

CARACTERIZACIÓN DE TEXTURA EN ALEACIONES DE ALUMINIO A TRAVÉS DE LA TÉCNICA EBSD.

M. Romero

Universidad Nacional Experimental de Guayana. Puerto Ordaz. Venezuela. joromero@uneg.edu.ve

M. Velandia

Universidad Nacional Experimental de Guayana. Puerto Ordaz. Venezuela. mvelandi@uneg.edu.ve

L. Gómez

Universidad Nacional Experimental de Guayana. Puerto Ordaz. Venezuela. lgomez@uneg.edu.ve

RESUMEN

Cuando se deforma un metal policristalino plásticamente se modifican las orientaciones de la red, tomando orientaciones preferenciales en las que ciertas direcciones se alinean con las direcciones principales de flujo plástico del metal. A la naturaleza de estas orientaciones preferenciales se le denomina textura de deformación, que se alcanza al final, es característica del metal y del tipo de flujo que ha sufrido. En este trabajo se presenta una revisión documental de la técnica EBSD (Difracción de Electrones Retrodispersados) para el análisis de la textura de materiales policristalinos y su aplicación experimental en muestras de aleaciones de aluminio AA-3003 (Al-Mn), laminadas en frío. La textura del material se analiza a través de figuras polares, en las cuales se muestran los planos y direcciones preferenciales durante la deformación. De los resultados obtenidos se evidencia la respuesta anisotrópica del material durante la laminación.

Palabras clave: EBSD, textura, anisotropía, laminación.

ABSTRACT

When a polycrystalline metal is plastically deformed the network takes a preferential orientation, in which certain directions are aligned with the main directions of plastic flow of metal. The nature of these orientation is called preferential texture distortion, and it is characteristic of metal and the type of deformation it has suffered. We present a review of the documentary technique EBSD (Electrons Backscatter Diffraction) for the analysis of texture of polycrystalline materials and their application in experimental samples of aluminium alloys AA-3003 (Al-Mn), cold rolled. The texture of the material is presented through polar figures, which shows the levels and preferential directions during deformation, the results are evidence of the anisotropic material's response during cold rolling.

Keywords: EBSD, texture, anisotropy, rolling.

I.- INTRODUCCIÓN

Las primeras medidas de textura se publicaron en 1924 y fueron obtenidas mediante difracción de rayos X. En la actualidad esta técnica sigue siendo la más utilizada, aunque existen estudios realizados mediante difracción de neutrones. Ambas técnicas permiten obtener una descripción estadística de la textura (macrotextura), en ambos casos el volumen de muestra analizado es de miles o decenas de miles de granos; esto se debe a que la sección del haz de rayos X es aproximadamente de 1 mm^2 y la penetración del haz de neutrones es aun mas elevada, ya que requiere de periodos de tiempo prolongados para interactuar con el material (Wenk, et al, 2004). Otra forma de

conocer la textura de un material es midiendo las orientaciones individuales de un número significativo de granos cristalinos, la textura así obtenida recibe el nombre de microtextura. De esta forma se puede acceder también a la información relativa a la naturaleza de las fronteras de grano presentes en el material (o mesotextura) (Liu, et al, 2003).

Rigurosamente la información que proporciona la macrotextura debe poder obtenerse mediante microtextura siempre que estadísticamente se estudien suficiente número de cristales. Además, la microtextura permite conocer la distribución espacial de las distintas orientaciones en la microestructura. Para obtener la microtextura se han desarrollado técnicas basadas en la difracción de electrones que utilizan como herramienta los diagramas de Kikuchi. Los primeros diagramas de Kikuchi obtenidos mediante difracción de electrones retrodispersados (EBSD) fueron observados en 1954 (Jouneau, 2000). Sin embargo su uso no se difundió sino hasta comienzos de los años 70. La utilización de diagramas de Kikuchi como herramienta para medir la textura de policristales en el microscopio electrónico de barrido fue desarrollada por Dingley a comienzo de los años 80 y la automatización del sistema se llevó a cabo en los 90.

