



industriales  
etsii

Escuela Técnica  
Superior  
de Ingeniería  
Industrial

# UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE CARTAGENA

Escuela Técnica Superior de Ingeniería Industrial

## Caracterización de una aleación de níquel tipo INCONEL mediante la técnica de difracción de electrones retrodispersados EBSD

TRABAJO FIN DE GRADO

GRADO EN INGENIERÍA MECÁNICA

**Autor:** Roberto Vladimir Cisneros Calero  
**Director:** Dr. Francisco J. Carrión Vilches



Universidad  
Politécnica  
de Cartagena

Cartagena, 16 de Julio de 2015



# Agradecimientos

Deseo expresar mis agradecimientos a todas las personas que han colaborado en la consecución de este Trabajo Fin de Grado.

En primer lugar quería agradecer de manera muy especial a mi director del Trabajo Fin de Grado, Dr. Francisco J. Carrión Vilches, su manera de trabajar, perseverancia y paciencia han sido fundamentales para mi formación.

Quiero agradecer el esfuerzo y dedicación que han tenido conmigo los miembros del Servicio de Instrumentación Tecnológica, en especial a María José Roca Hernández, Isidro J. Ibarra Berrocal y Luis Alberto Alcolea Rubio.

Por último, quiero agradecer a mi familia y a ti Sonia, han sido mi fuente de apoyo constante e incondicional.



*A mis padres y hermanos*

*A Senia*



# Índice de contenidos

---

<b>Introducción .....</b>	<b>1</b>
<b>1.1. Introducción.....</b>	<b>3</b>
1.1.1. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD) .....	3
1.1.2. Generación del patrón de electrones retrodispersados.....	4
1.1.3. Calibración del patrón de difracción de electrones retrodispersados .....	5
1.1.4. Interpretación del patrón de electrones retrodispersados.....	6
<b>1.2. Herramientas de interpretación EBSD .....</b>	<b>9</b>
1.2.1. Mapa de calidad del patrón .....	9
1.2.2. Mapa de fases .....	9
1.2.3. Mapa de distribución de granos y límites de grano .....	10
1.2.4. Mapa de Euler .....	11
1.2.5. Mapa del factor Schmid.....	12
1.2.6. Mapa de desorientación promedio en el grano (GAM).....	12
1.2.7. Mapa de desorientación promedio del núcleo (KAM).....	13
1.2.8. Representación de la textura cristalográfica .....	14
1.2.8.1. Figuras de polo .....	15
1.2.8.2. Mapa y figuras de polo inversas .....	16
1.2.8.3. Función de distribución de orientaciones .....	16
<b>1.3. Aplicaciones de la técnica EBSD en Ciencia e Ingeniería de los Materiales .....</b>	<b>18</b>
1.3.1. Identificación de fases .....	18
1.3.2. Transformación de fases .....	20
1.3.3. Distribución y tamaño de grano.....	21
1.3.4. Defectos cristalinos.....	23
1.3.5. Densidad de dislocaciones y deformación plástica .....	26
1.3.6. Fluencia en caliente .....	29
1.3.7. Límites de grano .....	31
1.3.8. Recuperación y recristalización .....	35
1.3.9. Soldadura.....	38
1.3.10. Fatiga .....	40
1.3.11. Corrosión bajo tensiones.....	42
<b>1.4. EBSD y otras técnicas .....</b>	<b>45</b>
<b>1.5. Aleaciones de base Níquel.....</b>	<b>47</b>
1.5.1. Fases secundarias en aleaciones de Níquel.....	49
1.5.1.1. Gamma prima y doble ( $\gamma'$ o $\gamma''$ ).....	49
1.5.1.2. Carburos.....	50
<b>Objetivos.....</b>	<b>53</b>
<b>2.1. Objetivos .....</b>	<b>55</b>
<b>Material y método experimental .....</b>	<b>57</b>
<b>3.1. Material y método experimental.....</b>	<b>59</b>
3.1.1. Aleación de níquel tipo INCONEL .....	59
3.1.2. Preparación de muestras para una adquisición EBSD .....	59
3.1.2.1. Tamaño de la muestra .....	59
3.1.3. Técnicas de preparación metalográficas para aleaciones de níquel.....	60

<b>3.2. Equipos utilizados .....</b>	<b>64</b>
3.2.1. Detector EBSD .....	64
3.2.1.1. Parámetros de adquisición del detector .....	64
3.2.2. Microscopía electrónica de barrido .....	65
3.2.2.1. Parámetros de configuración del SEM .....	66
3.2.3. Espectrómetro de energías dispersivas (EDX) .....	66
<b>Caracterización de la muestra .....</b>	<b>67</b>
<b>4.1. Introducción.....</b>	<b>69</b>
4.1.1. Análisis con espectrometría de rayos X (EDX).....	69
<b>4.2. Identificación de fases .....</b>	<b>72</b>
4.2.1. Identificación utilizando la técnica EBSD .....	77
4.2.1.1. Carburos de titanio y niobio (TiC - NbC) .....	78
4.2.1.2. Fase Gamma prima ( $\gamma'$ ) .....	78
4.2.1.3. Carburos de cromo.....	79
<b>4.3. Textura cristalográfica .....</b>	<b>80</b>
4.3.1. Figuras de polo.....	80
4.3.2. Figuras de polo inversas .....	81
4.3.3. Función de distribución de orientaciones .....	83
<b>4.4. Caracterización de los granos .....</b>	<b>85</b>
4.4.1. Tamaño de grano .....	85
<b>4.5. Límites de grano.....</b>	<b>88</b>
4.5.1. Límites CSL.....	88
4.5.2. Límites de alto y bajo ángulo .....	89
4.5.3. Perfil de desorientación .....	90
<b>4.6. Mapas de desorientación promedio .....</b>	<b>92</b>
4.6.1. Mapa GAM.....	92
4.6.2. Mapa KAM.....	93
<b>Conclusiones .....</b>	<b>97</b>
5.1. Conclusiones.....	99
<b>Bibliografía .....</b>	<b>101</b>

# Abreviaturas y Símbolos

---

CCD	Dispositivo de carga acoplada
CRA	Aleaciones de níquel resistentes a corrosión
CRSS	Esfuerzo cortante crítico
CSL	Límites de grano de sitios de red coincidentes
EBSD	Difracción de electrones retrodispersados
EBSP	Patrón de electrones retrodispersados
EDX	Espectrometría de energías dispersivas
FCC	Cúbica centrada en las caras
GAM	Mapa de desorientación promedio en el grano
GB	Límite de grano
GBE	Ingeniería de límite de grano
HCP	Hexagonal compacta
HTA	Aleación de níquel resistente a alta temperatura
IC	Índice de confianza de indexado
IPF	Figura de polos inversa
KAM	Mapa de desorientación promedio del núcleo
ND	Dirección normal al plano de la muestra
ODF	Función de distribución de orientaciones
PQM	Mapa de calidad del patrón
RD	Dirección de laminación de la muestra
RGB	Coloración rojo, verde y azul
SCC	Corrosión bajo tensiones
SEM	Microscopio electrónico de barrido
TD	Dirección transversal de la muestra
TMP	Proceso termomecánico



# Índice de Figuras

---

Figura 1.1. Detector EBSD.....	3
Figura 1.2. Generación de un patrón de difracción de electrones retrodispersados.....	4
Figura 1.3. Calibración del patrón de difracción. ....	5
Figura 1.4. Transformada de Hough. ....	6
Figura 1.5. Proceso de indexado: a) Patrón generado; b) Espacio de Hough; .....	7
Figura 1.6. Combinaciones de tres líneas de Kikuchi. ....	7
Figura 1.7. Mapa de calidad del patrón (PQM). ....	9
Figura 1.8. Mapa de fases.....	10
Figura 1.9. Mapa de granos: a) Formación de un grano; b) Mapa de distribución de los granos.....	10
Figura 1.10. Histogramas de distribución de tamaño de grano. ....	11
Figura 1.11. Primera y segunda rotación de los ángulos de Euler.....	11
Figura 1.12. Tercera y última rotación de los ángulos de Euler. ....	12
Figura 1.13. Mapa del factor Schmid.....	12
Figura 1.14. a) Mapa GAM de una muestra deformada; b) Leyenda correspondiente; c) Perfil de desorientación desde el punto A al punto B. ....	13
Figura 1.15. Formación del mapa KAM.....	13
Figura 1.16. Mapa KAM de una muestra deformada y su correspondiente leyenda. ....	14
Figura 1.17. Representación de texturas a) textura aleatoria, b) textura preferencial.....	14
Figura 1.18. Proyección estereográfica de un cristal. ....	15
Figura 1.19. Principales direcciones cristalográficas.....	16
Figura 1.20. Proyección estereográfica.....	16
Figura 1.21. Representación de la textura mediante ODF y su vista tridimensional. ....	17
Figura 1.22. Mapa de fases y mapa PQM de un acero dúplex. ....	20
Figura 1.23. Diferencia entre mapas: a) Mapa de fases mediante EBSD; b) Mapa EDX.....	20
Figura 1.24. Mapa de fases de acero dúplex envejecido térmicamente: a) muestra recibida; b) Mapa transcurridos 3 minutos a 845 °C; c) Mapa transcurridos 60 min a 845 °C.....	21
Figura 1.25. a) Micrografía óptica, b) Mapa PQM con la técnica EBSD, c) Mapa IPF y.....	22
Figura 1.26. Diferencia entre una estructura perfecta y una estructura con defectos cristalinos. ....	23
Figura 1.27. Diferencia de patrones de difracción en una estructura cristalina perfecta y una estructura deformada. ....	24
Figura 1.28. Diferencia entre una estructura perfecta y una estructura con dislocación.....	24
Figura 1.29. Sistema de deslizamiento de una dislocación. ....	25

Figura 1.30. Esquema de una dislocación y su correspondiente patrón de difracción en EBSD.	26
Figura 1.31. Representación esquemática de un sistema de deslizamiento.	27
Figura 1.32. Ensayo de tracción de una probeta y área de estudio EBSD.	28
Figura 1.33. Evolución de las dislocaciones a diferentes esfuerzos de tracción (mapas KAM).	29
Figura 1.34. Comportamiento a fluencia de una aleación de níquel, en la izquierda se representa el mapa PQM y a la derecha los mapas GAM.	30
Figura 1.35. A la izquierda límite de inclinación, a la derecha límite de torsión.	31
Figura 1.36. Esquema clásico de maclaje.	32
Figura 1.37. Esquemas de los límites de grano especiales (CSL): (a) Límites de macla coherente $\Sigma 3$ (en donde 3 de los 9 átomos coinciden); (b) Límite $\Sigma 5$ (en donde 2 de los 10 átomos están en coincidencia); (c) Límite $\Sigma 7$ (en donde 1 de los 7 átomos están en coincidencia); (d) Nomenclatura utilizada para cada grano, con apilamiento ABC para los planos (111) y AB para los planos (001) [26].	34
Figura 1.38. Chapa plegada de una aleación de níquel.	36
Figura 1.39. Mapas IPF y figuras de polo de la chapa plegada antes del tratamiento térmico.	36
Figura 1.40. Mapas IPF y figuras de polo de la chapa plegada después del tratamiento térmico.	37
Figura 1.41. Esquema de la soldadura.	38
Figura 1.42. Mapa de fases, mapas IPF y figuras de polo inversa de las distintas zonas de estudio de la soldadura.	39
Figura 1.43. Fracturas transgranulares provocadas por fatiga.	40
Figura 1.44. Mapa del factor Schmid y mapa GAM de una fractura intergranular provocada por fatiga.	41
Figura 1.45. Muestra que ha sufrido corrosión bajo tensiones: a) Mapa de calidad del patrón; b) Mapa IPF; c) Micrografía SEM.	42
Figura 1.46. Mecanismo de corrosión bajo tensión: a) Micrografía óptica; b), c) y d) evolución de las tensiones en los límites de grano y mapa KAM sobrepuesto.	43
Figura 1.47. Principales aleaciones comerciales resistentes a la corrosión.	48
Figura 1.48. Principales aleaciones comerciales resistentes a alta temperatura.	49
Figura 1.49. Carburos de titanio y niobio (TiC – NbC).	50
Figura 1.50. Carburo de cromo ( $Cr_{23}C_6$ ).	51
Figura 3.1. Muestra de INCONEL y portamuestras.	59
Figura 3.2. Dimensiones de la muestra.	60
Figura 3.3. Detector EBSD.	64
Figura 3.4. Tiempo de exposición de la señal: a) Bajo tiempo de exposición; b) Sobreexposición; c) Tiempo de exposición adecuado.	65
Figura 3.5. Microscopio electrónico de barrido.	65
Figura 3.6. Detector de energías dispersivas.	66

Figura 4.1. Micrografía SEM para análisis por EDX. ....	69
Figura 4.2. Espectro de compuestos químicos presentes en el INCONEL. ....	70
Figura 4.3. Micrografía SEM de la zona de análisis de identificación de fases. ....	72
Figura 4.4. Distintos precipitados secundarios y su morfología. ....	73
Figura 4.5. Mapping elemental: 1) Titanio; 2) Niobio; 3) Carbono. ....	73
Figura 4.6. Precipitado de carburo de titanio y niobio. ....	74
Figura 4.7. Mapping elemental: 1) Titanio; 2) Niobio; 3) Carbono. ....	74
Figura 4.8. Espectro del carburo de titanio y niobio. ....	75
Figura 4.9. Fase Gamma prima ( $\gamma'$ ). ....	75
Figura 4.10. Mapping elemental con la presencia de níquel y aluminio. ....	76
Figura 4.11. Mapa de calidad del patrón de difracción gracias a EBSD. ....	77
Figura 4.12. Carburos de titanio y niobio. ....	78
Figura 4.13. Gamma prima ( $\gamma'$ ). ....	79
Figura 4.14. Carburos de cromo. ....	79
Figura 4.15. Proyección estereográfica de polos analizados individualmente. ....	80
Figura 4.16. Proyección estereográfica de los polos analizados por frecuencia. ....	81
Figura 4.17. Leyenda de mapas IPF y direcciones cristalográficas. ....	81
Figura 4.18. Mapa IPF de todos los polos. ....	82
Figura 4.19. Mapa IPF vista correspondiente al eje X. ....	82
Figura 4.20. Mapa de Euler. ....	83
Figura 4.21. Leyenda correspondiente al mapa de Euler. ....	83
Figura 4.22. Vista 3D de la distribución de orientaciones de cada grano. ....	84
Figura 4.23. Mapa de distribución de los granos. ....	85
Figura 4.24. Mapa de distribución de granos para perfil de desorientación. ....	86
Figura 4.25. Perfil de desorientación intragranular. ....	86
Figura 4.26. Histograma de distribución del tamaño de grano por área ponderada. ....	87
Figura 4.27. Histograma de distribución del tamaño de grano sin ponderar el área. ....	87
Figura 4.28. Micrografía EBSD con límites CSL. ....	88
Figura 4.29. Micrografía EBSD con límites de alto y bajo ángulo. ....	89
Figura 4.30. Zona ampliada y leyenda correspondiente a la clasificación de tipos de ángulos. ...	90
Figura 4.31. Mapa de distribución de los granos. ....	90
Figura 4.32. Perfil de desorientación intergranular. ....	91
Figura 4.33. Mapa GAM. ....	92
Figura 4.34. Leyenda mapa GAM. ....	93

Figura 4.35. Mapa KAM.....	93
Figura 4.36. Leyenda mapa KAM.....	94
Figura 4.37. Mapa KAM con intervalo menor de desorientación.....	94
Figura 4.38. Leyenda mapa KAM con intervalo menor de desorientación.....	95

# Índice de Tablas

---

Tabla 1.1. Sistema de votación para indexado. ....	8
Tabla 1.2. Principales aplicaciones de EBSD en Ciencia de los Materiales. ....	18
Tabla 1.3. Fases presentes en acero dúplex, su estructura cristalográfica y parámetros de red... 19	
Tabla 3.1. Pasos a seguir para preparar una muestra de Níquel puro y sus aleaciones. ....	63
Tabla 4.1. Análisis elemental de los compuestos químicos del INCONEL. ....	70
Tabla 4.2. Proporciones de los elementos de aleación en el Inconel. ....	71
Tabla 4.3. Tipos de límites CSL y su porcentaje de distribución. ....	89



# **Introducción**



## 1.1. Introducción

El campo de la Ciencia e Ingeniería de los Materiales está completamente involucrado en la manipulación de las propiedades de los materiales, con el fin de controlar las características mecánicas que éstos presentan.

Con este propósito, se desarrolla la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD). Esta técnica permite analizar los aspectos cristalográficos de los materiales en estudio, siendo uno de los métodos que mayor crecimiento ha experimentado actualmente [1].

La técnica EBSD se utiliza para estudiar la estructura cristalina de los materiales. Entre los aspectos más relevantes que pueden ser calculados por esta técnica se encuentran la identificación de fases cristalográficas, el análisis de la orientación individual de los cristales, los tipos de límites de grano, su distribución y tamaño.

### 1.1.1. Difracción de electrones retrodispersados (EBSD)

Cuando el haz de electrones en un microscopio electrónico de barrido (SEM) golpea un material cristalino montado en un plano inclinado alrededor de  $70^\circ$ , los electrones se dispersan bajo la superficie de la muestra y posteriormente, se produce la difracción entre los planos atómicos de ésta.

El haz de electrones difractado produce un patrón compuesto por líneas de intersección, denominándose patrón de electrones retrodispersados (EBSP) o también llamadas líneas de Kikuchi [2].

Los patrones se pueden obtener mediante la colocación de una pantalla de fósforo acoplada al detector de electrones retrodispersados, como se muestra en la Figura 1.1.

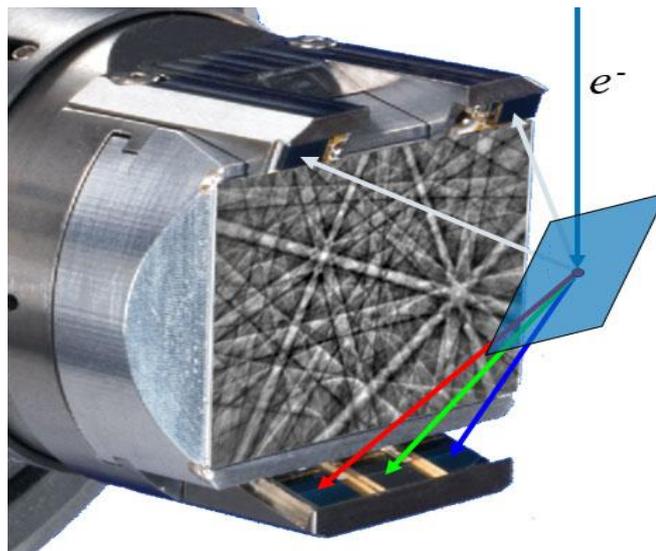


Figura 1.1. Detector EBSD.

### 1.1.2. Generación del patrón de electrones retrodispersados

Las bandas o líneas de Kikuchi difractadas están directamente relacionadas con la estructura de la red cristalina de la región analizada. De esta manera, el patrón de electrones retrodispersados (EBSP) se genera con los electrones que satisfacen la ley de Bragg de la difracción, cumpliéndose la siguiente ecuación:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin\theta \quad \text{Ecuación 1.1.}$$

Donde:  $n\lambda$  son  $n$  múltiplos de la longitud de onda  $\lambda$  de los electrones retrodispersados,  $d_{hkl}$  es la distancia interplanar de los planos que provocan la difracción y  $\theta$  es el ángulo bajo el cual se produce la difracción.

Para la técnica EBSD, el ángulo de Bragg  $\theta$  es de especial importancia, ya que la difracción se produce en forma de reflexión en el plano de la red, permitiendo así la interferencia constructiva de los electrones reflejados. Es muy importante destacar, que la difracción se produce a ambos lados de los planos difractantes (Figura 1.2), por esta razón, en la Ecuación 1.1 se añade un dos multiplicando a la distancia interplanar  $d_{hkl}$ .

