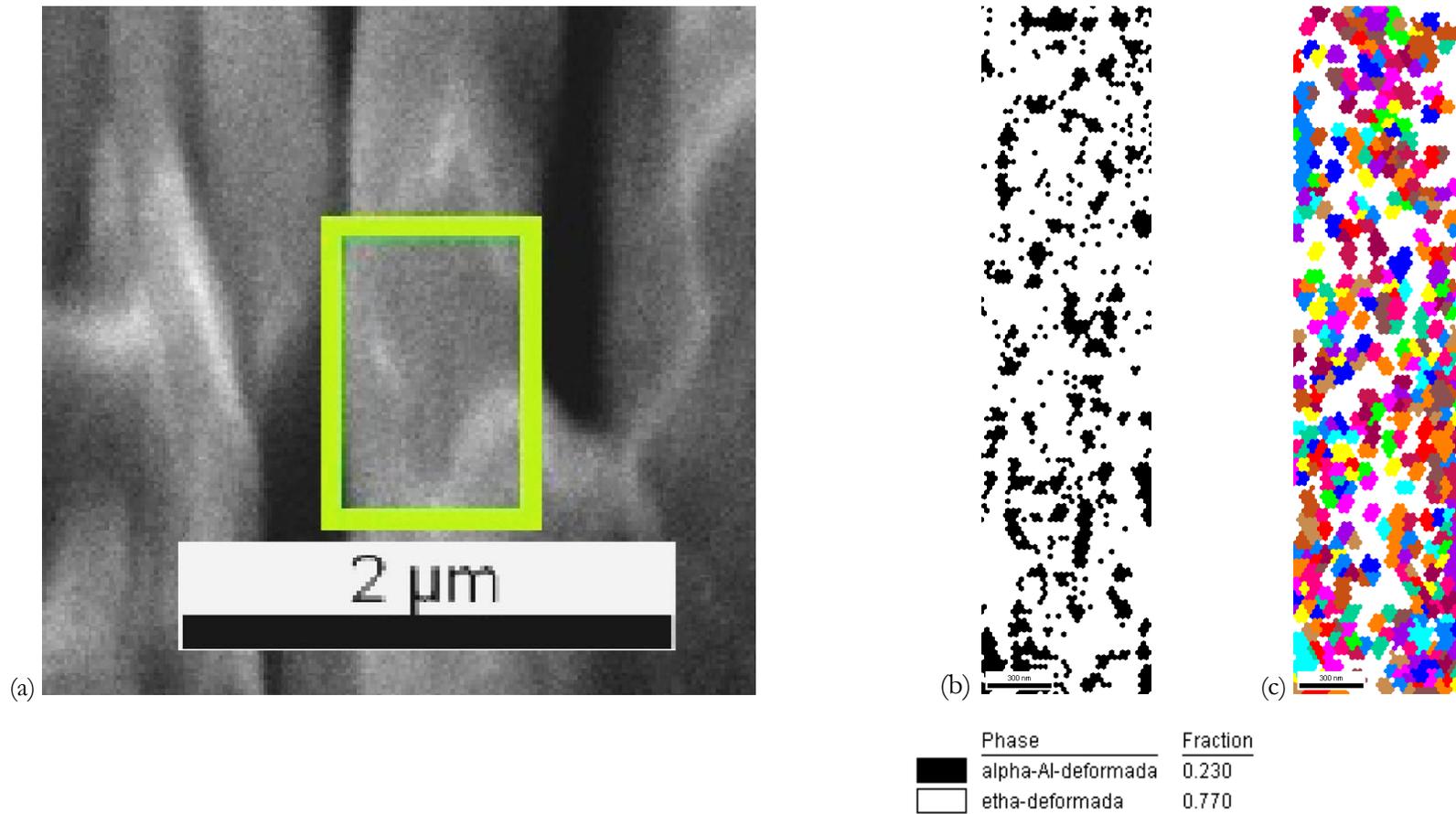


Figura 4.13 (a) Micrografía de la muestra en la zona con mayor deformación segundo análisis, (b) mapa de fases y (b) mapa de granos.