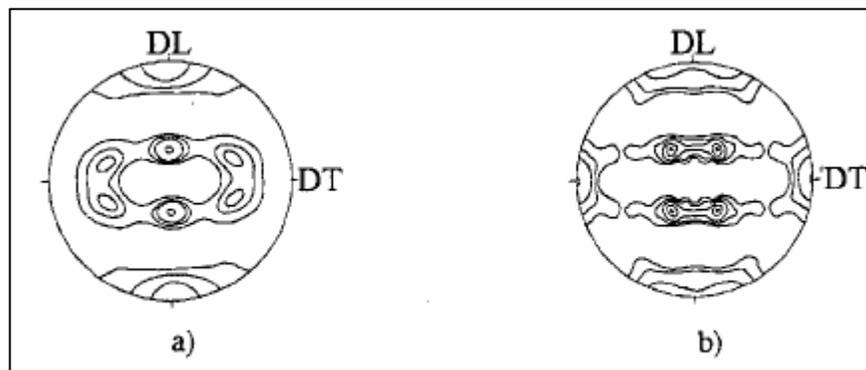
Actualmente el conocimiento de esta técnica y sus avances se utilizan en el estudio de la naturaleza de la respuesta mecánica de los materiales estructurales y su control para alcanzar productos más eficientes y fiables lo cual es un reto para cualquier clase de material. En particular, en los materiales estructurales la respuesta mecánica puede ser altamente anisotrópica como consecuencia del comportamiento intrínseco de su red cristalina, resultante de los procesos de fabricación.

A continuación se presenta la aplicación de la Técnica de análisis de textura EBSD, en muestras de láminas de la aleación AA-3003 (Al-Mn), laminadas en frío, orientada a la preparación de las muestras y al análisis de los resultados.

II. DESARROLLO

1. Figuras de polos directas

La textura se ha descrito tradicionalmente por su proximidad a una o varias orientaciones ideales. Este método se aplica sobre todo a materiales cúbicos laminados durante su proceso de laminación, como el utilizado en la parte experimental. La textura de los materiales se expresa mediante índices de Miller de las orientaciones cristalográficas ideales de la siguiente forma: (DN)[DL], donde DN es la dirección cristalina normal al plano de laminación y DL es la dirección cristalina paralela a la dirección de laminación. Generalmente, se hace referencia a familias de planos y direcciones, {DN}<DL>. Algunas orientaciones ideales típicas en aleaciones de aluminio laminadas son, por ejemplo; {001}<100> (orientación cubo), {011}<211> (orientación latón), {112}<111> (orientación cobre). Las orientaciones cobre y latón se observan en la Figura 1.



**Figura 1: a) Textura tipo cobre, b) Textura tipo latón (Pérez)
DT: dirección transversal y DL: dirección de laminación**

Las figuras de polos son el método utilizado tradicionalmente para describir la textura mediante orientaciones ideales. Son representaciones de determinadas familias de planos (h,k,l), generalmente {001},{011},{111} en

materiales cúbicos de caras centradas (fcc), por ser los de más baja multiplicidad en una proyección estereográfica cuyos ejes son paralelos a los ejes de la muestra. En la Figura 2 se representa una figura de polos en proyección estereográfica.

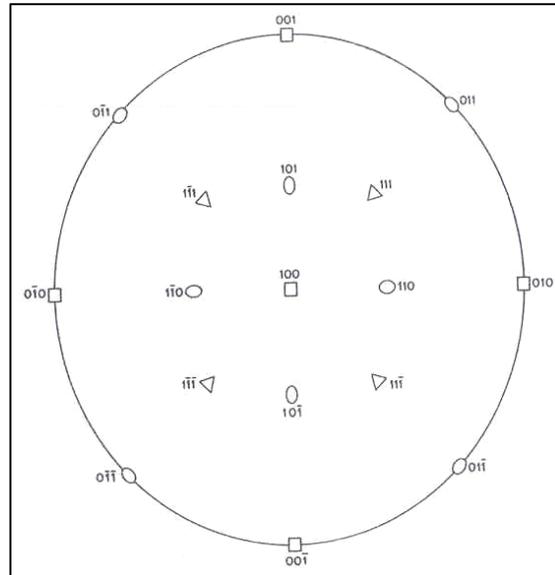


Figura 2: Proyección estereográfica 100 estándar de un cristal cúbico (Reed-Hill)