El análisis del patrón de difracción y las líneas de Kikuchi proporcionan información clave sobre la estructura cristalina de la fase analizada.

- La simetría de la red cristalina se refleja en el patrón.
- La anchura y la intensidad de las líneas de difracción están directamente relacionadas con la separación de los átomos en los planos cristalinos.
- Los ángulos entre las líneas de difracción están directamente relacionados con los ángulos entre los planos de la red cristalina.

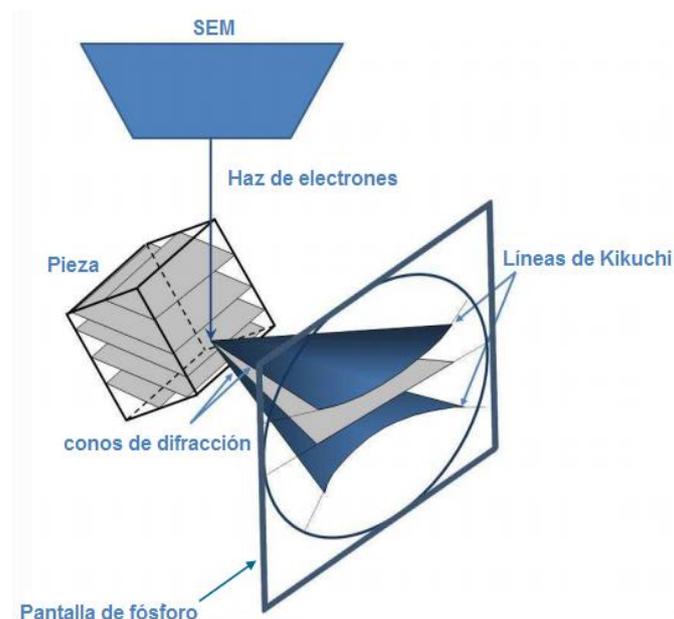


Figura 1.2. Generación de un patrón de difracción de electrones retrodispersados.

Cuando el patrón de difracción (EBSP) ha sido generado en la pantalla de fósforo, el detector EBSD convierte cada electrón que llega en un fotón. De esta manera, la señal de electrones retrodispersados se transforma en una señal de luz visible, que será captada por la cámara del detector.

### 1.1.3. Calibración del patrón de difracción de electrones retrodispersados

Antes de recoger e interpretar los patrones de difracción de manera correcta, es necesario calibrar los parámetros de proyección de los patrones en la pantalla de fósforo. Estos parámetros son dependientes de la posición de la muestra en la cámara del microscopio, la distancia de trabajo del haz de electrones y de la distancia del detector a la muestra. El procedimiento consiste en una rutina de calibración automática, esta rutina corrige los cambios en la geometría del sistema.

La calibración se basa en un procedimiento que recoge automáticamente una serie de patrones de difracción (EBSP) a unas distancias de trabajo y detector conocidas. A continuación, el software utiliza una técnica de correlación de imágenes para encontrar el centro del patrón (punto de la pantalla de fósforo más cercano al punto del patrón de difracción generado de la muestra), una vez calibrado el sistema, el patrón de difracción ocupará la mayor parte de la pantalla del detector, facilitando el proceso de interpretación de los patrones en la adquisición de datos.

En cada cambio de geometría es necesario volver a calibrar, ya que como se muestra en la Figura 1.3, las condiciones de calibración serán distintas. La calibración es aceptable cuando los valores de certeza superan el 90 %.

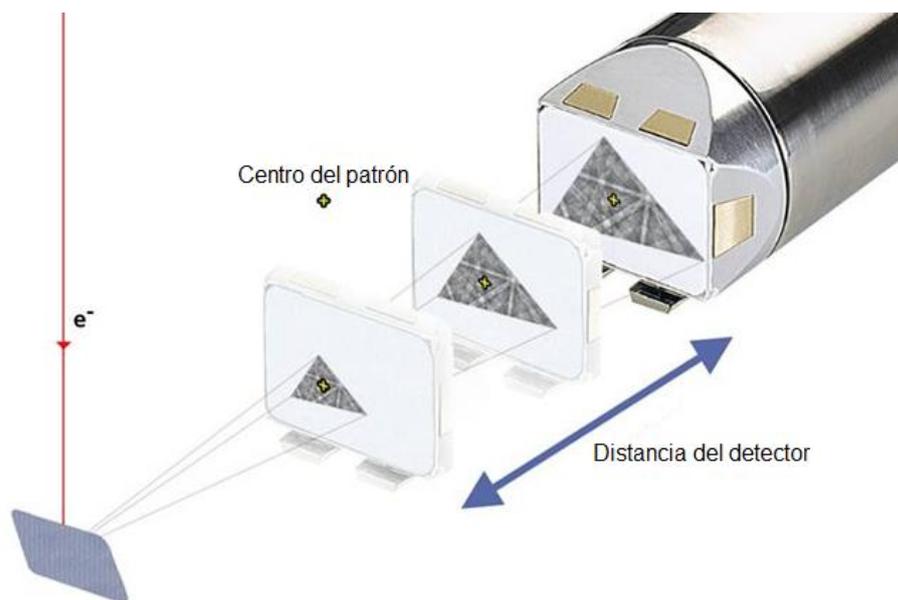


Figura 1.3. Calibración del patrón de difracción.

### 1.1.4. Interpretación del patrón de electrones retrodispersados

Para interpretar el patrón de difracción y asociarlo a una fase cristalográfica concreta, el programa informático utiliza una herramienta matemática denominada transformada de Hough. Esta herramienta convierte las líneas de Kikuchi en puntos. Así, una línea se puede parametrizar por los parámetros de Hough  $\rho$  y  $\theta$ , donde  $\theta$  describe el ángulo de la línea de difracción y  $\rho$  representa la distancia perpendicular de la línea al origen [3].

La transformación consiste en tomar cuatro puntos de una línea de difracción. Para cada punto en la línea se calculan todos los posibles valores de  $\rho$  para valores de  $\theta$ , siendo esos valores de 0 a 180 grados, para ello utiliza la Ecuación 1.2. Esto produce cuatro curvas sinusoidales. Estas curvas se cortan en un punto de coordenadas  $(x, y)$ , teniendo su correspondiente ángulo  $\theta$  y su posición relativa al origen  $\rho$ . Por tanto, de esta manera se consigue transformar una línea del patrón de difracción en un punto en el espacio de Hough (Figura 1.4). La interpretación del patrón se basa convertir el patrón generado en un patrón teórico.

$$\rho = x \cos\theta + y \sin\theta \quad \text{Ecuación 1.2.}$$

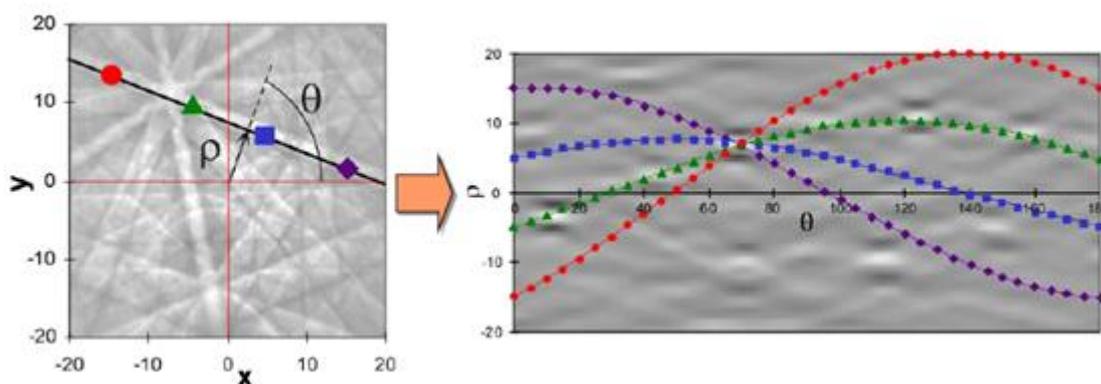


Figura 1.4. Transformada de Hough.

Las líneas de Kikuchi se clasifican en función de sus intensidades y anchos. La interpretación del patrón se basa en la comparación de la medida de los ángulos interplanares (que corresponden a los ángulos entre las líneas de Kikuchi) y la distancia interplanar (que están representados por los anchos de banda).

Gracias a la transformada de Hough, el software compara los patrones teóricos de la base de datos del programa con los patrones interpretados y captados por la cámara del detector. Este proceso automático se denomina indexado (Figura 1.5).

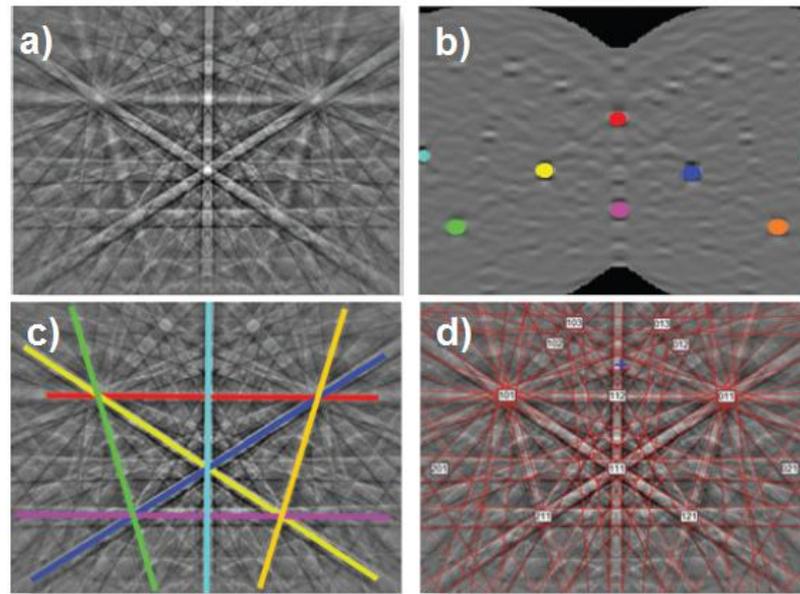


Figura 1.5. Proceso de indexado: a) Patrón generado; b) Espacio de Hough; c) Líneas indexadas; d) Patrón teórico.

El proceso de comparación considera todas las posibles combinaciones entre tres líneas de las bandas identificadas (Figura 1.6). A cada trío se le asocian dos ángulos de la base de datos teórica. En función de la tolerancia admitida, es común que existan varias soluciones a la vez para cada trío y al mismo tiempo, diferentes tríos pueden llegar a tener la misma solución [4].

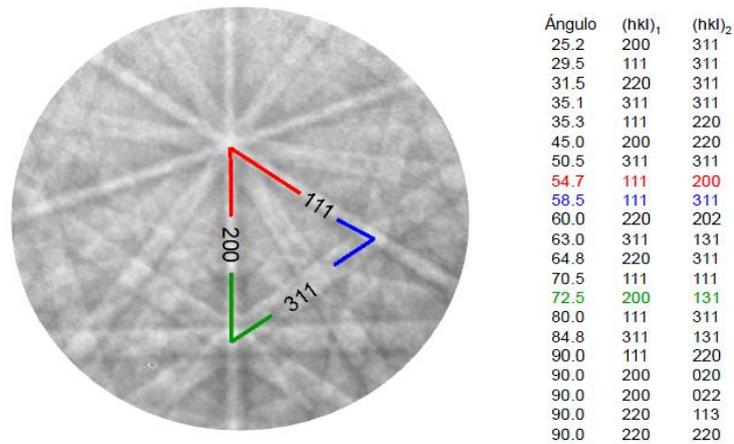


Figura 1.6. Combinaciones de tres líneas de Kikuchi.

Para la comparación de los valores interpretados de los ángulos de difracción con los de la base de datos se utiliza una metodología basada en votación (Tabla 1.1). Cada solución tendrá un voto para cada cruce entre tres líneas y un par de ángulos. La solución más votada corresponderá a la fase cristalográfica introducida.

Cada medida que el sistema realiza durante la indexación va acompañada de un índice de confianza (IC), siendo un indicativo de la confiabilidad de la medida y de la calidad de la indexación.

Tabla 1.1. Sistema de votación para indexado.

Tabla de votos

		Soluciones indexadas											
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	
Triple combinación		x	x	x									
				x									
				x									
		x	x	x	x	x							
			x	x	x		x						
			x	x				x					
				x									
				x									
				x									
				x									
										x			
											x	x	x
	$\Sigma$		2	4	9	2	1	1	1	1	1	1	1

El IC se expresa como:

$$IC = \frac{N_1 - N_2}{N_s} \tag{Ecuación 1.3.}$$

Donde:  $N_1$  es el número de votos de la solución más votada;  $N_2$  el número de votos de la segunda solución más votada y  $N_s$  el número total de soluciones encontradas [5].

Como punto de partida, un IC mayor que 0,1 se considera una indexación adecuada y tendrá un 95% de probabilidad de estar bien realizada.

## 1.2. Herramientas de interpretación EBSD

El programa de análisis despliega una variedad de herramientas y mapas que permiten analizar los datos de manera cuantitativa y cualitativa.

Algunos mapas se despliegan de forma on-line mientras se va adquiriendo cada patrón de difracción por el detector EBSD, y otras herramientas solamente estarán disponibles en un procesado posterior que se realizará con los parámetros marcados por el usuario.

A continuación, se describirán todos los mapas y herramientas para tratar los datos adquiridos en una investigación.

### 1.2.1. Mapa de calidad del patrón

El mapa de calidad del patrón (PQM) permite representar el resultado de la interpretación del patrón de difracción en un mapa de contraste de grises.

La difusividad o la calidad de difracción de los patrones están influenciadas por un gran número de factores, incluyendo la imperfección de la red cristalina, la preparación metalográfica, la contaminación de la superficie, las fases presentes y las distintas orientaciones que éstas presentan, obteniéndose así, un mapa capaz de representar la zona de estudio con una mayor resolución y precisión que una micrografía SEM realizada en las mismas condiciones (Figura 1.7).

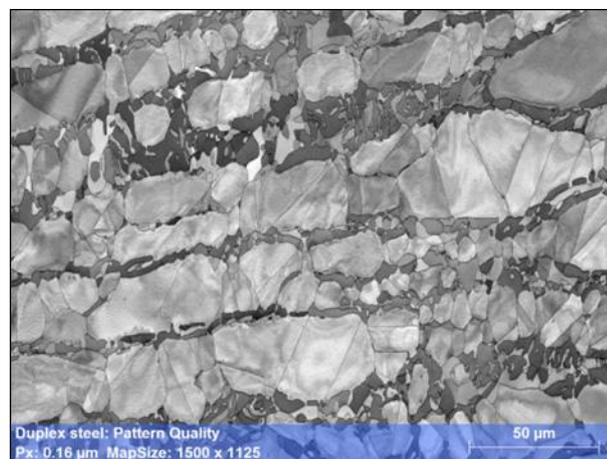


Figura 1.7. Mapa de calidad del patrón (PQM).

### 1.2.2. Mapa de fases

El mapa de fases es la herramienta más avanzada de la técnica EBSD ya que permite la identificación de fases (Figura 1.8). Esta herramienta, además de encontrar todas las fases de una muestra de forma semi-automática, ayuda a mejorar la calidad del indexado al determinar siempre la fase que más se ajusta en la bases de datos instalada.

Una ventaja adicional que presenta es que el método de transferencia continua de patrones del software permite realizar la mayor parte del análisis off-line, minimizando así el tiempo de ocupación del microscopio electrónico de barrido.

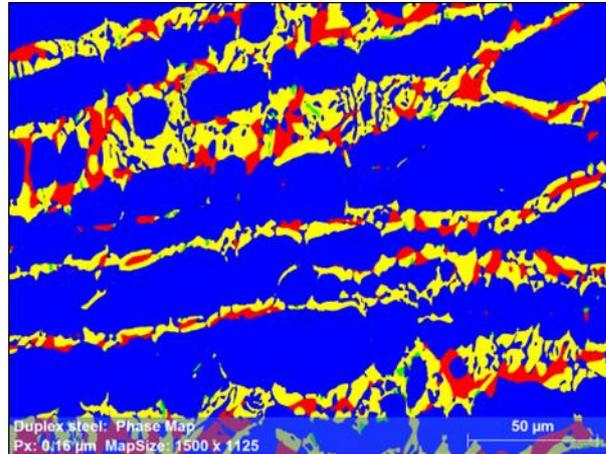


Figura 1.8. Mapa de fases.

### 1.2.3. Mapa de distribución de granos y límites de grano

Gracias a la colección de los patrones realizado por el software y transformados en píxeles, un grano se define por la colección de los píxeles vecinos en el mapa que tienen una desorientación menor de un determinado ángulo de tolerancia (Figura 1.9).

De este modo, la distribución de los granos se puede medir a partir de los datos recogidos para el mapa. Además, es posible mostrar histogramas de la distribución del tamaño de los granos (Figura 1.10), la posición y tipo de cada límite de grano.

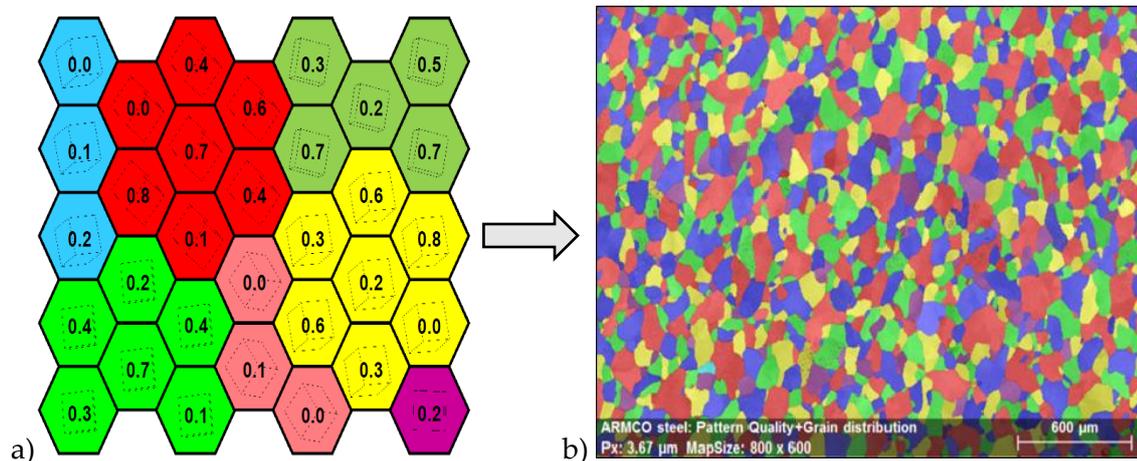


Figura 1.9. Mapa de granos: a) Formación de un grano; b) Mapa de distribución de los granos.