## Distribución de ángulos de desorientación.

La desorientación entre granos puede analizarse en una grafica, de fracción de granos en función de los ángulos de desorientación. Mackenzie en 1958, determinó mediante un proceso de simulación, que los granos de un cristal orientados de forma aleatoria, tienen una distribución estadística parecida a la distribución Gaussiana pero sesgada a la derecha, para policristales cúbicos, a esta se le llamó distribución teórica de Mackenzie, la cual se presenta en la figura 4.14.

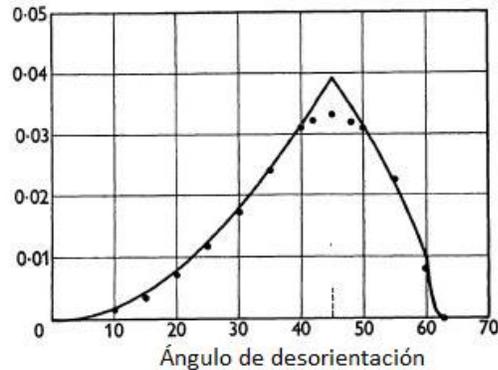


Figura 4.14 Distribución de ángulos de desorientación teórica para cristales cúbicos [4].

Recientemente esta distribución teórica se relacionó con el comportamiento superplástico de aleaciones de aluminio [5, 6], debido a que los granos tienen una distribución de ángulos de desorientación aleatoria, promueven un mecanismo de resbalamiento de bordes de grano (GBS) es decir, los granos se deslizan unos sobre otros sin deformarse, este mecanismo es el responsable del comportamiento superplástico en aleaciones metálicas. En el capítulo 1 se mencionó que, uno de los requerimientos para obtener un comportamiento superplástico es, que la microestructura este constituida en su mayoría por granos con desorientaciones mayores a  $15^\circ$ , en el caso de cristales cúbicos el resbalamiento de los granos se favorece cuando se tiene una desorientación de  $45^\circ$ .

La distribución de ángulos de desorientación para aleaciones cuyas fases tienen estructura hexagonal, se presenta en la figura 4.15 [7]. Hasta ahora los estudios que han realizado para materiales con este tipo de estructura son principalmente para aleaciones de Mg deformados superplásticamente. En estos trabajos, el mecanismo de resbalamiento de bordes de grano, se asocia a la distribución de ángulos de desorientación que se muestra en la figura 4.15, en esta figura se puede observar que se tienen en su mayoría desorientaciones mayores a  $15^\circ$ , el ángulo que facilita el resbalamiento de los granos para este tipo de estructura es  $93^\circ$ . Cuando se tiene textura

en los planos basales, estas aleaciones presentan una distribución de ángulos de desorientación, que se caracteriza por presentar un máximo en  $32^\circ$ , como se observa en la figura 4.15.

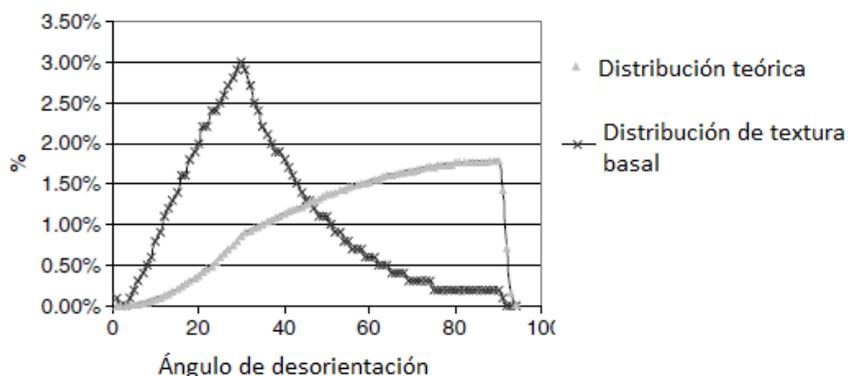


Figura 4.15 Distribución de ángulos de desorientación teórica para cristales hexagonales [7].