2. Figuras inversas de polos

Normalmente la dirección cristalina paralela a una dirección en la muestra se representa como DL, la dirección transversal como DT y la dirección normal como DN. Para ello, se utilizan las figuras de polos inversas, en las que los ejes de referencia son los ejes cristalinicos $\langle 001 \rangle$, $\langle 011 \rangle$ y $\langle 111 \rangle$. Generalmente en las figuras de polos inversas no se hace distinción alguna entre familias de direcciones y por lo tanto se representan mediante la zona fundamental de la proyección estereográfica, de tal forma que sólo un polo de cada familia estará incluido en el mismo, como se muestra en la Figura 3.

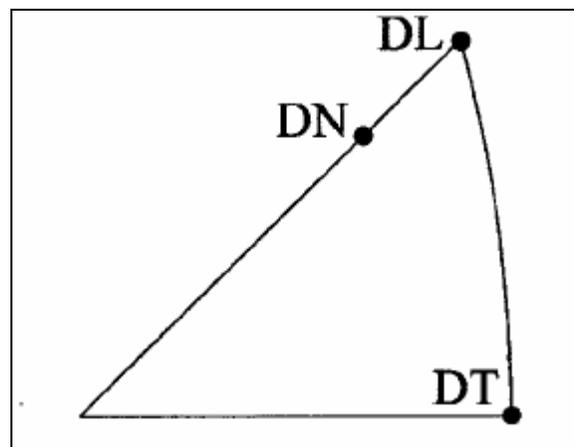


Figura 3: Figura inversa de polos correspondiente a una chapa de aluminio laminada, con textura cobre, $\{112\}\langle 111 \rangle$, se han representado las direcciones longitudinales (DL), transversal (DT) y normal (DN) (Pérez)

3. Función de distribución de orientaciones (FDO)

Las figuras de polos fueron consideradas representaciones suficientemente exactas de la textura de los materiales hasta 1960 y aún hoy son ampliamente utilizadas. Sin embargo; la información que proporcionan es limitada dado que es difícil distinguir componentes secundarias de la textura y no proporcionan información cuantitativa acerca de las fracciones de volumen de las distintas componentes. Con el fin de obtener una mejor descripción de la textura se introdujo hacia 1960 la función de distribución de orientaciones (FDO), $f(g) = f(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$, definida en el espacio de orientaciones SO. (Monsalve, 2005). Los ángulos $(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$ llamados ángulos de Euler, son los giros que hay que realizar sobre el sistema de referencia de una red cristalina dada (en sistema cúbico $\langle 100 \rangle$ - $\langle 010 \rangle$ - $\langle 001 \rangle$) para hacerlo coincidir con el sistema de referencia de la muestra (en materiales laminados DL-DT-DN)

En algunos estudios (Liu, et al, 2003), se han utilizado los ángulos que representan las rotaciones sucesivas dibujadas en la Figura 4, los ejes del sistema de referencia de la muestra se designan con las letras XYZ y los del cristal con las letras X'Y'Z'. Inicialmente, ambos sistemas de referencia coinciden. A continuación se presentan el sistema de referencia cristalino, se gira primero un ángulo (φ_1) alrededor del eje Z' (ó Z), después un ángulo (ϕ) alrededor de X' (en su nueva posición), y finalmente un ángulo (φ_2) alrededor Z' (en su nueva posición). En general los valores que toman los ángulos están comprendidos entre: $0 \leq \varphi_1 \leq 2\pi$, $0 \leq \phi \leq \pi$ y $0 \leq \varphi_2 \leq 2\pi$