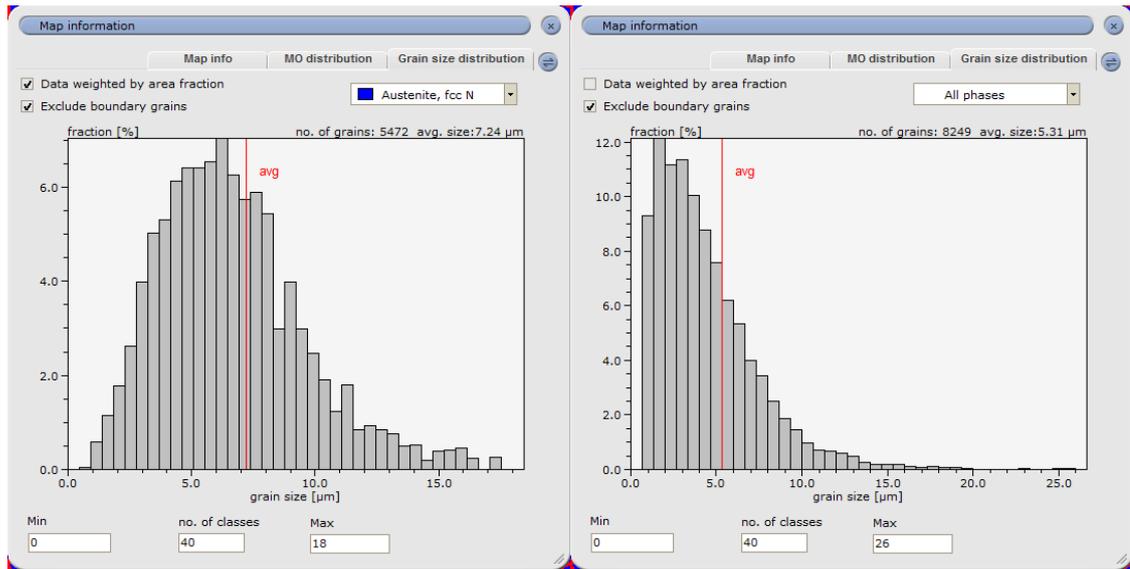


Figura 1.10. Histogramas de distribución de tamaño de grano.

### 1.2.4. Mapa de Euler

El mapa de Euler permite representar la orientación individual de cada grano. Cada orientación es simplemente el resultado físico de una secuencia de rotaciones. Las rotaciones se deben realizar con respecto a un sistema de coordenadas de la muestra examinada. Para describir las diferentes rotaciones se utilizan los denominados ángulos de Euler.

Dichos ángulos nos permiten parametrizar la orientación cristalina de un grano, describiendo tres rotaciones a lo largo de los ejes coordenados del cristal, definiendo cada rotación con un ángulo determinado. A continuación se presentan los tres ángulos y sus respectivas rotaciones.

- $\phi_1$ : primera rotación a lo largo del eje Z formando los ejes X', Y' y Z' (Figura 1.11).
- $\Phi$ : segunda rotación a lo largo del eje Y' formando los ejes X'', Y'' y Z' (Figura 1.11).

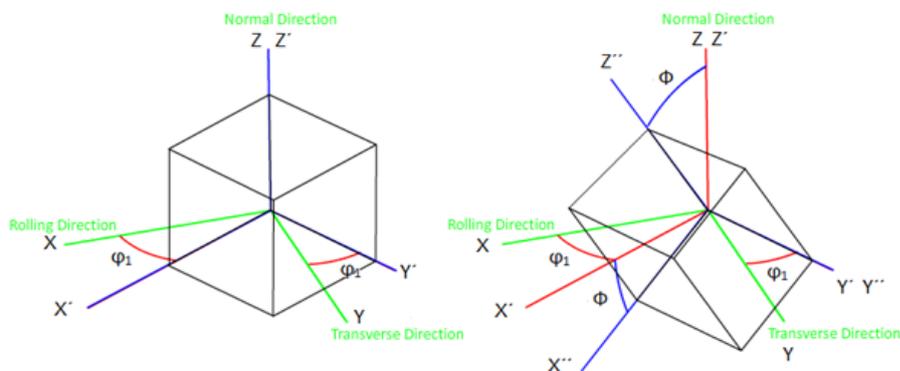


Figura 1.11. Primera y segunda rotación de los ángulos de Euler.

-  $\varphi_2$ : última rotación a lo largo del eje  $Z''$  para terminar formando el sistema ortogonal de ejes  $x, y, z$  (Figura 1.12).

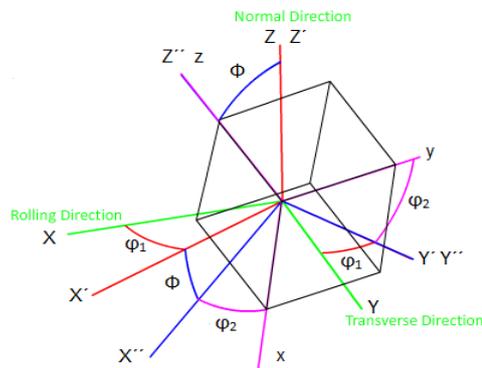


Figura 1.12. Tercera y última rotación de los ángulos de Euler.

### 1.2.5. Mapa del factor Schmid

Este mapa muestra los valores del factor Schmid, utilizando una escala de grises (Figura 1.13). Este factor es importante, como se verá más adelante, ya que permite elegir los sistemas de deslizamiento y comprobar qué granos son los responsables de facilitar o impedir los deslizamientos cristalográficos si al material se le somete a una deformación.

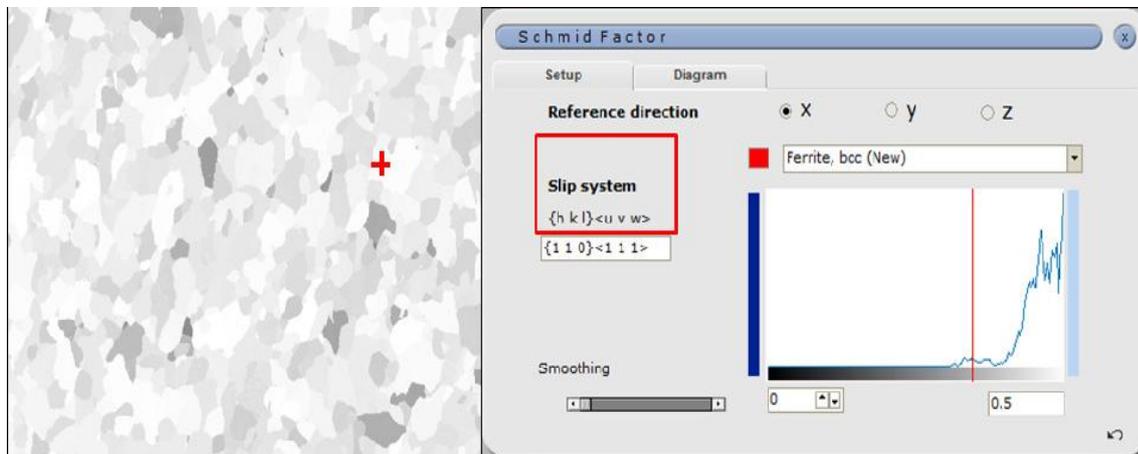


Figura 1.13. Mapa del factor Schmid.

### 1.2.6. Mapa de desorientación promedio en el grano (GAM)

El mapa de desorientación promedio (GAM) muestra la desorientación media de todos los píxeles que conforman un grano. Esto es una manera típica de mostrar cambios de orientación en el interior de los granos y se hace utilizando una escala de colores desde el azul al rojo, donde el azul significa cambios bajos de la orientación, mientras que el rojo representa desorientaciones cerca del máximo de la escala.

El mapa GAM puede ser en algunas situaciones bastante insensible a desorientaciones locales; esto es, cuando uno o más granos en el mapa contienen gradientes de orientación muy grandes, la escala será tan grande que la coloración del esquema será insensible a pequeñas o medianas variaciones de orientación. La Figura 1.14 presenta el caso de cuando el perfil de desorientaciones tiene cambios de orientación significativos de hasta 25 grados; es decir, los colores en el mapa van ligeramente desde el azul a azul claro. Esto demuestra lo importante que es siempre presentar el mapa GAM junto con su leyenda o, de lo contrario, la información significativa podría perderse o ignorarse.

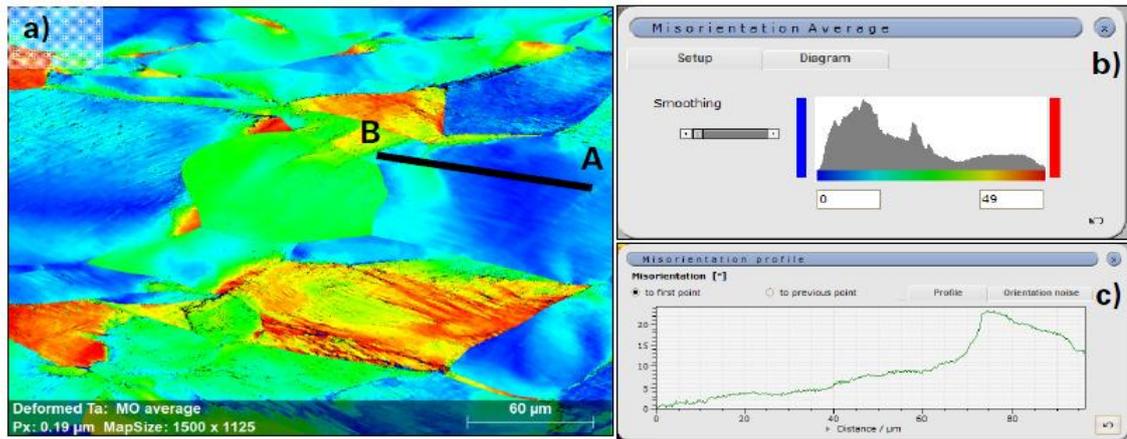


Figura 1.14. a) Mapa GAM de una muestra deformada; b) Leyenda correspondiente; c) Perfil de desorientación desde el punto A al punto B.

### 1.2.7. Mapa de desorientación promedio del núcleo (KAM)

El mapa de desorientación promedio en el núcleo (KAM) muestra la diferencia de orientación de un punto (núcleo) dentro de un grano con la orientación de sus vecinos con respecto a ese núcleo (Figura 1.15).

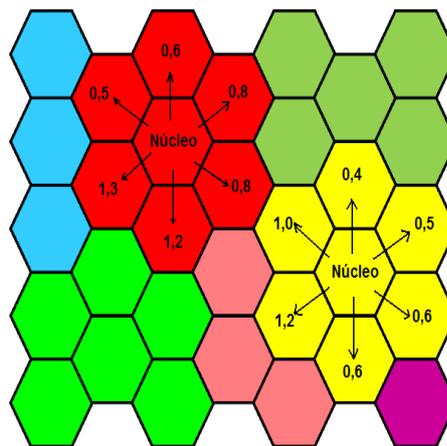


Figura 1.15. Formación del mapa KAM.

La cantidad de puntos vecinos tomados en consideración es definida por el usuario, cuando se elige el tamaño del núcleo en el procesamiento posterior a la adquisición de datos EBSD. En comparación con el mapa GAM, el mapa KAM está diseñado para mostrar cambios locales de orientación, en distancias a través de unos pocos píxeles. Esto hace que el mapa KAM sea la herramienta perfecta para visualizar altas concentraciones de dislocaciones y límites de ángulo bajo.

El tamaño del núcleo por defecto es de 3x3 píxeles, aunque también se puede cambiar a 5x5 y 7x7 píxeles.

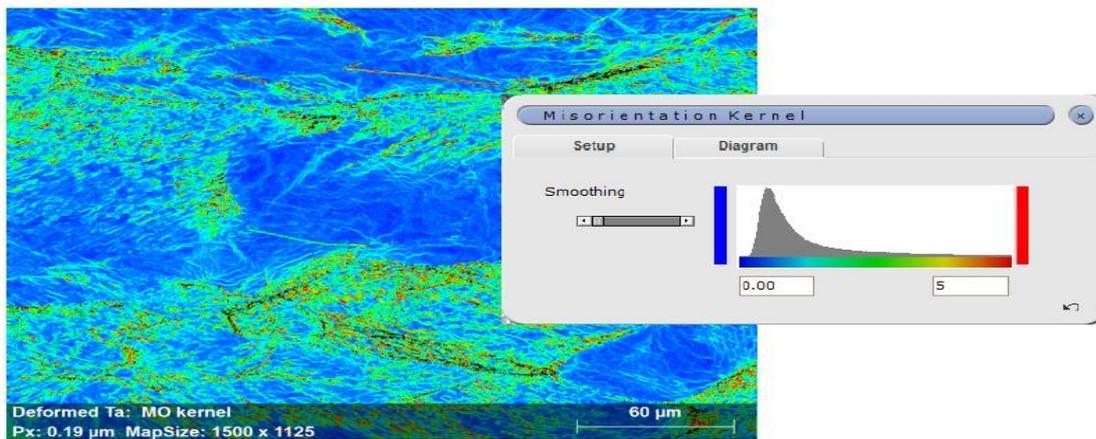


Figura 1.16. Mapa KAM de una muestra deformada y su correspondiente leyenda.

### 1.2.8. Representación de la textura cristalográfica

La textura cristalográfica puede ser definida como la orientación preferencial de los granos, es decir, la tendencia estadística de que los cristales o granos de un material policristalino estén orientados en una o más orientaciones particulares.

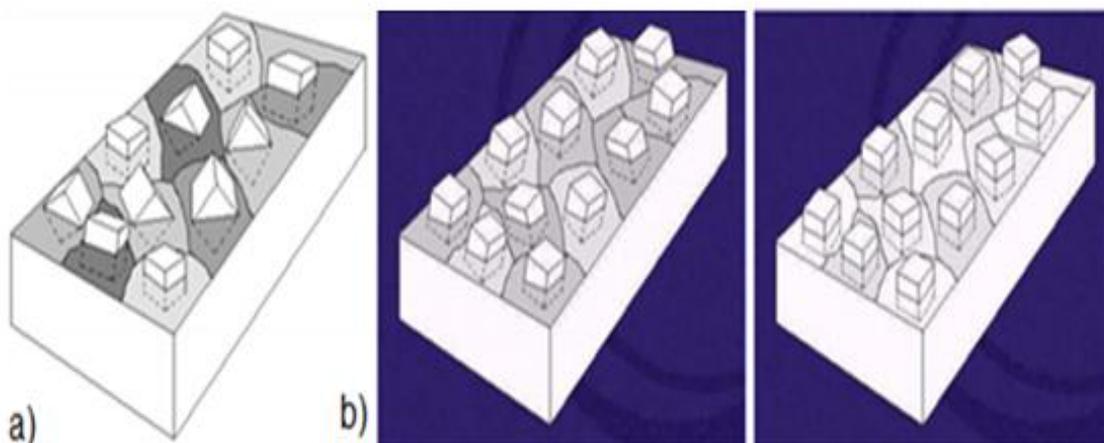


Figura 1.17. Representación de texturas a) textura aleatoria, b) textura preferencial.

En ocasiones, se usa el término textura aleatoria para expresar ausencia de orientación preferencial. La Figura 1.17 muestra la orientación de las estructuras cristalinas en los granos.

La textura normalmente se designa en la forma de componentes  $\{hkl\} \langle uvw \rangle$ , en función de la familia de planos atómicos y de la dirección cristalográfica preferencial en la que apuntan tales planos [6]. Desde el punto de vista de la ingeniería, la textura es importante cuando se desea aumentar la anisotropía de algunas propiedades mecánicas y eléctricas, de ahí la necesidad de controlar esta propiedad en el material [7].

Este tipo de análisis permite un mejor entendimiento de fenómenos relacionados con procesos de deformación, como por ejemplo, la recristalización en caliente o dinámica, propagación de micro-grietas, estudios de fatiga, relación de orientación entre fases y con la matriz, etc. [8].

Para describir la textura cristalográfica disponemos de las siguientes herramientas:

- Figuras de polo
- Figuras de polo inversas
- Función de distribución de orientaciones

#### 1.2.8.1. Figuras de polo

Una figura de polo es una proyección estereográfica (Figura 1.18), que muestra la distribución de polos, o las normales a planos cristalográficos específicos, usando los ejes de la muestra como ejes de referencia [7]. En el caso de textura aleatoria, los polos se distribuyen uniformemente en la proyección, pero si existe textura como tal, los polos aparecerán alrededor de algunas orientaciones preferenciales dejando las demás áreas desocupadas. La dirección de laminación (RD) está usualmente situada en la superficie, y la dirección transversal (TD) a la izquierda de la figura de polo. El centro del círculo corresponde a la dirección normal (ND) del plano de la placa [9].

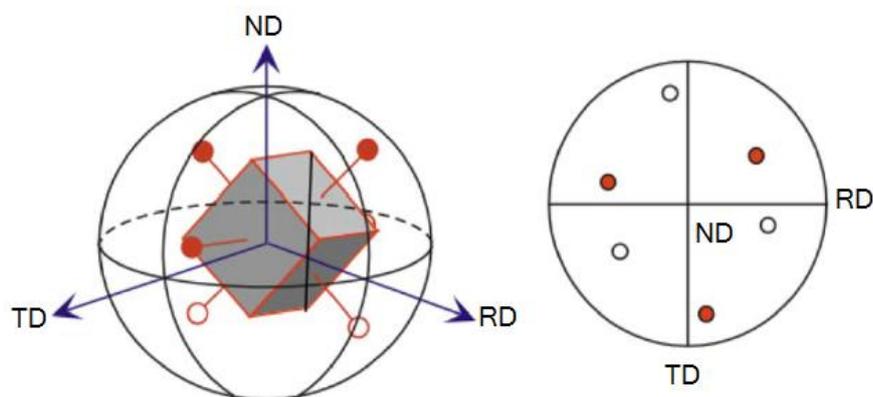


Figura 1.18. Proyección estereográfica de un cristal.

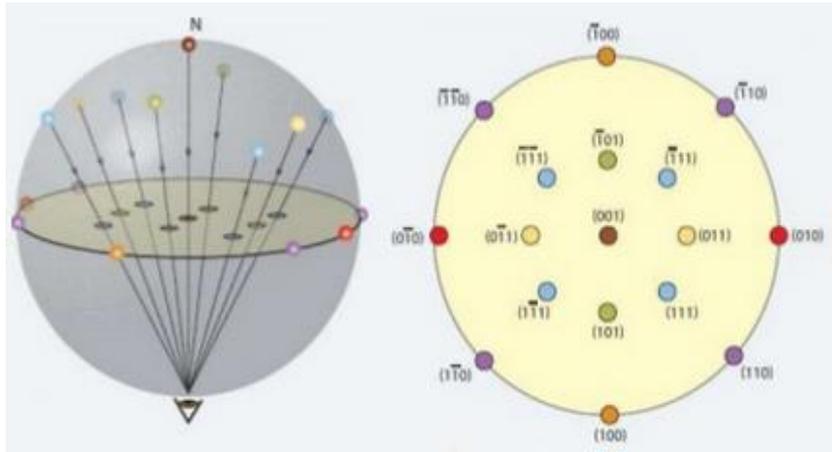


Figura 1.19. Principales direcciones cristalográficas.

### 1.2.8.2. Mapa y figuras de polo inversas

En una figura de polo inversa (Figura 1.20) se registra la densidad de polos de los planos  $\{hkl\}$ , paralelos a una superficie dada de la muestra, sobre un triángulo característico del sistema cristalino del material. Se conoce como figura de polo inversa porque es la normal a la superficie que barre el triángulo de orientaciones en busca de aquellas que representan la textura cristalográfica [10].

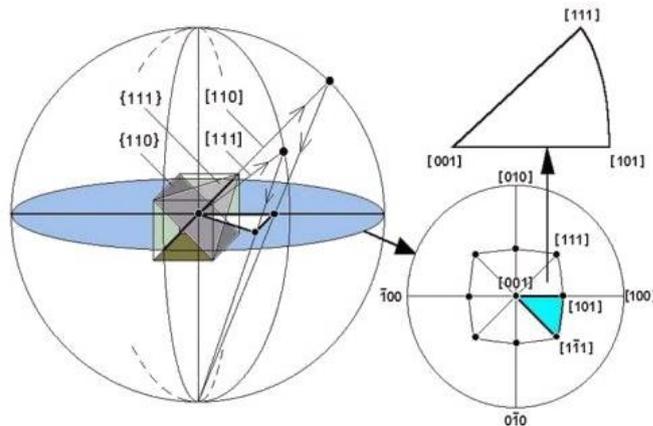


Figura 1.20. Proyección estereográfica.