Debido a que es más fácil comparar los resultados obtenidos, con las distribuciones teóricas y a que el software de análisis nos permite separar los datos, se analizaron los cambios en la distribución de ángulos de desorientación para cada fase. Este estudio se realizó tanto en el interior como en la superficie de la muestra deformada, revisaremos primero los cambios en el interior que se presentan en la figura 4.16 para cada una de las 3 zonas de la probeta.

En las zonas menos deformadas de la probeta se observa que para las fases  $\alpha$  y  $\eta$ , la distribución de ángulos de desorientación que se muestra en las figuras 4.16 (a), (b), (c) y (d), es muy similar a la distribución teórica propuesta para cada una de las fases. Esto indica que los granos están orientados al azar y que pueden resbalar más fácilmente. Estos resultados corresponden con la microestructura observada en las mismas regiones de la probeta y que se presentaron en las figuras 4.6 (a) y (b), en donde se observan granos finos y equiaxiados que no parecen tener una orientación preferencial.

En la zona 3 que corresponde a la zona de la probeta con mayor deformación y cercana a la fractura, la distribución de ángulos de desorientación para ambas fases no es aleatoria, como se puede observar en las figuras 4.16 (e) y (f), en donde se muestra un aumento en la fracción de desorientaciones entre bordes de granos  $<5^\circ$ , este aumento indica que hay mayor coherencia en los bordes de grano y que los granos resbalan con mayor dificultad. Este resultado podría asociarse con un arreglo de granos como los que se observa en la región (1) de la micrografía de la figura 4.6 (c), en donde se ven algunos grupos de granos que parecen estar alineados, de manera que sus bordes forman regiones coherentes entre sí.