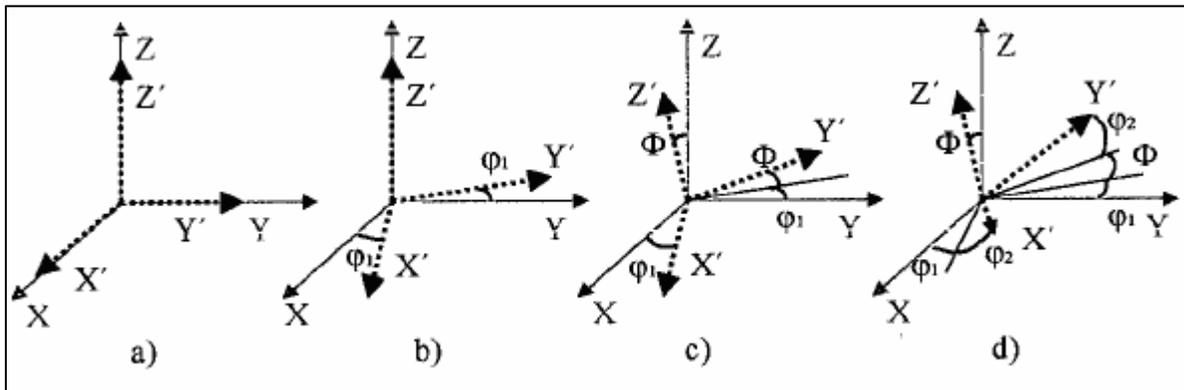


Figura 4: Ángulos de Euler (Pérez)

Debido a la simetría cristalina y a la simetría de la muestra, puede ocurrir que varios puntos del espacio de Euler correspondan a orientaciones equivalentes. Así, el dominio fundamental del espacio de Euler, en el cual cada orientación está representada por un único punto varía en función de las simetrías.

La FDO representa la densidad de probabilidad de que una orientación g esté comprendida dentro de un elemento de orientación dg . Se define así:

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg$$

Donde dV denota la suma de los elementos de volumen de la muestra que poseen una orientación g ó están comprendidos dentro de un elemento de orientación dg alrededor de ésta y V es el volumen total de la muestra. La función $f(g)$, por tanto, no sólo permite distinguir todas las componentes de la textura, sino que además proporciona una descripción estadística de la fracción de volumen de cada una de ellas. (Monsalve, 2003)

4. Diagramas de Kikuchi

La técnica de difracción de electrones retrodispersados EBSD, se considera hoy una herramienta cada vez más usada para el estudio de la evolución microestructural y de la microtextura durante los procesos de conformados. Esto se debe a la combinación del trabajo de un microscopio óptico convencional y otras técnicas para la determinación de orientación (difracción de rayos X), en tiempos razonables. La técnica EBSD se basa en las líneas de Kikuchi, que fueron observadas, por primera vez, en el microscopio electrónico de transmisión. Para

explicar de manera breve el origen de estas líneas y las informaciones cristalográficas que aportan, se considera un haz de electrones incidente que choca con una lámina inclinada. El haz difractado forma un punto luminoso en una pantalla situada enfrente del haz incidente, Figura 5a. Todos los haces de conos incidentes en condiciones de Bragg forman dos arcos de cono de un ángulo de $\pi-\theta$ (θ pequeña), que aparecen en la pantalla como dos segmentos hiperbólicos, conocidas como líneas de Kikuchi, Figura 5b. La distancia que separa estos pares de líneas vale $(r.\lambda/d_{hkl})$ donde r es la distancia entre la lámina y la pantalla y λ , la longitud de onda de los electrones y d_{hkl} la distancia entre los planos atómicos.