### 1.2.8.3. Función de distribución de orientaciones

Para describir plenamente texturas cristalográficas es necesaria una representación en un espacio tridimensional. Esta representación se hace por medio de mapas o diagramas de distribución de orientación ODFs [11]. El espacio tridimensional para representar la textura (conocido como espacio de Euler) es definido por los tres ángulos  $\varphi_1$ ,  $\Phi$ , y  $\varphi_2$ . Estos ángulos constituyen tres rotaciones consecutivas que aplicadas a los ejes  $[100]$ ,  $[010]$  y  $[001]$  de la estructura cristalina del grano la hacen coincidir con los ejes RD, TD y ND de la muestra respectivamente, en caso de que sea seleccionado como sistema de coordenadas.

Las ODFs son calculadas a partir de figuras de polo y representadas gráficamente por secciones de  $\varphi_2$  constantes y su interpretación se hace a través de ábacos como el mostrado en la Figura 1.21.

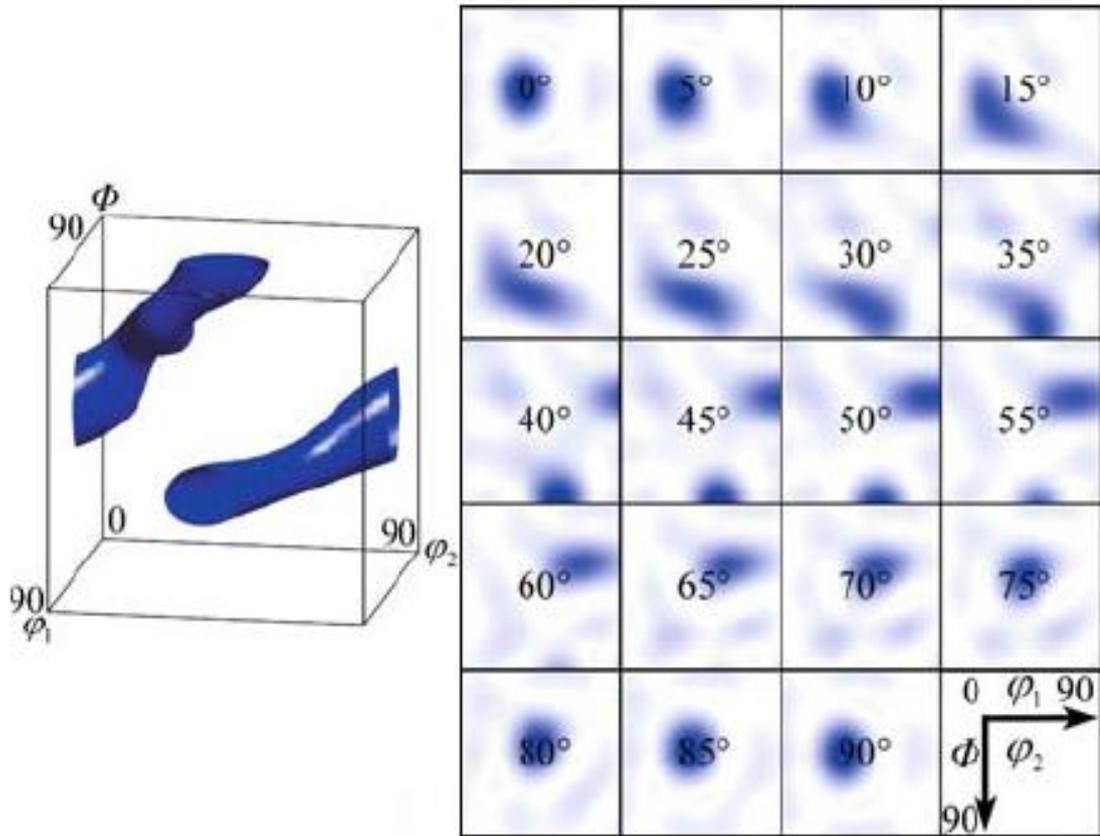


Figura 1.21. Representación de la textura mediante ODF y su vista tridimensional.

## 1.3. Aplicaciones de la técnica EBSD en Ciencia e Ingeniería de los Materiales

La difracción de electrones retrodispersados (EBSD) tiene un amplio campo de aplicaciones dentro de la Ciencia e Ingeniería de los Materiales. Estudiando la microestructura de los distintos materiales podemos centrarnos en diversas aplicaciones que se detallan a continuación y están recogidas en la Tabla 1.2.

Tabla 1.2. Principales aplicaciones de EBSD en Ciencia de los Materiales.

APLICACIONES	Herramientas de caracterización EBSD
Identificación y transformación de fases	Mapa de fases
Distribución y tamaño de grano	Mapa de grano e histogramas
Densidad de dislocaciones y deformación plástica	Mapa KAM
Fluencia en caliente	Mapa GAM
Límites de grano	Mapa PQM y clasificación de límites de grano
Recuperación y recristalización	Mapa IPF y figuras de polo
Soldadura	Mapa de fases y mapas IPF
Fatiga	Mapa PQM y caracterización de límites de grano
Corrosión bajo tensiones	Mapa factor de Schmid y caracterización de límites de grano

### 1.3.1. Identificación de fases

La identificación de fases cristalinas en sólidos requiere el conocimiento de dos propiedades microestructurales esenciales: la estructura cristalográfica y su composición química. La técnica de electrones retrodispersados (EBSD) nos permite identificar inequívocamente las distintas fases presentes en una determinada muestra.

Cada fase involucrada en un material responde a una determinada cristalografía, con sus respectivos parámetros de red, de este modo, cada fase mostrará un determinado

patrón de difracción. Partiendo del conocimiento de las fases presentes en nuestro material, podemos utilizar la técnica EBSD; para ello se emplea la base de datos de fases cristalográficas disponible en el software de análisis, ya que, en el caso contrario, se hace necesaria la aplicación conjunta de la técnica EBSD y la espectrometría de energías dispersivas (EDX). Con el análisis EDX, se pretende discriminar las composiciones presentes de las fases desconocidas y ligarlas a fases de composiciones químicas conocidas que se esperan encontrar en la muestra analizada.

La utilidad de la identificación permite evaluar como la presencia de distintas fases condiciona el comportamiento de nuestro material, tanto en propiedades de resistencia mecánica, resistencia a altas temperaturas, fluencia o el carácter frente a defectos de degradación como corrosión, oxidación, nitruración, etc.

En el siguiente ejemplo de aplicación de la técnica EBSD, se puede comprobar la identificación de las distintas fases de un acero dúplex [12]. Cada fase tiene una estructura cristalográfica y distintos parámetros de red que se recogen en la Tabla 1.3, factores importantísimos a tener en cuenta, ya que en el proceso de indexación, estos valores serán los que permitirán comparar los patrones captados por la cámara CCD del detector con los de la base de datos de fases cristalográficas del programa de análisis.

Tabla 1.3. Fases presentes en acero dúplex, su estructura cristalográfica y parámetros de red.

Fases	Estructura del cristal	Parámetros de red (Å)
Ferrita	Cúbica centrada en el cuerpo	a = 2,87
Austenita	Cúbica centrada en la cara	a = 3,66
Sigma	Tetragonal	a = 8,80 c = 4,56
Chi	Cúbica centrada en el cuerpo	a = 8,92

Cada fase encontrada se muestra con una leyenda de colores elegida por el usuario, así el mapa de fases es la herramienta utilizada para mostrar la distribución de éstas. En la Figura 1.22 se muestra el mapa de calidad del patrón (PQM) y el mapa de fases. Se pueden observar en el mapa de fases las cuatro fases: de color rojo la ferrita, en azul la austenita, amarillo la fase Sigma y de color verde la fase Chi. Podemos apreciar la diferencia entre un mapa y otro, mostrando la capacidad única de la técnica EBSD para simplificar la identificación de fases frente a un análisis EDX, en el que resulta más complicado de apreciar (Figura 1.23).

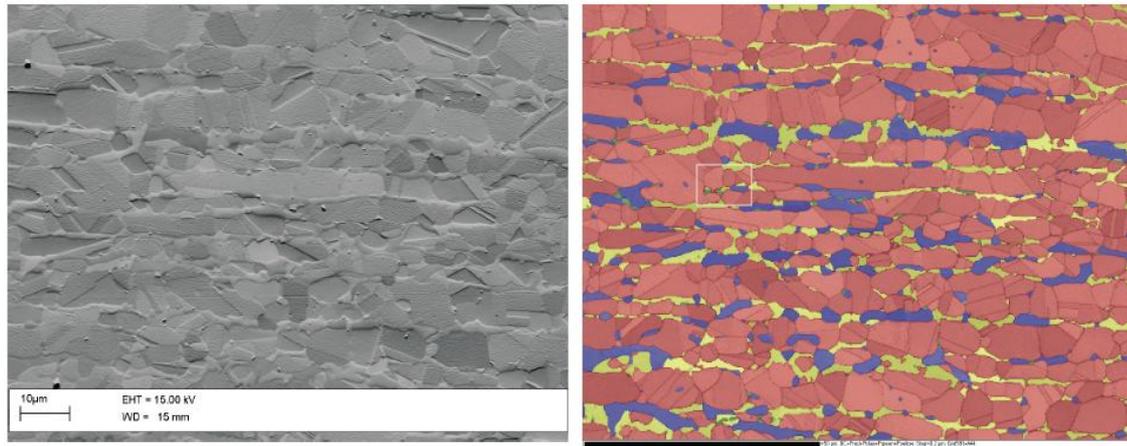


Figura 1.22. Mapa de fases y mapa PQM de un acero dúplex.

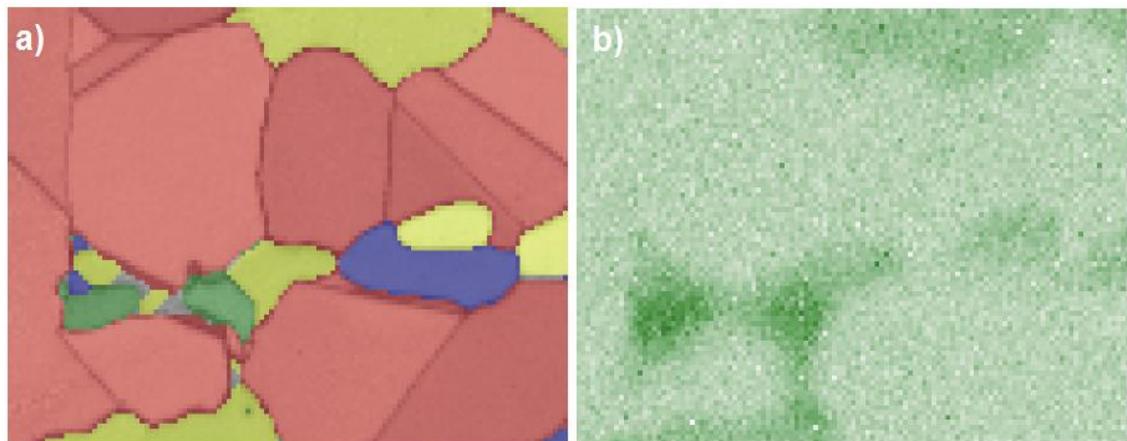


Figura 1.23. Diferencia entre mapas: a) Mapa de fases mediante EBSD; b) Mapa EDX.

### 1.3.2. Transformación de fases

La mayoría de las transformaciones en estado sólido no transcurren instantáneamente, ya que dependen del tiempo y la temperatura de servicio del material; en estos casos, se hace necesario caracterizar e identificar las distintas fases presentes para tener conocimiento de su carácter beneficioso o perjudicial en el material.

En esta aplicación, la técnica EBSD se utiliza para caracterizar la transformación de fases en un acero dúplex [13]. El acero dúplex está compuesto de ferrita y austenita. Para evaluar la transformación de fases, el acero es sometido a un envejecimiento térmico. El mapa de fases muestra el proceso de transformación que sufre la ferrita en austenita y fase Sigma en distintos espacios de tiempo a una temperatura de 845 °C. Hay que destacar que la fase Sigma es una fase perjudicial para el material ya que sensibiliza el acero y lo hace más reactivo a sufrir cualquier tipo de corrosión. Es por tanto necesario conocer su distribución y su fracción dentro de la muestra, características fundamentales que nos proporciona un análisis por EBSD.

En la Figura 1.24 se muestran los tres mapas correspondientes a las distintas etapas de la transformación. En la Figura 1.24a se muestra la ferrita en rojo y la austenita en color azul, en la siguiente imagen (Figura 1.24b) se muestra la aparición progresiva de fase Sigma (verde) después de tres minutos de envejecimiento térmico a 845 °C y en la Figura 1.24c se observa la transformación completa de la ferrita en austenita y fase Sigma transcurridos sesenta minutos manteniendo la muestra a 845 °C.

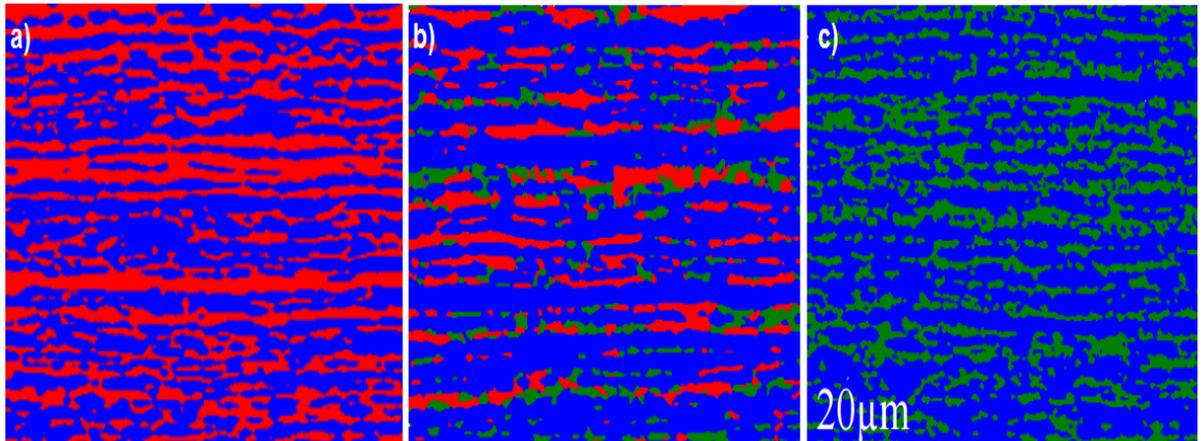


Figura 1.24. Mapa de fases de acero dúplex envejecido térmicamente: a) muestra recibida; b) Mapa transcurridos 3 minutos a 845 °C; c) Mapa transcurridos 60 min a 845 °C.

### 1.3.3. Distribución y tamaño de grano

El tamaño y la distribución de los granos tienen una considerable influencia en las propiedades mecánicas de los metales y aleaciones, es por eso de gran interés conocerlo. Así pues, podemos entender que la realización de los diferentes tratamientos térmicos tenga como principal objetivo obtener el tamaño de grano deseado.

Resulta evidente que dicho tamaño de grano es inversamente proporcional al número de granos presentes en la muestra. Así, un material con grano fino es más duro y resistente que un material que tiene granos gruesos, puesto que, el primero tiene un área total de límite de grano mayor para impedir el movimiento de las dislocaciones.

La ventaja que presenta la técnica EBSD frente a la microscopía óptica [14] es la capacidad de mostrar todos los granos y su distribución de tamaño mediante datos cuantitativos como histogramas. Además de la precisión que esto conlleva, también se obtiene una resolución mayor con los mapas utilizados en EBSD.

En la Figura 1.25 se aprecia una micrografía óptica de una aleación de níquel en la que simplemente se distinguen los límites maclados y escasamente se puede distinguir los granos que conforman el material a una resolución óptica de 20 μm, a diferencia de la técnica EBSD. El mapa de calidad del patrón permite distinguir perfectamente un grano de otro a una resolución óptica mayor (90 μm) y el software permite analizar la

zona y mostrar cada grano con una coloración mostrada en un mapa de distribución de granos.

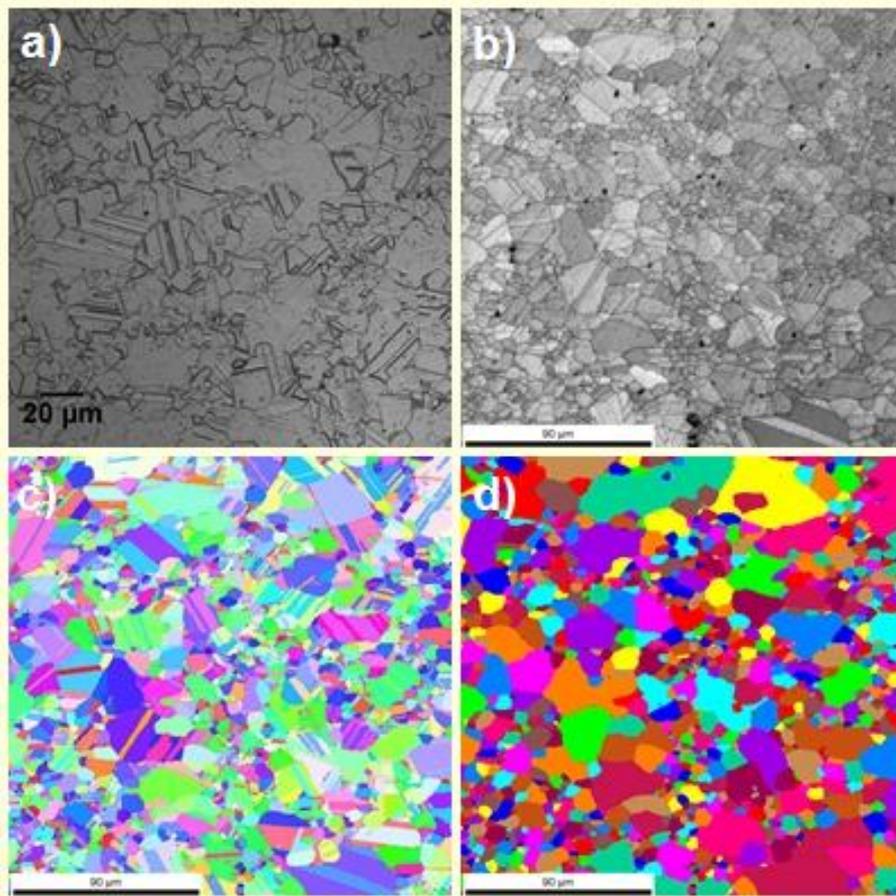


Figura 1.25. a) Micrografía óptica, b) Mapa PQM con la técnica EBSD, c) Mapa IPF y d) Mapa de distribución de granos.

### 1.3.4. Defectos cristalinos

Los materiales están formados por estructuras cristalinas, concepto teórico que permite explicar muchas de las propiedades que exhiben los materiales. Aunque partimos de una idealización, la forma como están colocados los átomos en un material real en muchas ocasiones difiere de la posición ideal que se espera encontrar a partir de la estructura cristalina.

Estas diferencias pueden explicarse planteando que el modelo de arreglo atómico puede poseer defectos y estos defectos afectan a las redes cristalinas, provocando su desorientación.

Los defectos se clasifican de la siguiente manera:

#### 1.3.4.1. Defectos puntuales

Se dan a nivel de las posiciones de los átomos individuales. Los principales defectos son:

- Vacantes. Son puntos de red vacíos en la estructura del material. Estos lugares deberían estar ocupados por átomos, sin embargo se encuentran vacíos.
- Átomos sustitucionales. Los materiales reales no son 100% puros sino que poseen impurezas, las cuales se definen como átomos diferentes del material original. Cuando uno de esos átomos diferentes sustituye un átomo original ocupando su punto en la red, recibe el nombre de átomo sustitucional.
- Átomos intersticiales. Son átomos que ocupan lugares que no están definidos en la estructura cristalina. Estos átomos se colocan en los intersticios que se forman entre los átomos originales.