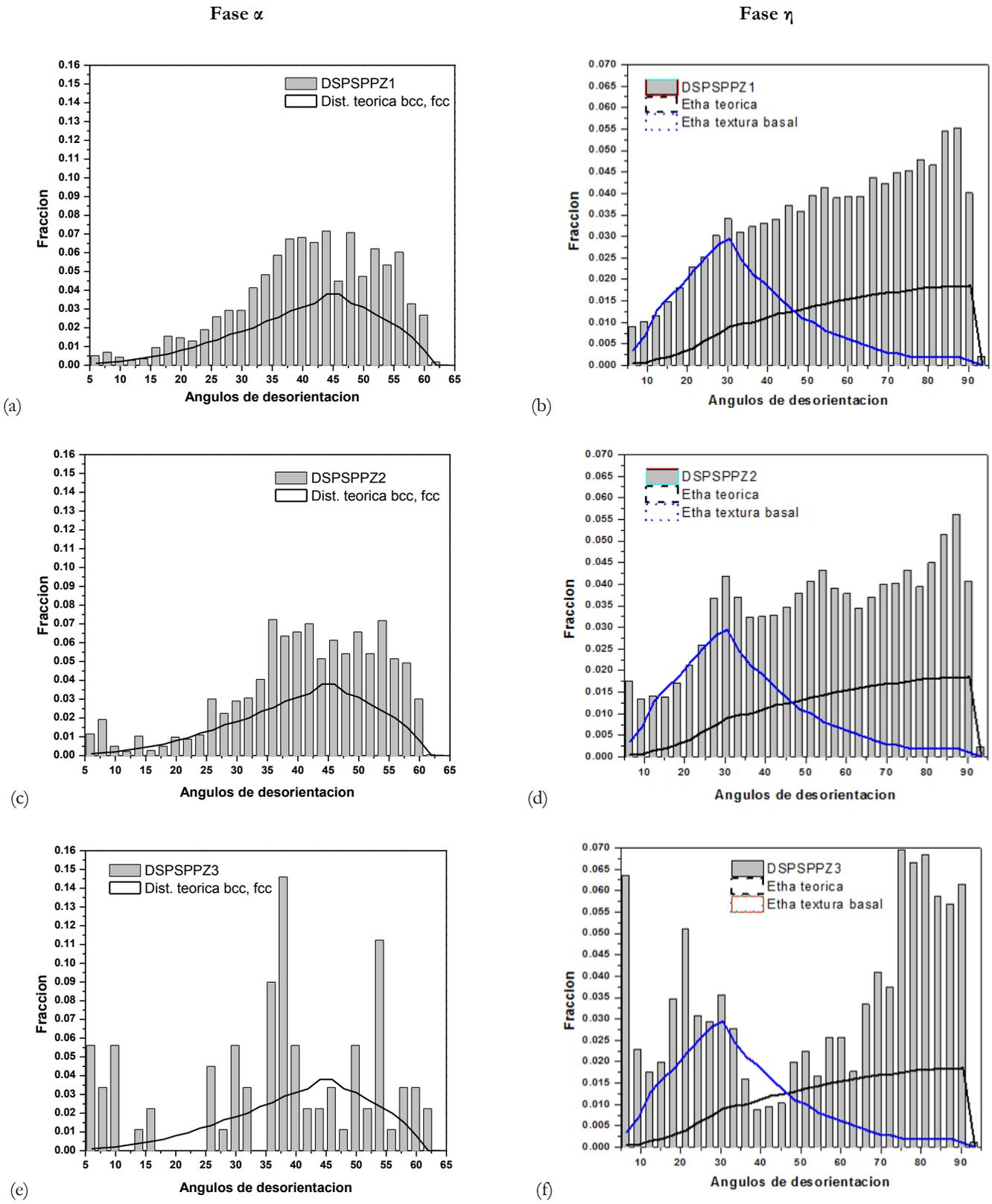


Figura 4.16 Ángulos de desorientación en el interior de la muestra, para las fases  $\alpha$  y  $\eta$ : (a) y (b) Zona 1, (c) y (d) Zona 2, (e) y (f) Zona 3.

Se analizó también la distribución de ángulos de desorientación sobre la superficie de la muestra deformada y se presenta en la figura 4.17.

Para las fases  $\alpha$  y  $\eta$  se observa que, en las zonas 1 y 2 que corresponden a las zonas de la probeta con menor deformación, se obtiene una distribución que no sigue la tendencia de la distribución teórica para cada una de las fases, ya que se presentan orientaciones preferenciales, ver las figuras 4.17 (a), (b), (c) y (d). Estas orientaciones preferenciales se acentúan aún más en la zona con mayor deformación, que se presenta en las figuras 4.17 (e) y (f). Estas orientaciones preferenciales podrían asociarse los que se observó en las micrografías de las figuras 4.5 (c) y (d), en donde se distinguen zonas en donde algunos granos se orientan preferencialmente, estos granos podrían resbalar con mayor o menor dificultad, pero no resbalaran de la misma forma que los demás y en consecuencia se obtiene un proceso de deformación que no es homogéneo.