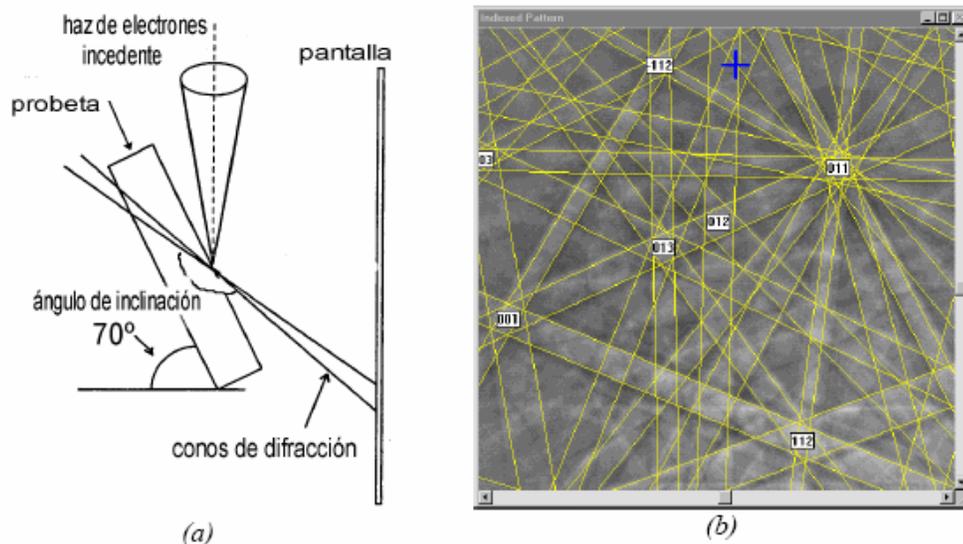


Figura 5 (a) Esquema del dispositivo de los elementos del MEB para la formación de líneas de Kikuchi, (b) Patrón indexado de las líneas de kikuchi (Pérez)

Las informaciones de las líneas de Kikuchi son tratadas por ordenadores y permiten la determinación de la orientación cristalográfica local y en consecuencia la desorientación entre granos. Además permite una determinación precisa de los bordes de granos, evolución de la microtextura, tamaño de grano verdadero, así como su distribución. Al mismo tiempo los programas informáticos asociados a la técnica EBSD, mediante tratamiento matemático y estadístico facilita la presentación de dichos datos en diferentes formas: mapas de desorientación, histogramas de desorientación y/o tamaño de grano y figuras de polos.

III. Procedimiento Experimental

Se realizan análisis de textura mediante la técnica EBSD de muestras de una aleación de aluminio AA-3003, sometida a un porcentaje de reducción de 25 a 35% (Temple H14), la composición de la aleación se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1 : Composición de la Aleación 3003

Elementos	Si	Fe	Cu	Mn	Zn	Al
% en peso	0,6	0,7	0,05-0,20	1-1,5	0,1	Bal

Se tomaron muestras del material laminado para la obtención de probetas representativas de toda la lámina, con un área de 1x1 cm; se aplicó la siguiente secuencia de desbaste con lijas abrasivo de SiC: 80-240-320-400-600-800-1200, y agua como lubricante, teniendo en cuenta la limpieza por ultrasonido en cada cambio de granulometría. El pulido se llevó a cabo con alúmina en suspensión en agua destilada con la siguiente secuencia de tamaño de partícula: 1 μ m- 0,3 μ m y el pulido final se realizó con sílice coloidal de 0,05 μ m. Hasta una superficie totalmente especular lo que garantiza un mejor barrido en la muestra. La calidad de los pasos de pulido

se verifican en un patrón EBSD como se muestra en la Figura 6, en la cual para una lija de 1200 μm , se produce un patrón de Kikuchi muy débil, mientras el pulido con alúmina desde 1 μm , en orden decreciente, muestran un patrón de alta calidad. Para realizar los análisis se utiliza un MEB PHILLIPS Modelo XL-30.