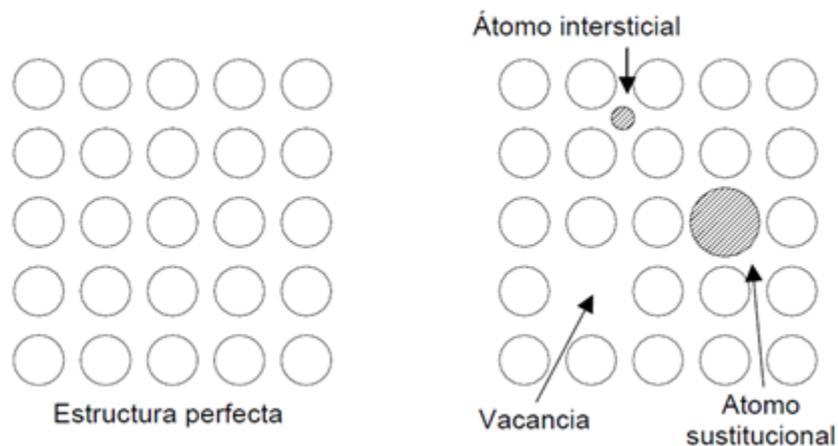


Figura 1.26. Diferencia entre una estructura perfecta y una estructura con defectos cristalinos.

### 1.3.4.2. Defectos lineales

Se dan a nivel de varios átomos encerrados generalmente en un plano. Los defectos lineales más importantes en los materiales son las dislocaciones.

Las dislocaciones se generan durante la solidificación o la deformación plástica de los materiales y consisten en planos extra de átomos insertados en la estructura cristalina.

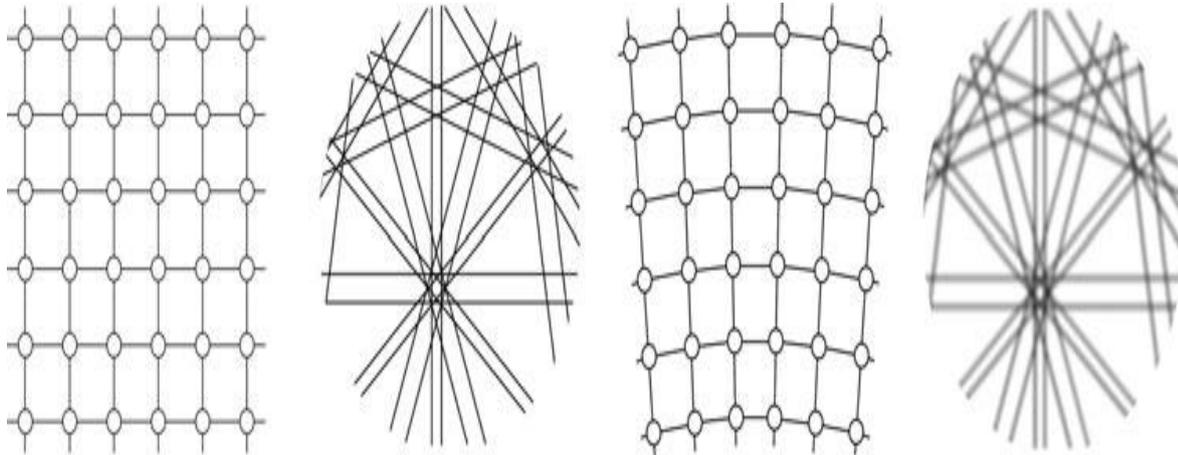


Figura 1.27. Diferencia de patrones de difracción en una estructura cristalina perfecta y una estructura deformada.

Las dislocaciones están formadas por los átomos originales del material. Debido a que el plano de átomos está insertado en la estructura en lugares no definidos por la misma, las dislocaciones causan la deformación del material cercano a ellas.

Los átomos en la estructura perfecta se encuentran a una distancia fija de equilibrio entre sí. La presencia de las dislocaciones y de los defectos puntuales altera esta distancia de equilibrio.

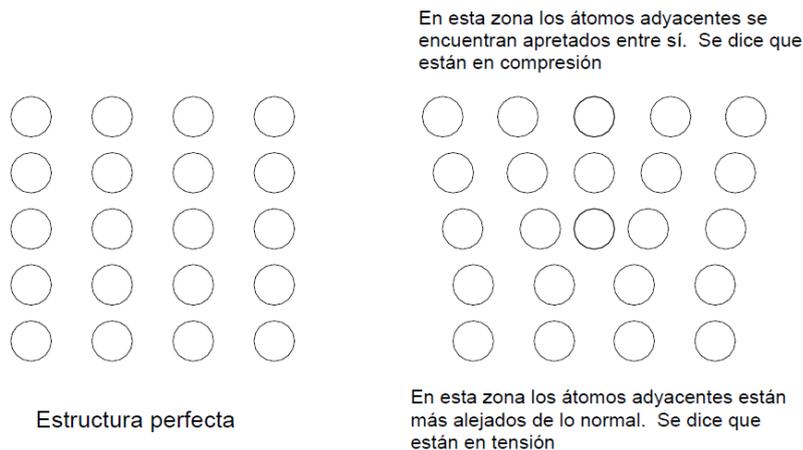


Figura 1.28. Diferencia entre una estructura perfecta y una estructura con dislocación.

Las dislocaciones tienen dos características importantes:

- Tienen la capacidad de moverse o desplazarse en el interior del material.
- Cuando una dislocación se desplaza, se divide aumentando el número de dislocaciones presentes en el material.

Cuando se aplica una fuerza sobre la dislocación, ésta se desplaza sobre un plano específico y en determinadas direcciones. Al plano se le llama plano de deslizamiento y a la dirección se le llama dirección de deslizamiento. A la combinación de un plano y una dirección se le llama sistema de deslizamiento.

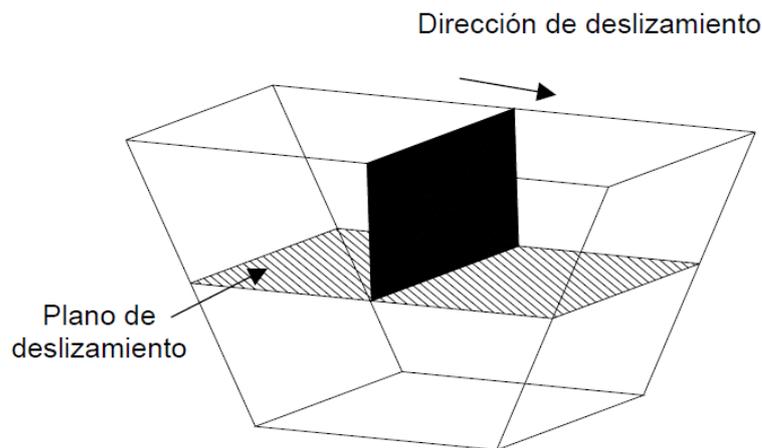


Figura 1.29. Sistema de deslizamiento de una dislocación.

Los metales pueden sufrir deformación elástica y deformación plástica. La deformación elástica es aquella deformación que desaparece cuando se retira la fuerza que la causa, mientras que la deformación plástica es que aquella que, una vez se hace en el material, no desaparece aun cuando se retire la fuerza.

Las dislocaciones juegan un papel muy importante en la deformación plástica de los metales [15]. Precisamente la deformación plástica se da porque la dislocación es capaz de moverse en el interior del material, causando la reubicación de los átomos que forman la red cristalina. La facilidad o dificultad para deformar plásticamente a un material depende entonces de la facilidad o dificultad de hacer que las dislocaciones comiencen a moverse y se mantengan en movimiento. Cuanto más difícil sea mover las dislocaciones del material, más difícil será (porque se requiere de más fuerza) deformar plásticamente al material.

La facilidad para hacer que las dislocaciones se muevan depende de muchos factores, uno de los cuales es el número de sistemas de desplazamiento que posea la estructura cristalina. A mayor número de sistemas de deslizamiento, es más fácil para las dislocaciones iniciar y mantener su desplazamiento, y por lo tanto el material será más fácil de deformar (o si se quiere, el material ofrece menor resistencia a ser deformado).

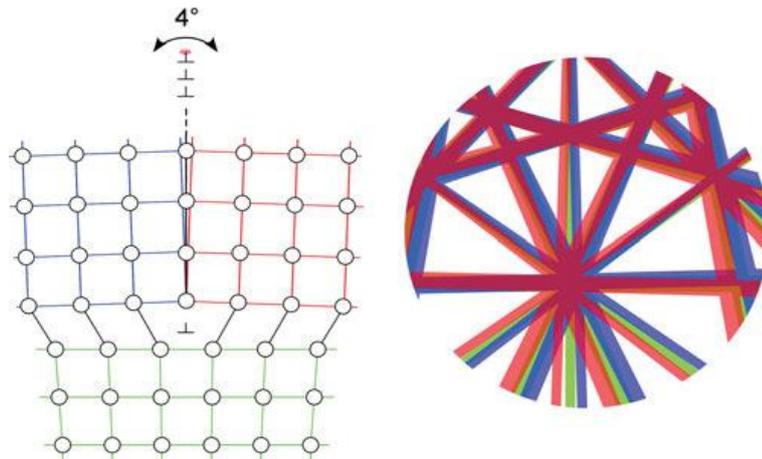


Figura 1.30. Esquema de una dislocación y su correspondiente patrón de difracción en EBSD.

La cantidad de deformación plástica que puede sufrir un material se mide con la propiedad llamada ductilidad. Un material que sólo puede deformarse plásticamente pequeñas cantidades es poco dúctil, mientras que un material que puede tener grandes cantidades de deformación plástica es más dúctil.

### 1.3.5. Densidad de dislocaciones y deformación plástica

La deformación plástica del material se produce por el deslizamiento de planos cristalográficos paralelos entre sí. Dichos planos no son ni paralelos ni perpendiculares a la carga aplicada. Generalmente los planos de deslizamiento corresponden con planos compactos (para los FCC los planos {111}). Para un plano concreto de deslizamiento existen ciertas direcciones preferenciales de deslizamiento, llamadas "direcciones de deslizamiento" (para los FCC las direcciones  $\langle 110 \rangle$ ). Cada sistema de deslizamiento necesita una tensión de cortadura determinada para su activación.

Dicha tensión crítica es siempre la misma para un mismo material con una misma densidad de dislocaciones. La tensión que sufre cada dirección de deslizamiento puede calcularse mediante la ley de Schmid [16].

La ley de Schmid explica que en un cristal con un estado dado (estructura inicial, deformación previa, temperatura), ocurre deslizamiento en un sistema particular cuando la tensión de cortadura sobre el plano de deslizamiento, en la dirección de deslizamiento, alcanza un valor crítico,  $\tau$ . El incremento de deslizamiento (irreversible) ocurre en el sentido de la tensión crítica aplicada (consumo de trabajo).

El criterio de plastificación de materiales cristalinos es, por tanto, extremadamente sencillo. Al apelar exclusivamente al nivel de la tensión de cortadura reducida al sistema de deslizamiento, tácitamente se excluye toda influencia de otros componentes de tensión y, en particular, de la tensión hidrostática ( $\sigma_h$ ), o de la tensión normal al plano de deslizamiento.

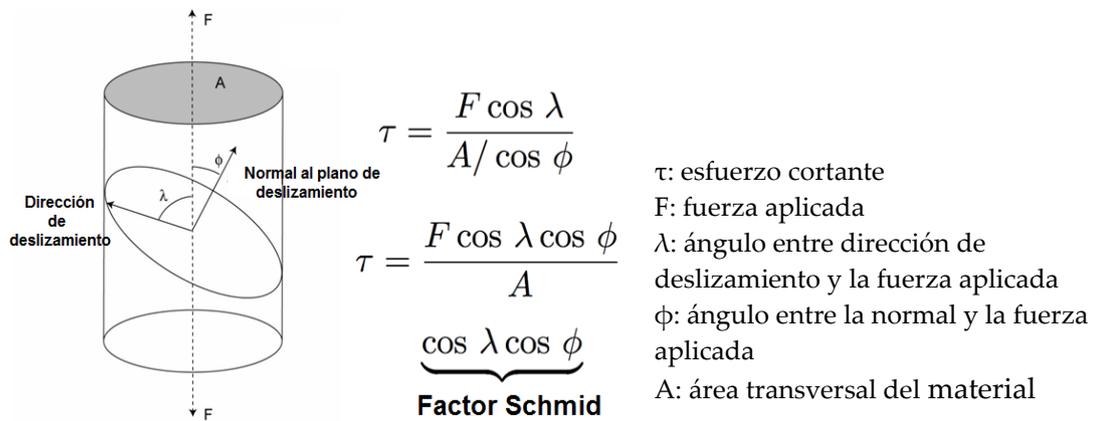


Figura 1.31. Representación esquemática de un sistema de deslizamiento.

El esfuerzo de tracción,  $\sigma$  induce sobre el plano de deslizamiento en la dirección de deslizamiento un esfuerzo de cortadura  $\tau$ :

$$\tau = \sigma \cos \phi \cos \lambda = \sigma m \quad \text{Ecuación 1.4.}$$

El límite elástico ocurrirá cuando  $\tau_c$  alcance un valor crítico:

$$\sigma_y = \tau/m = M \tau_c \quad \text{Ecuación 1.5.}$$

Donde:  $m$ , "factor de Schmid" es un factor geométrico (dependiente de la orientación del cristal) y  $M=1/m$  es un factor de orientación alternativo al "factor de Schmid"

Mediante esta ecuación es posible deducir que la resistencia a la deformación plástica de un material policristalino dependerá de la orientación de cada uno de sus granos.

Para ejemplificar como se utiliza el mapa de desorientación promedio en el núcleo (KAM), se estudia la densidad de las dislocaciones en una muestra provocado por la deformación plástica [17].

En la Figura 1.32 se observa la probeta sometida al ensayo de tracción con el fin de evaluar el incremento de las dislocaciones y el deslizamiento que éstas sufren a través del material.

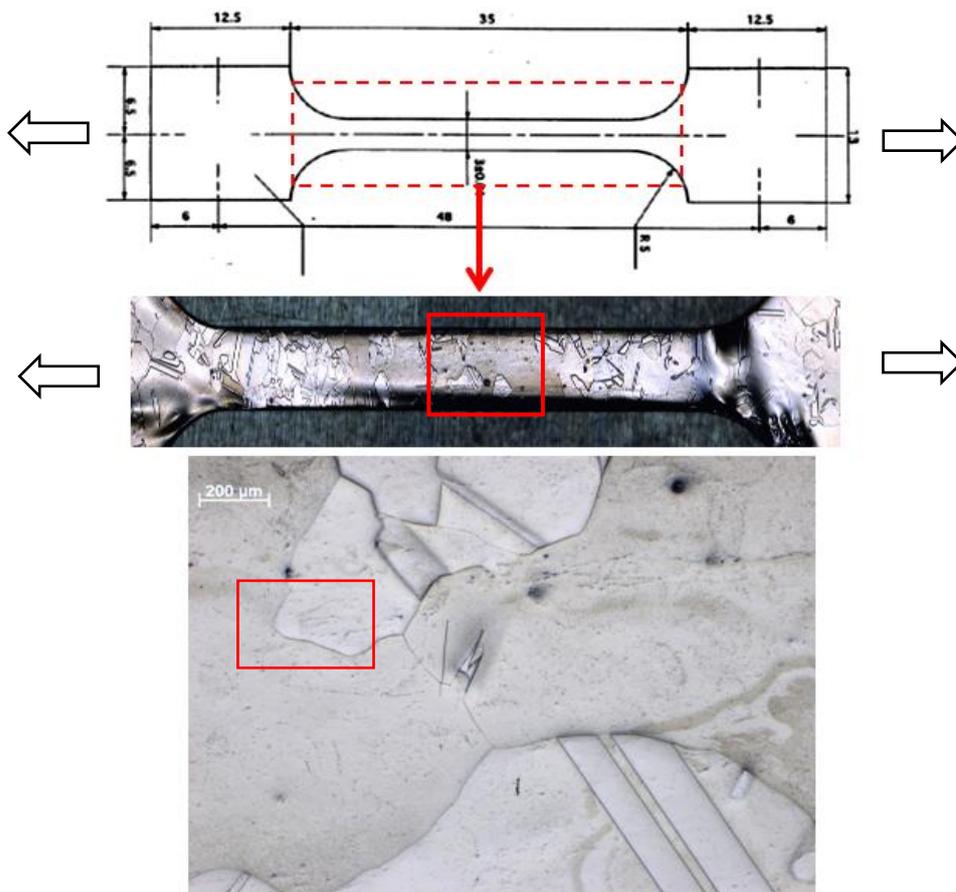


Figura 1.32. Ensayo de tracción de una probeta y área de estudio EBSD.

En la Figura 1.33, se muestra la evolución de las dislocaciones. Se puede destacar en cada una de las imágenes como a medida que se incrementa el esfuerzo de tracción se producen mayor densidad de dislocaciones.

Estas dislocaciones empezarán a desplazarse a través de los granos del material. Una vez lleguen a los límites de grano puede suceder dos escenarios, el primero si el material es dúctil las dislocaciones se transferirán a través de los límites de grano haciendo que el material sea más sensible a deformarse plásticamente antes de romper o por el contrario, si los límites de grano impiden el movimiento de las dislocaciones el material será más duro y resistente pero aumentado su fragilidad, ya que al impedir el desplazamiento de dislocaciones a través de los límites de grano se producirán concentración de tensiones que influirán en el tipo de fractura que desarrolle el material.

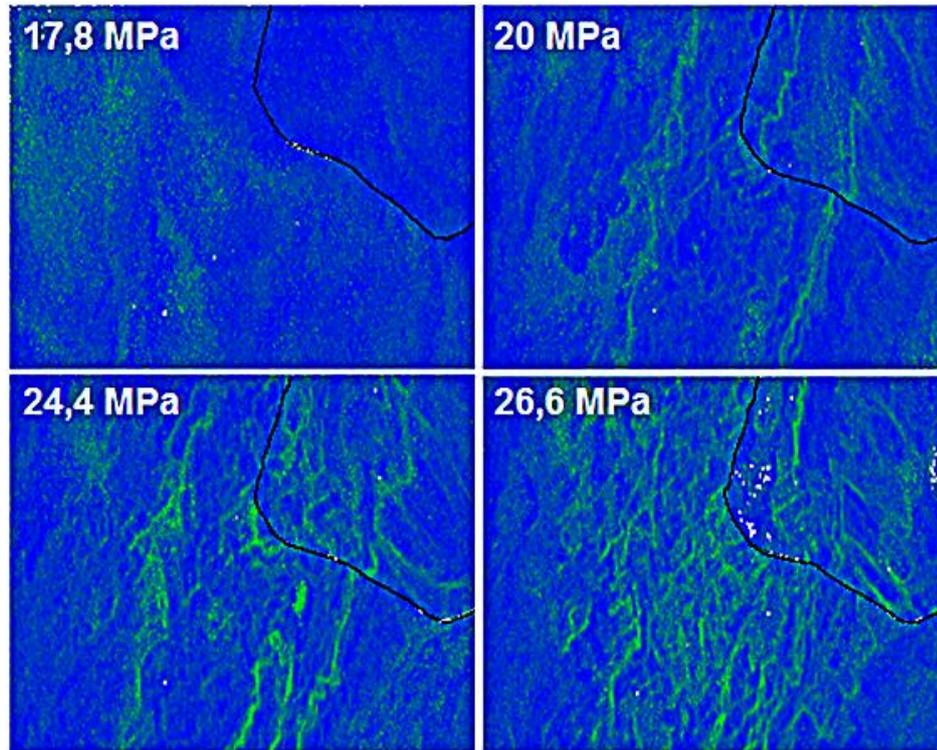


Figura 1.33. Evolución de las dislocaciones a diferentes esfuerzos de tracción (mapas KAM).

### 1.3.6. Fluencia en caliente

La fluencia es la deformación irrecuperable del material. A partir de la cual sólo se recuperará la parte de su deformación correspondiente a la deformación elástica, quedando una deformación irreversible.