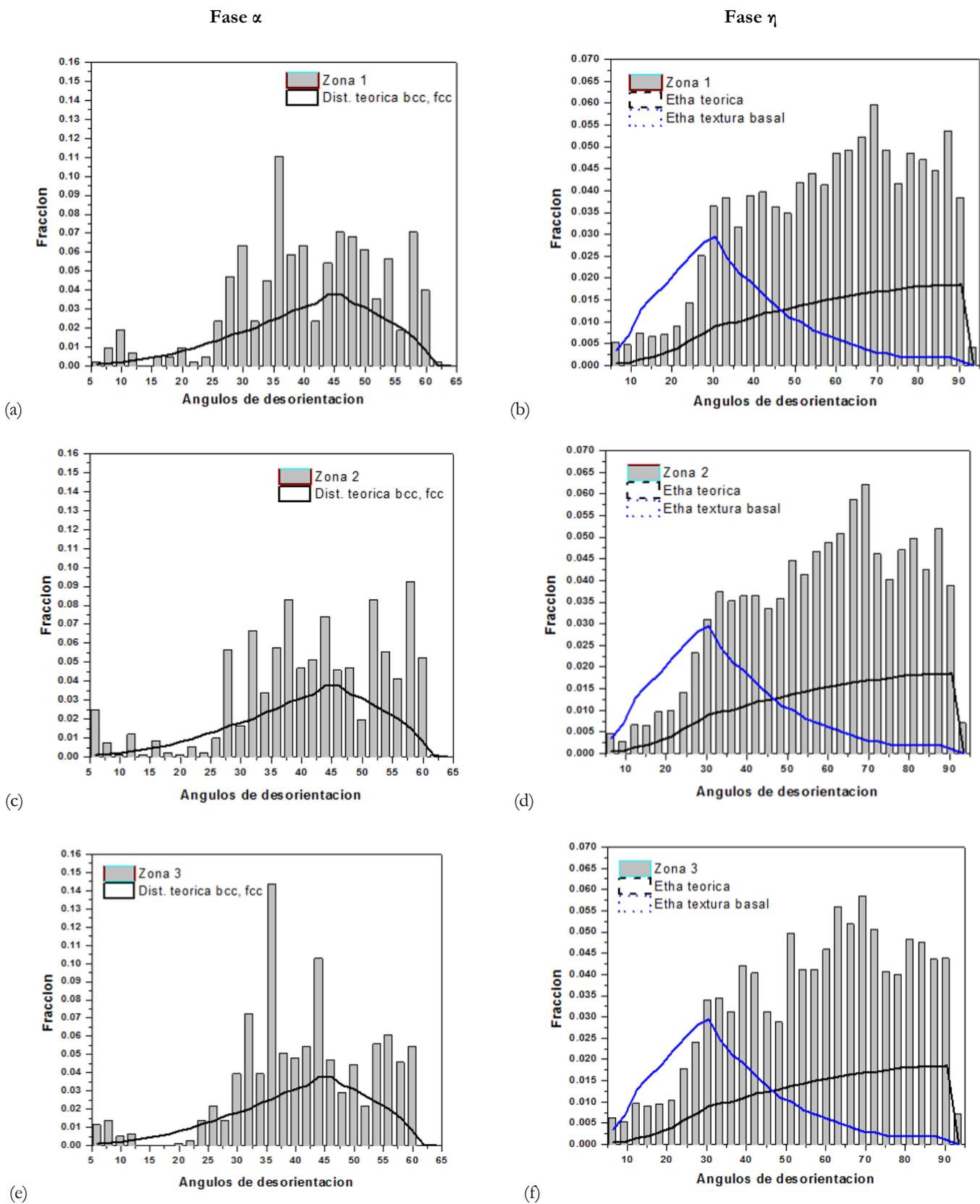


Figura 4.17 Ángulos de desorientación en la superficie de la muestra, para las fases  $\alpha$  y  $\eta$ : (a) y (b) Zona 1, (c) y (d) Zona 2, (e) y (f) Zona 3.

## Referencias del capítulo 4.

[1] Vander Voort G. F. and Geertruyden W. V. “*Specimen preparation for Electron Backscattered Diffraction*”, Georgevandervoort.com, [http://www.georgevandervoort.com/met\\_papers/EBSD/EBSD\\_specimen\\_Prep\\_Paper.pdf](http://www.georgevandervoort.com/met_papers/EBSD/EBSD_specimen_Prep_Paper.pdf).