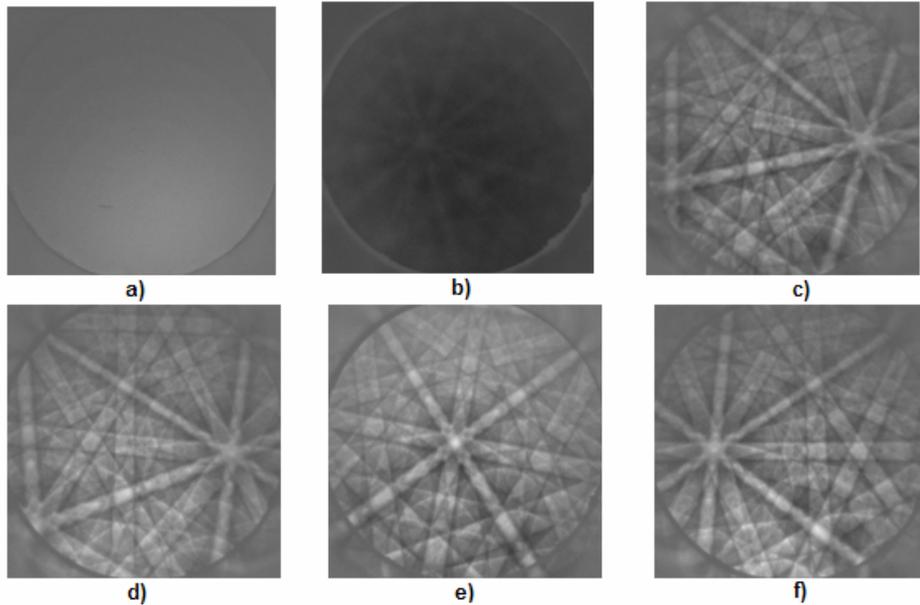


Figura 6: a) 1200 μm SiC, b) Alúmina 1 μm c) Alúmina 0,03 μm , d) Sílica Coloidal 0,05 μm 10 min. e) Sílica Coloidal 30 min. f) Sílica Coloidal 60 min (Jouneau, 2000)