Este fenómeno se sitúa justo encima del límite elástico, causando un alargamiento muy rápido sin que varíe la tensión aplicada. El fenómeno de fluencia se da cuando las impurezas o los elementos de aleación bloquean las dislocaciones de la red cristalina impidiendo su deslizamiento, proceso mediante el cual el material se deforma plásticamente.

Alcanzado el límite de fluencia, las dislocaciones se liberan, produciéndose una brusca deformación. La deformación en este caso también se distribuye uniformemente a lo largo del material, pero concentrándose en las zonas en las que se han logrado liberar las dislocaciones. No todos los materiales presentan este fenómeno, en cuyo caso la transición entre la deformación elástica y plástica del material no se aprecia de forma clara.

Para ejemplificar la utilización del mapa de desorientación promedio en el grano (GAM), en esta sección se muestra el estudio realizado a una barra de acero austenítico 316 de 10 mm de diámetro que sufre fluencia [18]. En el test de fluencia, el material se somete a una fuerza de tracción constante de 270 MPa y una temperatura de 600 °C,

evaluándose el material a lo largo del tiempo para ver su comportamiento en determinadas horas.

En la Figura 1.34 observamos los mapas de calidad del patrón y mapa de desorientación promedio en el grano (GAM), en estos mapas se observa el cambio en la microestructura a medida que va transcurriendo el tiempo. El fallo por fluencia se produce pasadas las 600 horas del experimento. En este test de fluencia se destaca la importancia de utilizar una herramienta que mida la desorientación promedio en los granos ya que permitirán predecir el comportamiento a fluencia de determinados materiales.

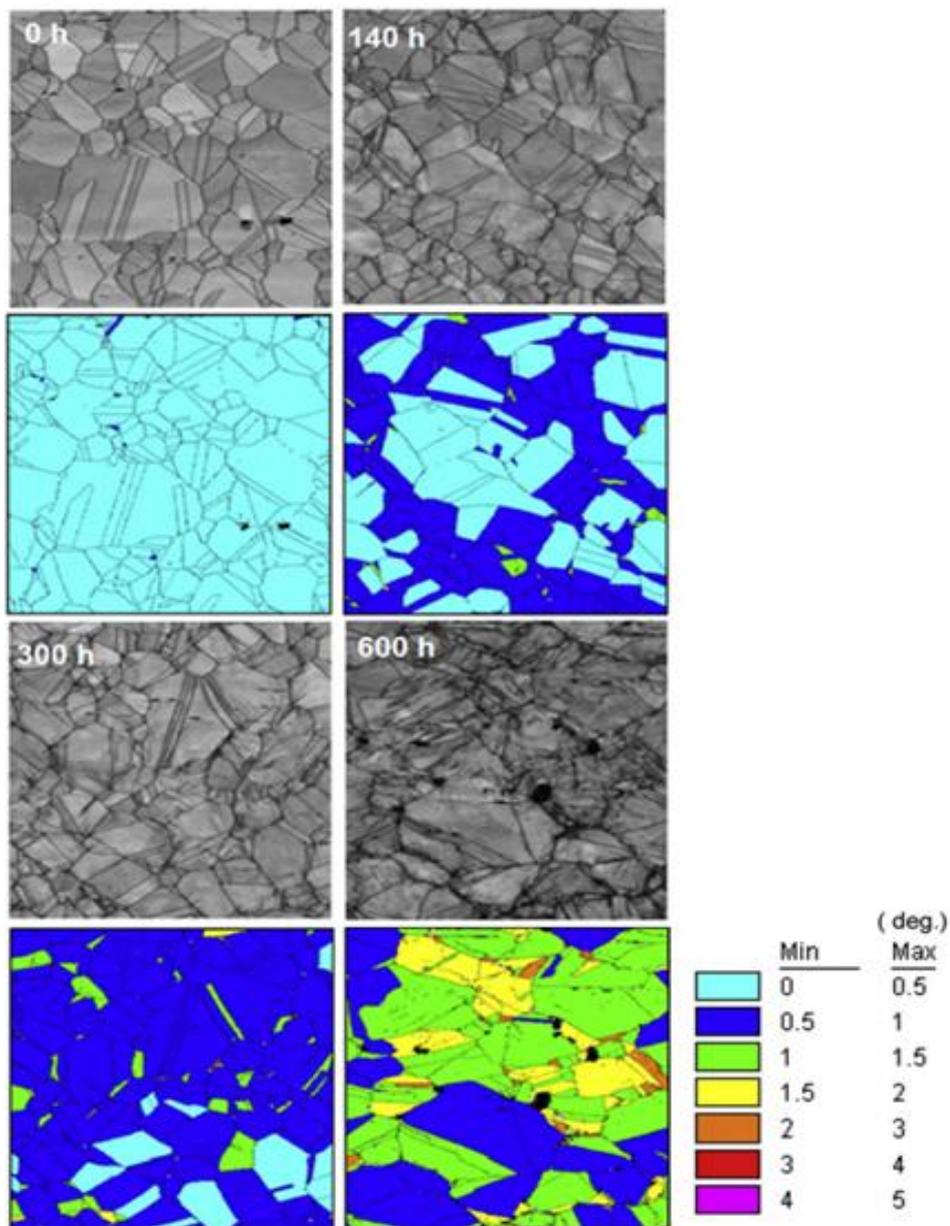


Figura 1.34. Comportamiento a fluencia de una aleación de níquel, en la izquierda se representa el mapa PQM y a la derecha los mapas GAM.

### 1.3.7. Límites de grano

Los principales defectos de superficie son los límites de grano. Son imperfecciones de la estructura cristalina y se ubican en un área determinada del material [19].

Todos los materiales cristalinos están formados por granos (cristales). Una buena analogía para comprender esto consiste en considerar a los granos como los ladrillos de una pared. Cada ladrillo representaría a un grano del material, así como al unir los ladrillos se forma la pared, al unir los granos se forma el material. Cada uno de los granos está unidos entre sí únicamente por interferencia física de forma parecida a como se unen las piezas de un rompecabezas. Cada grano presenta una interfase o superficie y esta interfase queda definida por los enlaces químicos incompletos de los átomos que la forman.

#### 1.3.7.1. Límites de alto y bajo ángulo

Los límites de grano limitan las longitudes y los movimientos de las dislocaciones. Por lo tanto, teniendo granos más pequeños (una mayor superficie de límites de grano) se fortalece un material.

Los límites de grano son generalmente llamados límites de grano de ángulo alto cuando las dos redes tienen un ángulo de desorientación  $\theta$  mayor que  $15^\circ$  y los límites de grano con un valor menor se llaman límites de grano de ángulo bajo (límites de subgrano). Los átomos en los límites de grano de ángulo alto se consideran que tienen una alta movilidad, mientras que los átomos en límites de ángulo bajo tienen una baja movilidad.

Hay dos tipos especiales de límites de grano de ángulos bajos: el límite de grano de inclinación y el límite de grano de torsión. En un límite de grano de inclinación, el eje de rotación de las orientaciones del cristal es paralelo al plano del límite y en los límites de grano de torsión el eje de rotación es perpendicular al plano del límite [20]. Los límites de grano de ángulo bajo pueden ser fácilmente descritos con redes de dislocación de dos dimensiones, lo que se llama el modelo de dislocación de un límite de grano. En los límites de inclinación, el límite se considera como una colección de dislocaciones de borde paralelas, mientras que un límite de torsión se considera como un conjunto de dislocaciones de tornillo [20].

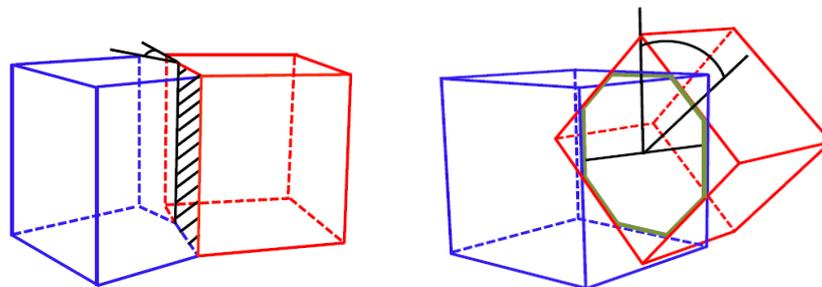


Figura 1.35. A la izquierda límite de inclinación, a la derecha límite de torsión.

La suposición de que un límite de grano de ángulo bajo es un límite de inclinación o un límite de torsión es un caso simplificado. En general, los límites de grano consisten en una mezcla de los límites de grano de inclinación y de torsión, por lo tanto contienen conjuntos de dislocaciones de borde y de tornillo.

### 1.3.7.2. Límites de macla

Se producen cuando una porción del cristal toma una orientación que está relacionada de un modo simétrico definido con la del resto del cristal sin deformar. La parte del cristal deformada es una imagen especular del cristal original (Figura 1.36). La energía interfacial de este tipo de límite es mucho menor que la de los límites de grano que se forman cuando los cristales de orientación arbitraria crecen juntos. Un cambio entre muchos espacios atómicos produce una región de macla. El plano de simetría entre las dos partes se denomina plano de macla [21]. Considerando que el movimiento de dislocaciones es muy sensible a la velocidad de deformación y a la temperatura, el maclado tiene una menor sensibilidad a estos parámetros. Sin embargo, es bien conocido que la actividad de las dislocaciones está íntimamente conectada con la nucleación y crecimiento de maclas.

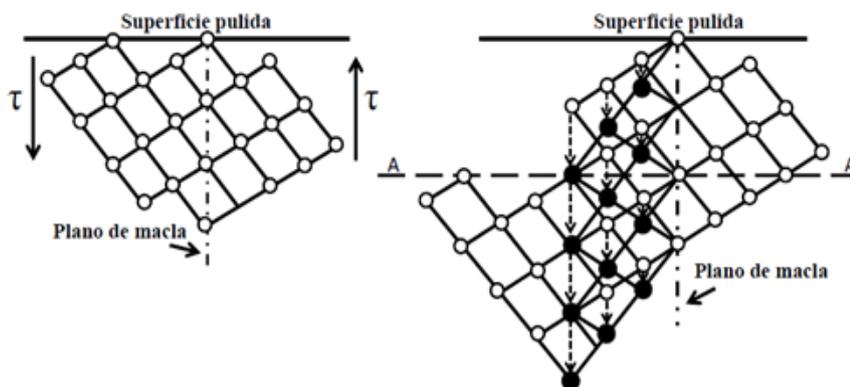


Figura 1.36. Esquema clásico de maclaje.

Las maclas se pueden producir por deformación mecánica o como resultado del recocido posterior a la deformación plástica. Las primeras se conocen como maclas mecánicas y las segundas se llaman maclas de recocido.

#### -Maclas mecánicas

Los metales FCC no deforman normalmente por maclado mecánico, pero se han observado maclas mecánicas en el cobre por deformación a tracción a 4K. En metales y aleaciones FCC, el esfuerzo de maclado está directamente relacionado a la energía de falla de apilamiento. Mientras que el movimiento de la dislocación es muy sensible a la velocidad de deformación y a la temperatura, el maclado tiene una sensibilidad menor a estos parámetros. El maclado mecánico puede tener dos efectos sobre la evolución de la deformación plástica [22]:

- Subdivide los granos y por lo tanto aumenta las barreras al deslizamiento y la velocidad de endurecimiento por trabajo.
- Contribuye a la deformación plástica debido al corte por maclado, el cual induce un decrecimiento en la velocidad de endurecimiento por trabajo.

-Maclas de recristalización o de recocido

La presencia de las maclas de recocido es un factor muy importante en la optimización de la resistencia y la ductilidad en materiales. Lu et al. [23] mostraron un equilibrio entre resistencia mecánica y conductividad eléctrica en cobre lo cual puede ser obtenido por la introducción de una alta densidad de maclas de recocido a escala nanométrica. Demostraron una resistencia a la tracción 10 veces mayor que la del cobre convencional de grano grueso, pero conservando una conductividad comparable al cobre puro. Argumentaron que el incremento en la resistencia se produce por el bloqueo efectivo del movimiento de dislocaciones por numerosos límites de macla coherentes que poseen una extremadamente baja resistividad eléctrica a diferencia de otros tipos de límites de grano. En esas investigaciones también se observó el incremento en el alargamiento uniforme pasando de 1% sin nanomaclas a 10% con la introducción de nanomaclas.

### 1.3.7.3 Límites especiales

El término de “límite especial” aparece extensamente en la literatura, especialmente en conexión con la ingeniería de límite de grano (GBE). Algunas definiciones de límites especiales se relacionan con la geometría, algunas a las propiedades y algunas las interrelaciona. Por ejemplo, con respecto a la geometría un límite especial es una transformación cristalográfica entre dos cristales. Por otro lado, cuando se refiere a las propiedades de los límites especiales, esta definición puede ser asociada íntimamente con los sitios de red coincidentes CSL.

Un CSL será especial solamente en términos de sus propiedades, si se puede mantener una estructura periódica en el plano límite. Sin embargo, hasta ahora la ingeniería de límite de grano (GBE) se ha referido principalmente a la presencia de maclado múltiple cuando solamente se presentan en abundancia límites CSL del tipo  $\Sigma 3$ , que en su mayoría poseen propiedades especiales, más unos pocos de otros tipos  $\Sigma 3^n$ .

Para describir la estructura con límites de granos de ángulos altos, se usa el modelo de sitios de red coincidentes (CSL). El CSL describe los límites de grano que tienen una estructura ordenada cuando la orientación de dos granos adyacentes es tal que el límite de grano es un plano con una alta densidad de sitios coincidentes de átomos de dos redes cristalinas de diferentes granos [24]. Un CSL se produce como sigue: dos cristales son considerados para llenar todo el espacio. En algunas orientaciones relativas varios puntos de red pueden pertenecer a los dos cristales y estos puntos comunes de la red forman una red que se puede considerar como la red de sitios coincidentes.

Los límites CSL son caracterizados por valores específicos de desorientación lo cual permite que los átomos desde redes vecinas coincidan ficticiamente, y la densidad recíproca de sitios coincidentes es designada por  $\Sigma$ . El valor  $\Sigma$  indica la fracción de átomos en coincidencia. Si dos cristales vecinos prácticamente se superponen, por ejemplo, un límite  $\Sigma 3$  tiene 1/3 de átomos en sitios coincidentes, un límite  $\Sigma 5$  tiene 1/5 de átomos en sitios coincidentes y un  $\Sigma 7$  tiene 1/7 de átomos en sitios coincidentes. Las 24 clasificaciones  $\Sigma$  de un límite de grano solamente vendrán determinadas por la desorientación [25]. Para comparar la desorientación entre los límites de granos medidos con desorientaciones CSL ( $\theta$ ), es conveniente describir los límites coincidentes con la ayuda de los ángulos de Euler.

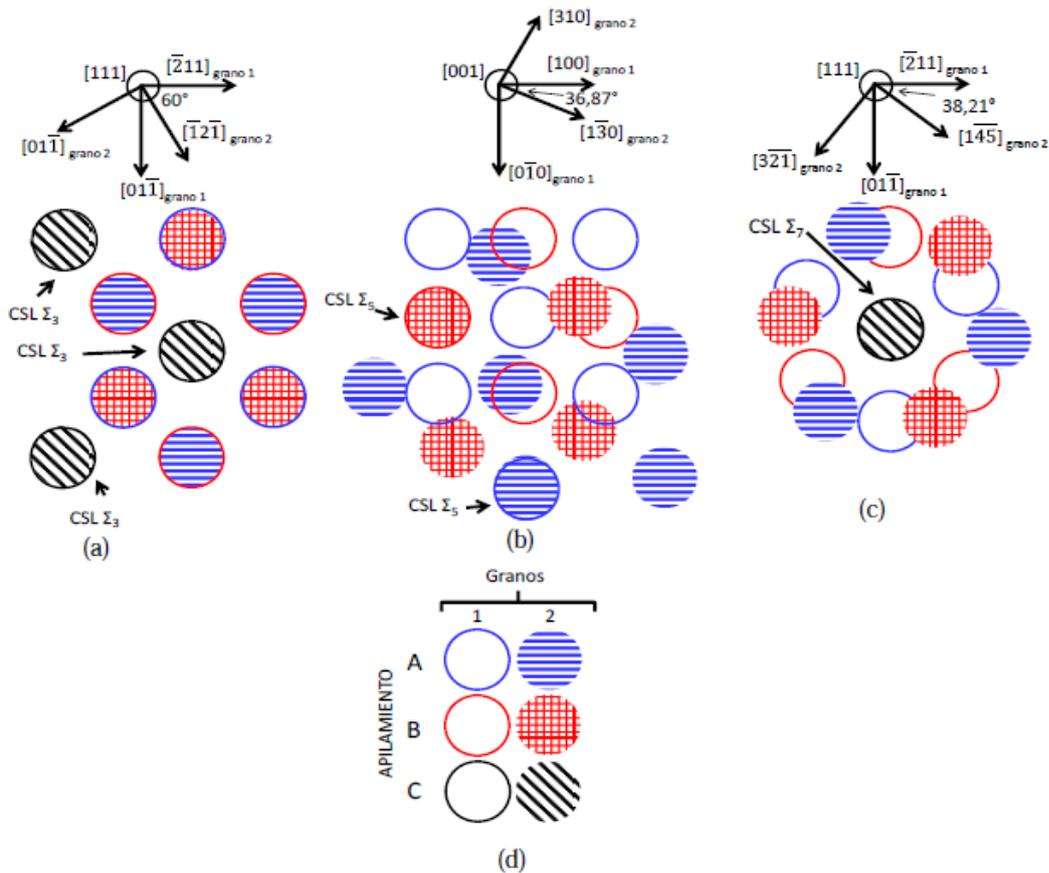


Figura 1.37. Esquemas de los límites de grano especiales (CSL): (a) Límites de macla coherente  $\Sigma 3$  (en donde 3 de los 9 átomos coinciden); (b) Límite  $\Sigma 5$  (en donde 2 de los 10 átomos están en coincidencia); (c) Límite  $\Sigma 7$  (en donde 1 de los 7 átomos están en coincidencia); (d) Nomenclatura utilizada para cada grano, con apilamiento ABC para los planos (111) y AB para los planos (001) [26].

-Límites especiales  $\Sigma 3$ .

Muchos de los CSL generados mediante ingeniería de límite de grano (GBE) son  $\Sigma 3$  o  $\Sigma 3^n$ . Una macla de recocido tiene una desorientación  $\Sigma 3$  y límites de grano en planos  $\{111\}$ . Estos son algunas veces conocidos como “maclas coherentes”, en contraste a las “maclas incoherentes” las cuales tienen una desorientación  $\Sigma 3$  en el plano  $\{112\}$ . Hay otras interfaces las cuales comprenden la clase  $\Sigma 3$ , es decir otras inclinaciones y giros

sobre planos racionales y límites de grano  $\Sigma 3$  sobre planos irracionales, los cuales son también incoherentes [26].

Las maclas coherentes  $\Sigma 3$  sobre los planos {111} tienen particularmente bajo volumen libre (donde el volumen libre es la principal característica intrínseca que gobierna el comportamiento del límite). Considerando otros  $\Sigma 3$  teniendo planos “especiales” (inclinación o giros, sobre planos de bajo índice) y tienen mayor volumen libre, estos son todavía mucho menor que el valor promedio de los límites de ángulo grande. Las propiedades de los tipos  $\Sigma 3$  coherentes e incoherentes son marcadamente diferentes (las maclas coherentes son inmóviles y las incoherentes son muy móviles). En general se puede decir que potencialmente todas las  $\Sigma 3$  tienen propiedades que son diferentes a los límites aleatorios [27].