[2] Ramos M., Martínez E. E., Torres G., “Influencia del Tratamiento Termo-Mecánico en la Deformación Superplástica del Zinalco”, Memorias del 32 Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales, 20 al 22 de octubre de 2010. Saltillo, Coahuila.

[3] Vander Voort G. F., “*Metallography principles and practice*”, 2a Ed., Edit. The Materials Information Society, pp. 101-102, 1999.

[4] Mackenzie J. K., “*Second paper on statistics associated with the random disorientation of cubes*”, Biometrika, Vol. 45, pp. 229-240, 1958.

[5] Huang J. C., “*EBSD Study on grain boundary characteristics in fine-grained Al alloys*”, Scripta materialia, Vol. 43, 213-220, 2000.

[6] McNelley, T. R., “*An investigation by Interactive Electron Backscatter Pattern Analysis of Processing and Superplasticity in an Al-Mg alloy*”, Metallurgical and materials transactions, Vol. 28, 1879.

[7] Wang Y. N. and Huang J. C., “*Comparison of grain boundary sliding in fine grains Mg and Al alloys during superplastic deformation*”, Scripta Materialia, Vol. 48, pp. 1117-1122, 2003.

# Conclusiones

La técnica de OIM-EBSD permitió obtener información adicional de la microestructura del zinalco, que complementó la información que se obtuvo con las técnicas de MEB y DRX. Estos resultados proporcionaron información como: tamaño de grano, ángulos de desorientación, además de otra información que no se incluyó en este trabajo y que podría ser usada para el estudio de los mecanismos que actúan durante la deformación superplástica, para el caso específico del zinalco.

Se detallaran a continuación algunas de las contribuciones más importantes de este trabajo:

- La información de las fases cristalinas que se obtuvo con el método de refinamiento Rietveld, permitió obtener una mejora del 60% en la confiabilidad de los resultados para la muestra deformada y del 20% para la muestra sin deformar.
- Las modificaciones realizadas a la preparación metalográfica, que se hicieron tomando en cuenta el tipo de material, permitió obtener patrones de Kikuchi con un  $IQ=3154$  y  $CI=0.09$ . Se requiere de un valor de  $IQ$  mayor a 3000, para que el patrón de Kikuchi tenga buena calidad. Obtener un valor de  $CI$  de 0.09 significa que más del 99% de los patrones de Kikuchi se indexaron correctamente.
- La técnica de OIM-EBSD permitió estimar el tamaño de grano de la aleación, lo cual sólo había sido determinado sobre una muestra en la que los bordes de grano no se revelaron mediante ataque químico.
- Con MEB se observaron granos de la fase  $\eta$  que parecían estar alargados, sin embargo, en los mapas de fases y de granos obtenidos con la técnica de OIM-EBSD, se determinó que esa zona está formada por granos finos de las fases  $\alpha$  y  $\eta$ .
- Los resultados obtenidos de las gráficas de distribución de ángulos de desorientación obtenidas con el OIM-EBSD, combinado con el análisis de las micrografías obtenidas con MEB, permitieron determinar que en la zona con mayor deformación algunos grupos de granos se orientan preferencialmente, lo cual indica que algunos granos resbalan con mayor facilidad que otros y en consecuencia el proceso de deformación no será homogéneo.

- Los cambios observados en la distribución de ángulos de desorientación de los granos para cada zona de la probeta deformada, corresponden con las observaciones realizadas en las micrografías de MEB, en los mapas de granos y mapas de fases del OIM-EBSD.

OIM-EBSD es una técnica que permitió realizar el análisis de la desorientación de los granos, sobre un área de la que se obtuvieron aproximadamente 3000 patrones de Kikuchi, también permitió procesar rápidamente toda la información en forma de mapas y gráficos. Realizar un análisis similar con otras técnicas como TEM consumiría una cantidad de tiempo mucho mayor e implicaría un diseño experimental más complejo, tanto para la adquisición de datos como para el análisis de los resultados.