IV. Resultados y análisis

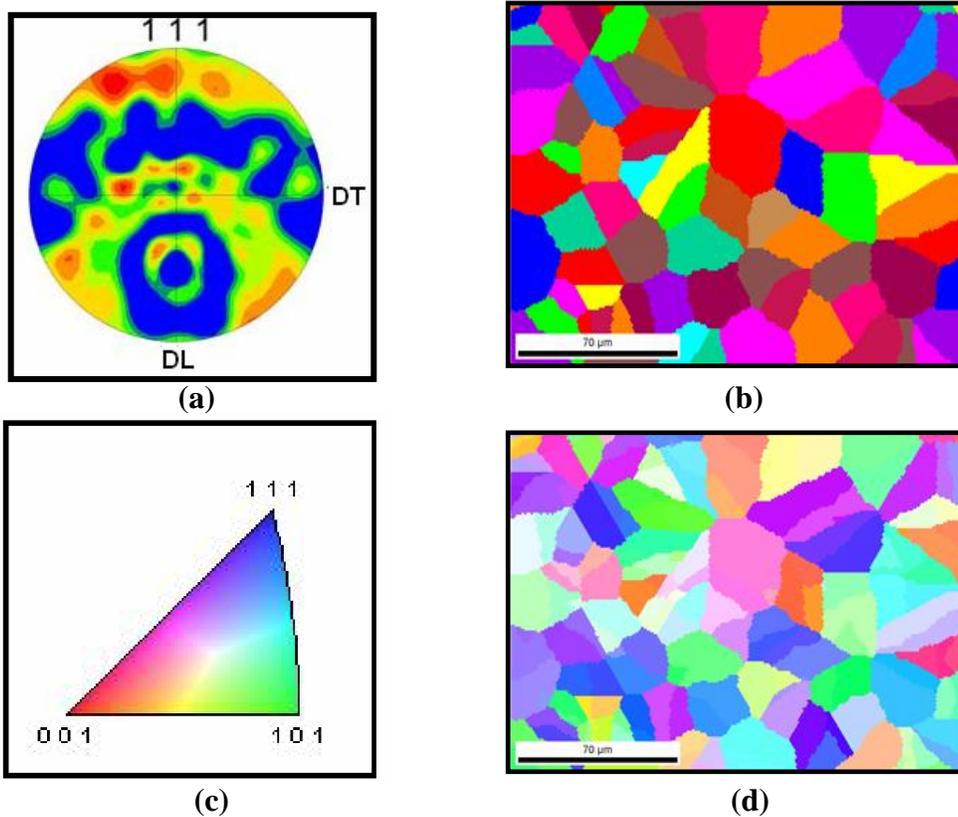


Figura 7: (a) Figura de polo del Aluminio 3003 deformado en frío que muestra la orientación preferencial respecto al plano (111) (b) Mapa de desorientación de los granos (c) y (d) Mapa de distribución de orientaciones con gradientes de colores que marcan el cambio de orientación respecto a la dirección $\langle 111 \rangle$

En la Figura 7a se observa una orientación preferencial en los planos $\{111\}[001]$ paralelo al sentido de la laminación (DL), lo que sugiere una “textura cubo”, coincidiendo con los resultados de otros investigadores (Monsalve, 2003), (Liu and Liu, 2004). Además se observa en la Figura 7b una estructura de granos equiaxiales, lo que puede asociarse a la migración de fronteras inducidas por deformación (SIBM) (Hurley and Humphreys, 2003). Igualmente la figura de polo inversa, Figura 7c, muestra una densidad de orientación preferencial en la dirección $\langle 111 \rangle \langle 101 \rangle$, lo que sugiere una textura de fibra, típica de chapas de aluminio deformadas, lo que se observa en el mapa de distribución de orientaciones en la Figura 7d.

III. CONCLUSIONES

- 1) En las muestras de aluminio analizadas se evidencia una orientación preferencial $\{111\}[001]$, igualmente la figura de polo inversa muestra una densidad de orientación preferencial en la dirección $\langle 111 \rangle \langle 101 \rangle$.
- 2) Se evidenció que el análisis automatizado a través de la Técnica EBSD, es una poderosa herramienta para el análisis microestructural de los materiales, por cuanto nos permite correlacionar la orientación preferencial de los mismos con sus propiedades mecánicas.

REFERENCIAS

H-R Wenk and P Van Houtte (2004). Texture y Anisotropy. Reports on Progress in Physics. University of California.

Jouneau P. (2000) Introduction to EBSD. CEA Grenoble Département de Recherche Fondamentale Sur la Matière Condensée

Liu, J. and Morris, J.G. (2003). Macro-, Micro- and Mesotexture Evolutions of Continuous Cast and Direct Chill cast AA 3105 Aluminum Alloy During Cold Rolling. Materials Science and Engineering.

Liu, W.C., Zhai, T. and Morris, J.G. (2004). Texture evolution of continuous cast and direct chill cast AA 3003 aluminum alloys during cold rolling. Scripta Materialia.

Monsalve, A. (2003). Descripción de Texturas por Medio de la Función de Distribución de Orientaciones. Jornadas SAM/CONAMET. Universidad de Santiago de Chile.

P.J. Hurley and F.J. Humphreys (2003). A study of recrystallization in single-phase aluminium using in-situ annealing in the scanning electron microscope. Journal of Microscopy, Vol 213. University of Manchester. UK

Pérez, M.(1998). Estudio de la Deformación de Aleaciones Super-plásticas de Aluminio Mediante Análisis de Texturas. Tesis Doctoral. Madrid-Universidad Complutense.

Reed-Hill, R. (1973). Physical Metallurgy Principles. Second Edition. D. Van Nostrand Company.

AUTORIZACIÓN Y RENUNCIA

“Los autores autorizan a LACCEI para publicar el escrito en los procedimientos de la conferencia. LACCEI o los editores no son responsables ni por el contenido ni por las implicaciones de lo que esta expresado en el escrito.”