### **1.3.8. Recuperación y recristalización**

La recuperación es la primera etapa del proceso de recocido. Por una parte, con mayor temperatura se produce el alivio de esfuerzos internos causados por el trabajo en frío (tensiones residuales). Por otra parte, se producen cambios microestructurales, mientras que el proceso de recristalización implica la nucleación y crecimiento de nuevos granos libres de deformación con el fin de reemplazar la microestructura deformada o recuperada. La recristalización de la microestructura deformada es a menudo llamada recristalización primaria [28] con el fin de distinguirla del proceso de crecimiento anormal del grano que puede ocurrir en un material completamente recristalizado y que a veces se llama recristalización secundaria.

La recristalización ocurre por dos mecanismos principales: un núcleo aislado puede expandirse dentro de un grano deformado, o un límite de grano de ángulo alto puede emigrar a una región más deformada del metal. En cada caso, la estructura del lado cóncavo del límite que se mueve está libre de deformación y tiene una energía interna relativamente baja, mientras que la estructura del lado convexo de la interfaz que se mueve está altamente deformada y presenta una gran densidad de dislocaciones y una energía interna alta. Por lo tanto, el crecimiento de un nuevo grano en expansión durante la recristalización primaria conduce a una disminución global en la energía interna del metal por la sustitución de regiones deformadas por regiones libres de deformación [29].

La recristalización primaria puede ser dividida en dos mecanismos: nucleación, lo que corresponde a la primera aparición de nuevos granos en la microestructura y el crecimiento durante el cual los nuevos granos reemplazan el material deformado. Aunque estos dos eventos ocurren de manera consecutiva para cualquier grano particular, tanto la nucleación como el crecimiento pueden ocurrir en cualquier momento a lo largo del espécimen. Como ejemplo de aplicación de la técnica se muestra un estudio realizado a una chapa de aleación de níquel a la cual se le sometió a un plegado y posteriormente a un recocido de alivio [30]. Mediante mapas EBSD se investiga la zona anterior y posterior al tratamiento térmico, retratándose tres zonas de

especial interés, mostrando una zona comprimida, una zona neutral y la otra zona traccionada.

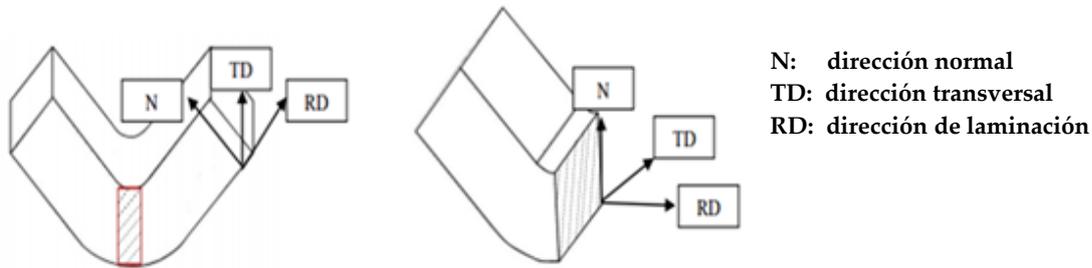


Figura 1.38. Chapa plegada de una aleación de níquel.

Para investigar lo que ha producido el plegado de la chapa se muestran dos tipos de herramientas EBSD, una es el mapa de figuras de polo inversa (IPF) para mostrar la densidad de las direcciones normales a los planos de los granos, y la otra herramienta son las figuras de polo que permiten ver la distribución de la textura cristalográfica.

En la Figura 1.39 se destaca las zonas sometidas a tracción, compresión y neutral. Cada una de ellas tiene particularidades en cuanto a la orientación de sus granos. Así, destacamos como en la zona traccionada predominan los granos cuyas normales a sus planos tienen una dirección cristalográfica preferencial, ya que hay predominio de color rojo-azul (direcciones  $\langle 001 \rangle$  y  $\langle 111 \rangle$ ), en la zona neutral, hay más aleatoriedad de las direcciones cristalográficas (no hay un color preferencial), y en la zona comprimida observamos como la dirección cristalográfica preferencial es la  $\langle 101 \rangle$ , en este caso, predominando el color verde del mapa IPF. Es importante mencionar cómo los granos son muy pequeños debido al endurecimiento causado por el plegado.

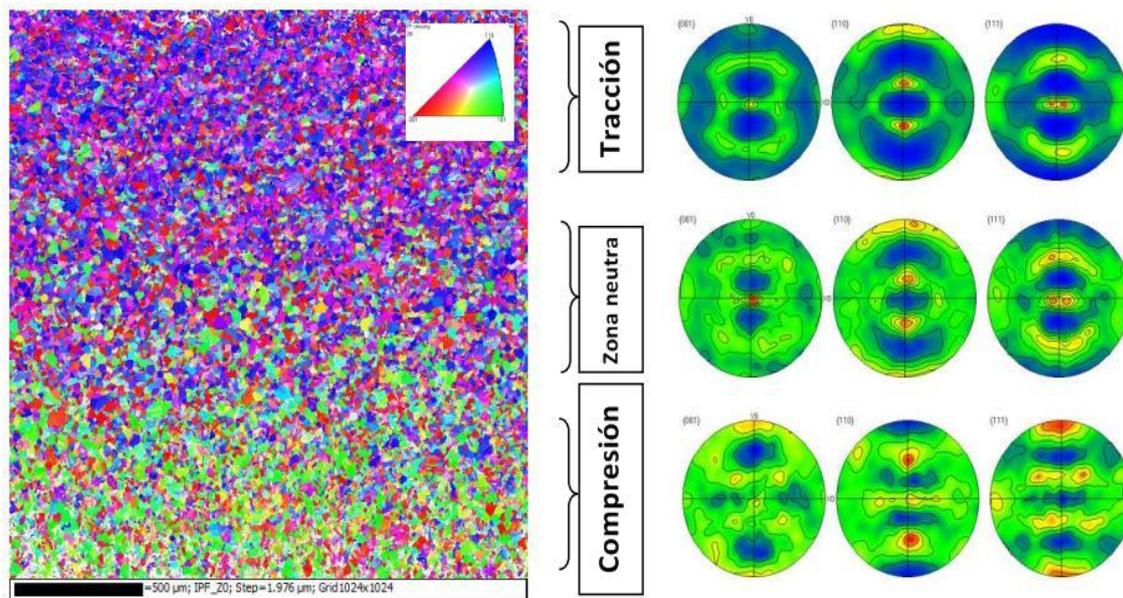


Figura 1.39. Mapas IPF y figuras de polo de la chapa plegada antes del tratamiento térmico.

Aplicando el tratamiento térmico de recocido de alivio, conseguimos incrementar el tamaño del grano y relajar todas las tensiones provocadas por el plegado, tanto en la zona comprimida como la zona traccionada.

Con el tratamiento hemos recuperado la aleatoriedad de la textura cristalográfica observando el cambio en la Figura 1.40. En este caso, hemos mejorado el comportamiento del material.

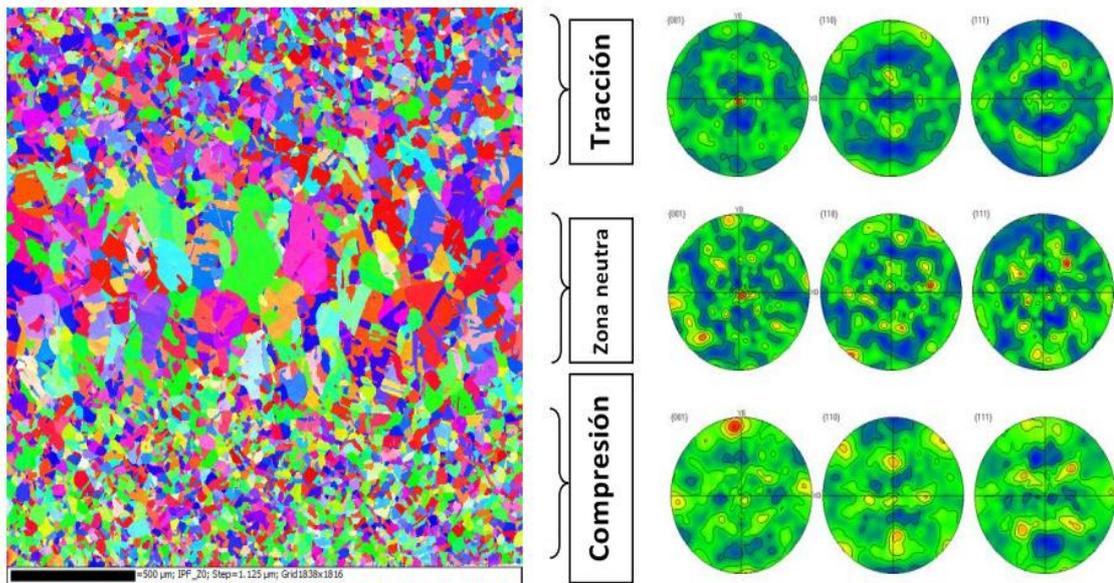


Figura 1.40. Mapas IPF y figuras de polo de la chapa plegada después del tratamiento térmico.

### 1.3.9. Soldadura

Esta problemática es especialmente significativa para la Ciencia e Ingeniería de Materiales. Hablamos del caso de las uniones soldadas, donde la existencia de una pequeña zona afectada térmicamente (ZAT) puede llegar a plantear serios problemas de diseño y construcción que, aunque pueden solventarse utilizando procedimientos y técnicas de soldeo apropiadas, provocan un cierto grado de incertidumbre sobre el comportamiento mecánico de estas regiones bajo las cargas reales de servicio, dado que en virtud de su pequeño tamaño (normalmente sólo unos mm), no es posible caracterizarlas mecánicamente utilizando las técnicas de ensayo convencionales.

En este apartado se analizará la aplicabilidad de la técnica EBSD en la obtención de mapas de fases y mapas IPF de las diferentes zonas que caracterizan la región afectada térmicamente creada en el curso de una operación de soldeo realizada sobre dos muestras de acero diferentes. Por esta razón, esta técnica resulta muy apropiada para caracterizar las zonas afectadas térmicamente (ZAT) de las uniones soldadas que, en virtud de su pequeña extensión, son de difícil caracterización, cuando por el contrario es en esas zonas donde estarán presentes las estructuras más duras y frágiles de la unión y consecuentemente, serán las responsables de la mayor parte de los problemas prácticos asociados a la realización de una unión soldada.

El proceso de soldeo se esquematiza en la Figura 1.41. El proceso consiste en unir dos piezas de diferentes tipos de acero [31], un acero austenítico y un acero dúplex, siendo el material de aporte también un acero dúplex.

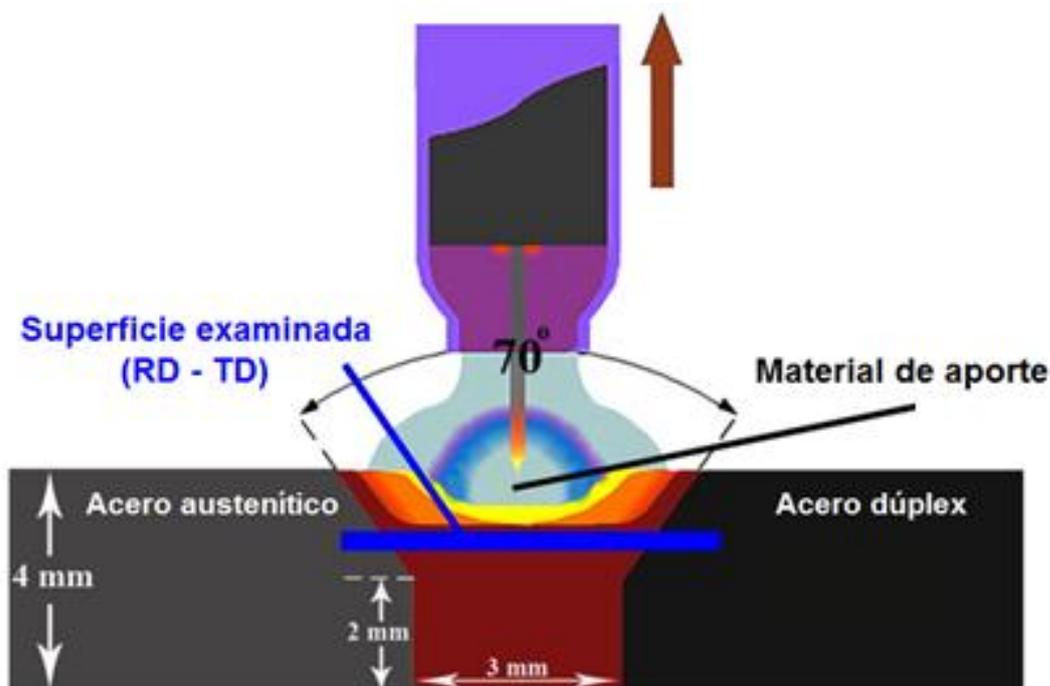


Figura 1.41. Esquema de la soldadura.

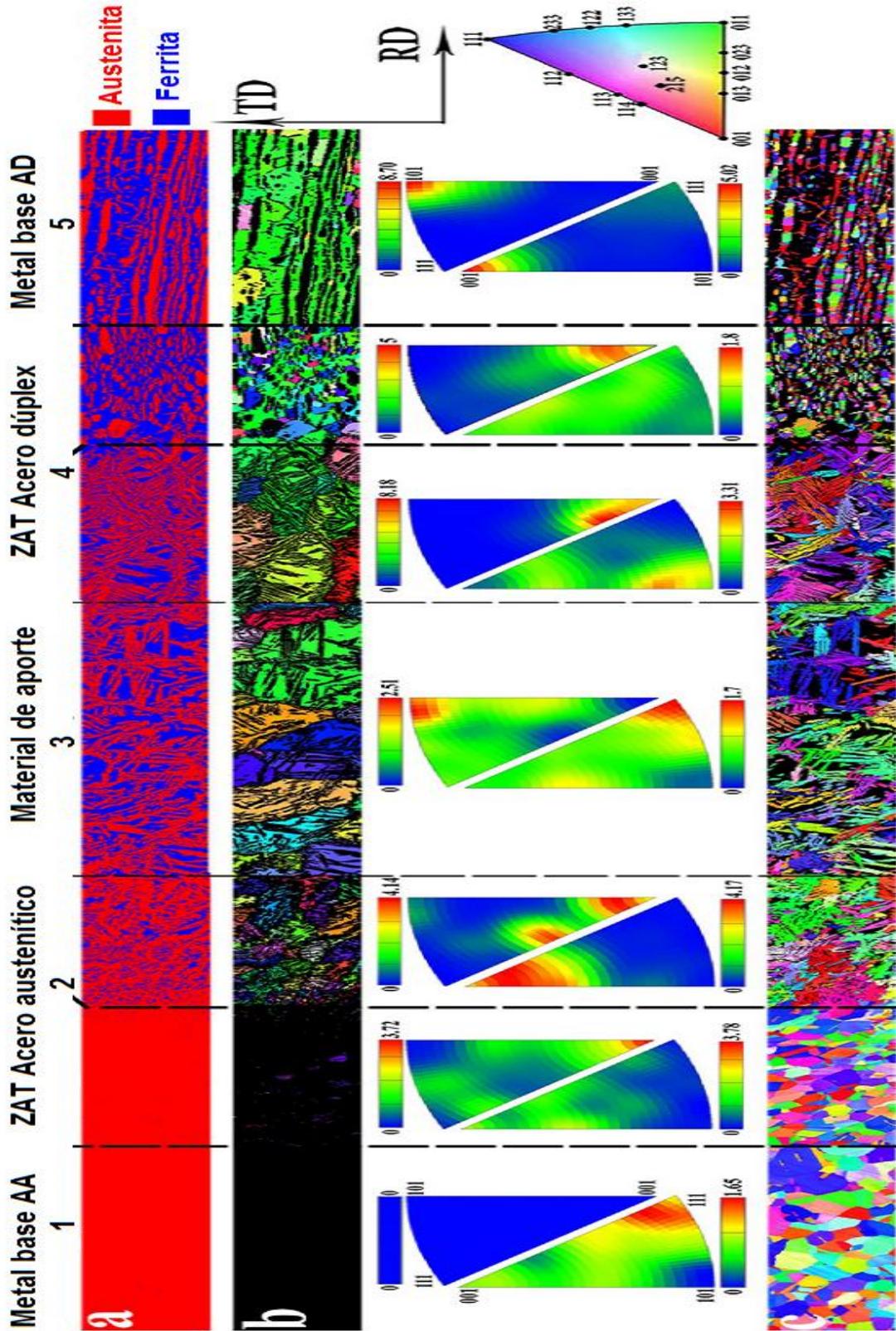


Figura 1.42. Mapa de fases, mapas IPF y figuras de polo inversa de las distintas zonas de estudio de la soldadura.

### 1.3.10. Fatiga

La fatiga es una forma de rotura que se produce en el material cuando se le somete a tensiones dinámicas y fluctuantes. En estas circunstancias, el material puede fracturarse a unos niveles de esfuerzos sensiblemente menores a los esfuerzos de tracción.

La fatiga es importante ya que es la primera causa de rotura de los materiales, estimándose cerca de un 90% como la causa principal de las roturas metálicas, siendo un problema catastrófico ya que ocurre súbitamente y sin previo aviso. La rotura por fatiga tiene aspecto frágil aún en metales que son dúctiles ya que no está asociada a una deformación plástica previa. El proceso ocurre por la iniciación y propagación de grietas.

-Diferenciación de grietas intergranulares y transgranulares.

Los avances en técnicas de medición de orientaciones cristalográficas individuales en policristales han hecho posible investigar el papel de la cristalografía local de los granos en caso de fallo en los materiales policristalinos con más detalle. En particular, la técnica de difracción de electrones retrodispersados EBSD y los mapas de orientación.

No siempre es evidente a partir de una micrografía SEM, si el tipo de fractura sigue una ruta por las fronteras del grano o tiene una componente transgranular. El mapa de orientaciones que proporciona un análisis EBSD tiene la capacidad única de diferenciar los granos basándose en su orientación cristalográfica, en lugar de depender de técnicas de decapado químico o mejora de contrastes de enfoque [32].

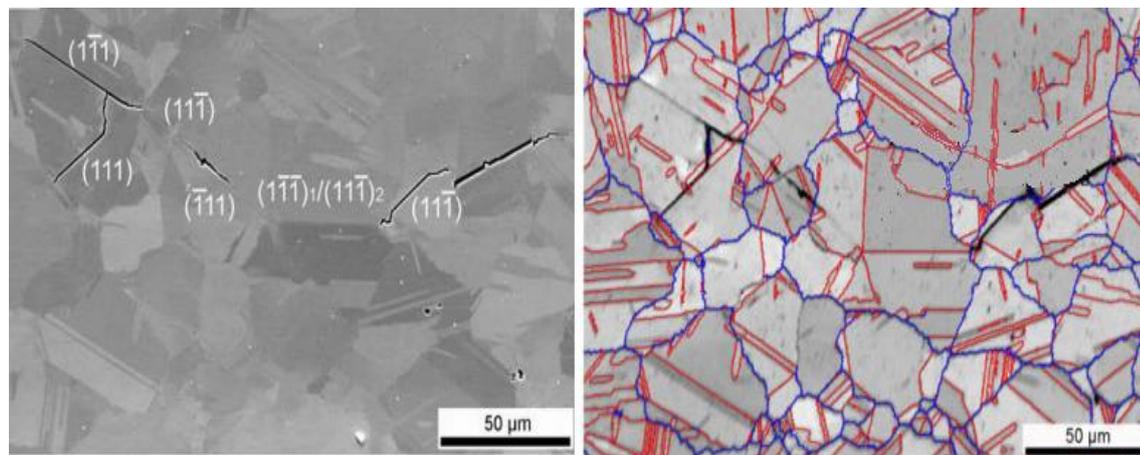


Figura 1.43. Fracturas transgranulares provocadas por fatiga.

Un mapa de orientación en este caso permite determinar si un segmento de grieta dado es transgranular o intergranular. Además, el recorrido de la fisura es evidente en el mapa de calidad del patrón (PQM), esto es debido a que en las grietas los patrones de difracción son inexistentes o el mejor de los casos muy débiles.

Para grietas que se propagan a lo largo de los límites del grano, puede ser útil identificar si hay un carácter único compartido por los límites agrietados en contra de la distribución general de los tipos de límites de grano [33].

Otra característica que puede ser observada en los mapas de orientaciones son las variaciones locales de orientación. En este caso se hace indispensable el uso de los mapas de desorientación promedio en el grano (GAM), que permite ver las variaciones locales de desorientación a lo largo de los granos y puede ser un indicativo de deformaciones residuales en donde existan áreas del material susceptibles a formar grietas.

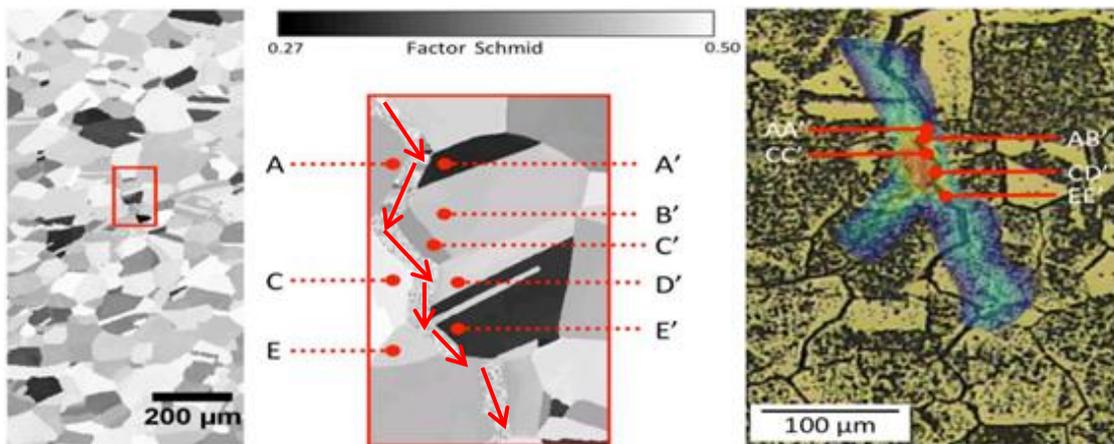


Figura 1.44. Mapa del factor Schmid y mapa GAM de una fractura intergranular provocada por fatiga.

### 1.3.11. Corrosión bajo tensiones

La corrosión bajo tensiones es un proceso en el que la combinación de carga mecánica, ambiente corrosivo y temperaturas elevadas pueden llevar al deterioro del material. Surgen delgadas grietas, que pueden extenderse bastante rápido, llegando al fallo de alguna parte e incluso de la estructura completa del material. Las grietas son difícilmente visibles en la superficie y difíciles de detectar con un examen visual.

El inicio de la corrosión bajo tensiones es difícil de detectar y controlar y su inhibición ha sido un problema particularmente difícil ya que el mecanismo de corrosión depende de la microestructura, en particular de los límites de grano y para una composición de aleación dada.

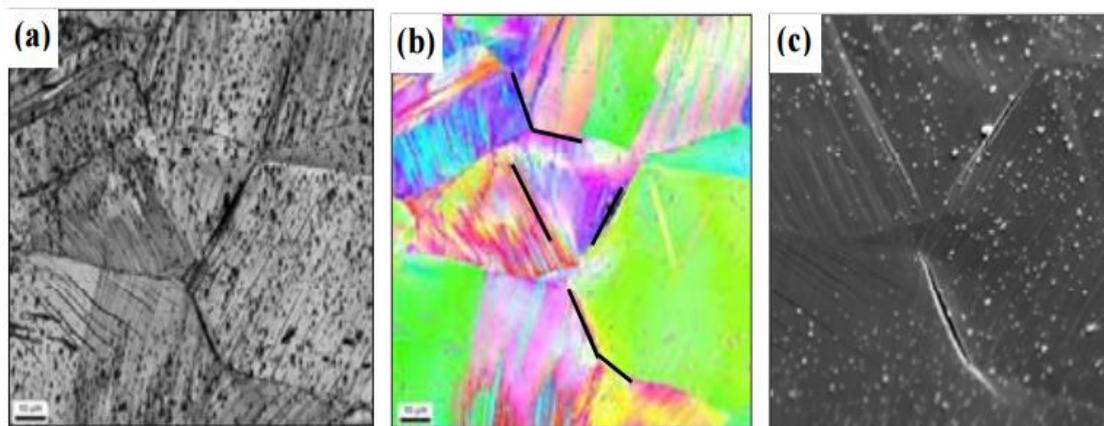


Figura 1.45. Muestra que ha sufrido corrosión bajo tensiones: a) Mapa de calidad del patrón; b) Mapa IPF; c) Micrografía SEM.

Por lo tanto, para su inhibición se busca una comprensión y mejora de las características estructurales y mecánicas de los límites de grano del material [33].

Así, podemos establecer una relación entre la naturaleza microestructural y las propiedades mecánicas cerca de los límites de grano para identificar el papel que éstos juegan en la resistencia a la corrosión bajo tensión.

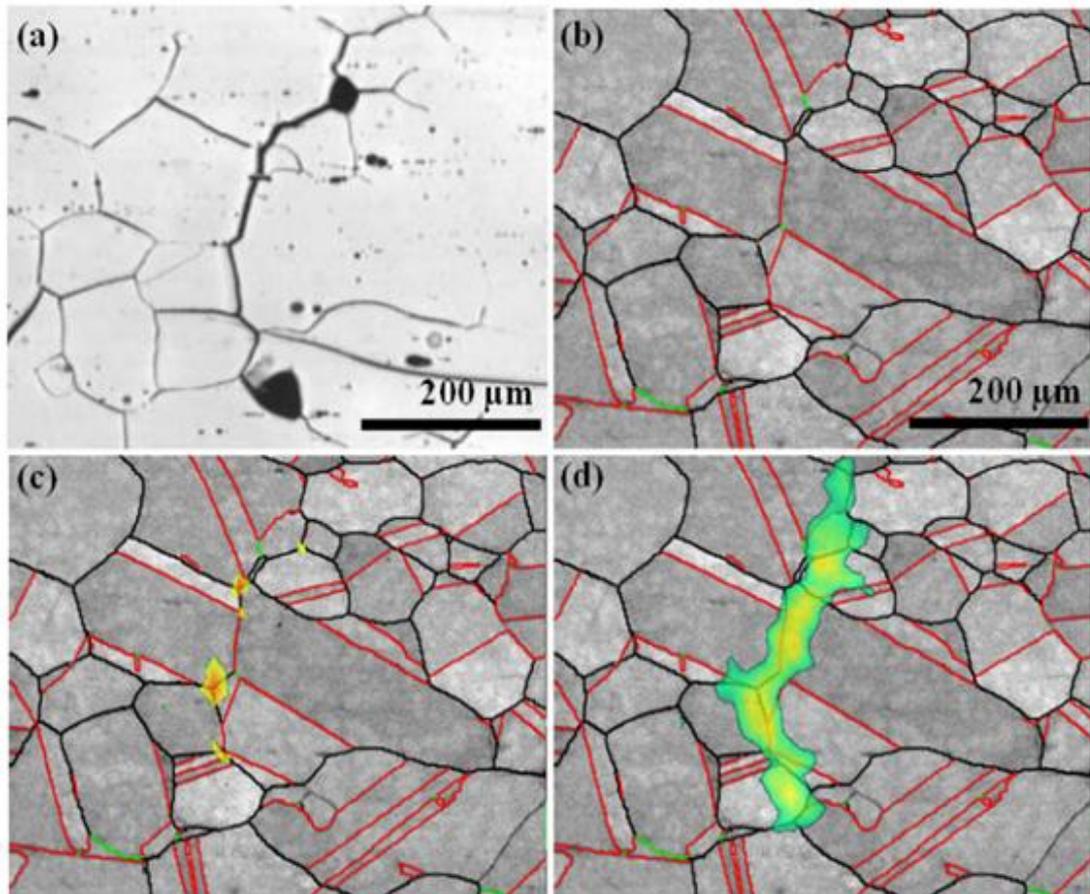


Figura 1.46. Mecanismo de corrosión bajo tensión: a) Micrografía óptica; b), c) y d) evolución de las tensiones en los límites de grano y mapa KAM sobrepuesto.

La ingeniería de límite de grano (GBE) a través de procesos termomecánicos (TMP) permite producir muestras con una distribución deseable de estructuras límite de grano y gracias a la técnica EBSD podemos identificar y caracterizar estos límites [33].

Las propiedades mecánicas también se rigen por la presencia de precipitados secundarios ya que pueden variar notablemente la dureza del material ya que la tosquedad y distribución de éstos a lo largo de los límites del grano actúan como concentradores de tensiones y sitios ideales para la iniciación de grietas.

La corrosión bajo tensión se puede iniciar debido a características superficiales existentes, tales como ranuras, arañazos o grietas preexistentes. Estas características se producen comúnmente durante los procesos de fabricación o preparación tales como molienda o soldadura.

La iniciación de grietas también puede ocurrir a través de un proceso conocido como Slip-dissolution. En este caso, los planos de deslizamiento de la estructura cristalina permiten que la tensión de cizallamiento atraviese la superficie del material. En este caso, los límites de grano pueden jugar un papel importante en impedir estos deslizamientos.

Los sitios de corrosión por picaduras también pueden ser áreas en las que se produce el inicio de corrosión bajo tensiones. Las picaduras se forman como resultado de la disolución del metal debido a la falta local de oxígeno en un área pequeña.

El área se vuelve anódica y la zona adyacente, que contiene una concentración relativa más alta de oxígeno, se convierte en catódica, lo que resulta en una corrosión galvánica altamente localizada. Siguiendo la formación de picaduras, las grietas se iniciarán sobre la base de los efectos combinados de la geometría de la picadura.

La picadura también puede ocurrir como el resultado de la diferencia química entre los límites de grano y de la región mayor del material. Componentes específicos que enriquecen al agotan o de los límites de grano proporcionan las condiciones anódicas necesarias para la corrosión galvánica localizada. La iniciación de la grieta se produce generalmente cuando la relación de la profundidad de la picadura a la anchura de la boca es de aproximadamente diez.

En conclusión, podemos comprobar que las propiedades de los límites de grano en una muestra están dominadas por la presencia de precipitados secundarios, así como los resultados de autores apoyan la razón de que los tipos de límites de grano  $\Sigma 3$  son menos susceptibles al agrietamiento, mientras que los límites de bajo y alto ángulo son mucho más susceptibles.

La formación de los precipitados secundarios también indica la ocurrencia de sensibilización, que da como resultado regiones empobrecidas en las proximidades de los límites de grano y el aumento de la probabilidad de corrosión bajo tensión.

## 1.4. EBSD y otras técnicas

La técnica EBSD es la manera más segura e incuestionable para adquirir datos de la estructura cristalina y la orientación de un material policristalino, además de caracterizar las distintas fases que contiene o identificar los diversos defectos cristalinos que presenta [34].

Tradicionalmente, estos tipos de estudios de caracterización microestructural se han llevado a cabo utilizando técnicas de microscopía óptica, difracción de rayos X (EDX), difracción de neutrones, radiación de sincrotrón, difracción de electrones en un microscopio electrónico de transmisión TEM, etc. En los siguientes párrafos describiremos las ventajas y las limitaciones que se han encontrado en cada herramienta de caracterización frente a la técnica EBSD.

### 1.4.1. Técnica EBSD

La técnica de difracción de electrones presenta las siguientes ventajas frente a las diferentes técnicas de caracterización:

- Buena resolución espacial (~ 10 nm).
- Buena resolución angular (~ 0,2°).
- Visualización de fases, tamaño, distribución de los granos y subgranos.
- Visualización de la textura local y la orientación de cada cristal.
- Precisión en la identificación de fases menores.
- Conjunto de datos estadísticos razonables realizados de manera automática.
- Buena disponibilidad.
- Imágenes de la muestra en 2D y 3D.
- La preparación metalográfica puede llevar tiempo y requiere de una elevada experiencia.

### 1.4.2. Microscopía óptica

- Preparación metalográfica de la muestra muy simple.
- Pobre resolución espacial (200 nm).
- Es posible identificación de fases pero requiere elevada experiencia.

### 1.4.3. Difracción de rayos X

- Preparación simple de la muestra.
- Herramienta potente y rápida para identificar fases desconocidas.
- No da información de la distribución de las fases.
- Dificultad para extraer información relevante dependiendo del área analizada.

- Bajo volumen de fracción, se pierde información de las fases presentes.
- La resolución espacial está limitada por el ancho del haz de electrones.
- La interpretación de los datos es compleja y requiere un nivel alto de experiencia.

### 1.4.4. Difracción de electrones TEM

- Alta resolución espacial a nivel atómico (0,08 nm).
- Buena precisión.
- Área de análisis extremadamente limitada.
- Dificultad en la preparación metalográfica.
- Procesado automático limitado.
- Poca información 3D.
- Escasa información estadística.

## 1.5. Aleaciones de base Níquel

El níquel es un elemento metálico bastante común, ya que se utiliza como componente en cientos de aleaciones, se usa como revestimientos resistentes a la corrosión y también como un catalizador. El níquel es la base ideal para estas aleaciones ya que posee un alto punto de fusión y una adecuada resistencia a la oxidación y a la corrosión disolviendo elementos metálicos que sirven para endurecerlas y mejorar sus propiedades.

Aproximadamente el 61% de la producción mundial de Ni se utiliza en la fabricación de aceros inoxidable, que contienen aproximadamente un 10% de Ni en masa. Sólo alrededor del 12% de la producción mundial de Ni se utiliza en la fabricación de aleaciones de base Níquel o también llamadas aleaciones ricas en Ni. Más del 90% del níquel que forma parte de los diferentes productos se puede reciclar al final de su vida útil, y no hay un número límite de veces que el metal Ni puede reciclarse [35].

Las aleaciones de níquel son soluciones sólidas del elemento Ni y de otros elementos de aleación. En general, la cantidad mínima de Ni en estas aleaciones es del orden del 50% en masa. Al níquel se le puede añadir una gran cantidad de elementos aleantes para producir una extensa variedad de aleaciones, algunas de las cuales fueron diseñadas para aplicaciones muy específicas. Las aleaciones restantes mantienen la microestructura cúbica centrada en las caras, gamma ( $\gamma$ ) o austenítica del Ni puro.

Las aleaciones de níquel comerciales en general se clasifican en dos grandes grupos: aleaciones resistentes a la corrosión o CRA dedicadas a aplicaciones en sistemas acuosos, y superaleaciones o aleaciones de alta temperatura HTA desarrolladas para combatir corrosión en ambientes secos o gaseosos de alta temperatura.

Las aleaciones CRA generalmente están diseñadas para ser usadas por debajo de 538 °C y las aleaciones HTA a temperaturas más altas. Generalmente, las CRA son seleccionadas por su capacidad para resistir corrosión en un ambiente dado y se da menos importancia a su resistencia mecánica. Sin embargo, la mayoría de las HTA tienen que desempeñar un doble rol, es decir además de tolerar la agresividad y la temperatura del ambiente corrosivo, también deben mantener una significativa resistencia mecánica a altas temperaturas. Las Figuras 1.47 y 1.48 dan un listado abreviado de las aleaciones CRA Y HTA más comunes.

Los tipos de degradación que pueden sufrir las aleaciones CRA en aplicaciones industriales en general se pueden clasificar en tres grandes grupos: corrosión generalizada o uniforme, corrosión localizada (corrosión por picaduras) y corrosión bajo tensión (SCC). Los tres modos principales de degradación deben ser tomados en cuenta cuando se selecciona un material para una determinada aplicación. Algunas CRA están destinadas a ambientes muy específicos, ya que ninguna otra aleación funciona tan bien en esas condiciones.

Un criterio de selección similar se utiliza para las aplicaciones de alta temperatura. En general, los ambientes de alta temperatura se dividen en función del tipo predominante de la degradación que la aleación puede sufrir, centrado en el elemento agresivo en ese medio que causa el daño. Los modos principales de la degradación de las HTA son: oxidación (causado por oxígeno), la carburización y metal dusting (causado por el carbono), nitruración, corrosión por halógeno, sulfuración, corrosión por sales fundidas, corrosión por depósito de cenizas y corrosión por metal fundido [36].

ALEACIÓN	UNS	COMP. APROX.	YS (0,2%)	UTS	ETF (%)	DUREZA RH	APLICACIONES
<b>Níquel Comercial</b>							
Ni-200	N02200	99Ni-0,2Mn-0,2Fe	190	450	50	60 B	Cáusticos
Ni-301 ^	N03301	93Ni-4,5Al-0,6Ti	860	1170	25	35 C	Bulones, resortes
<b>Aleaciones de Ni-Cu</b>							
Monel 400	N04400	67Ni-31,5Cu-1,2Fe	270	540	43	68 B	Ácido fluorhídrico
Monel K-500 ^	N05500	63Ni-30Cu-3Al-0,5Ti	700	1020	28	30 C	Bulones, resortes
<b>Aleaciones de Ni-Mo</b>							
B-2	N10665	72Ni-28Mo	407	902	61	94 B	Clorhídrico caliente
Hastelloy B-3	N10675	68,5Ni-28,5Mo-1,5Cr-1,5Fe-	400	885	58	ND	Ácidos reductores
Nimofor 6629(B-4)	N10629	65Ni-28Mo-4Fe-1Co-0,3Al	340	755	40	ND	Clorhídrico, sulfúrico
<b>Aleaciones Ni-Cr-Mo</b>							
C-276	N10276	59Ni-16Cr-16Mo-4W-5Fe	347	741	67	89 B	Versátil IPC y control de contaminación
Inconel 625	N06625	62Ni-21Cr-9Mo-3,7Nb	535	930	45	95 B	Aeroespacial, control de contaminación
Hastelloy C-22	N06022	59Ni-22Cr-13Mo-3W-3Fe	365	772	62	89 B	FGD, IPC, residuos nucleares
Hastelloy C-2000	N06200	59Ni-23Cr-16Mo-1,6Cu	345	758	68	ND	IPC medios oxidantes y reductores, Sulfúrico
Nicrofer 5923hMo (59)	N06059	59Ni-23Cr-16Mo-1Fe	340	690	40	ND	IPC, ácidos oxidantes y reductores
Inconel 686	N06686	46Ni-21Cr-16Mo-4W-5Fe	364	722	71	ND	IPC, ácidos oxidantes y reductores
Hastelloy C-22HS ^	N07022	59i-21Cr-17Mo	1390	1590	20	30 C	Petróleo y gas
<b>Aleaciones Ni-Cr-Fe</b>							
Inconel 600	N06600	76Ni-15,5Cr-8Fe	275	640	45	75 B	Energía nuclear
Inconel 690	N06690	58Ni-29Cr-9Fe	352	703	46	ND	Energía nuclear
Inconel 725 ^	N07725	57Ni-21Cr-18Fe-8Mo-3,4Nb-1,4Ti-0,3Al	916	1264	28	36 C	Petróleo y Gas
Inconel X-750 ^	N07750	73Ni-15Cr-7Fe-2,5Ti-	868	1270	25	36 C	Energía nuclear

**YS:** Tensión de Fluencia (Mpa). **UTS:** Resistencia a la tracción (Mpa). **ETF:** alargamiento a la rotura. **HR:** Dureza Rockwell. **IPC:** Industria de Procesos Químicos. A: tratado térmicamente. ND: No disponible. D: UNS comienza con una R porque se clasifica como aleación basada en Cr. Hastelloy es una marca registrada de Haynes International, Inc., Inconel es una marca comercial de Special Metals Corporation y Nicrofer es una marca comercial de Krupp-VDM.

**Figura 1.47. Principales aleaciones comerciales resistentes a la corrosión.**

Aleación	UNS	Composición aproximada	Uso común a alta temperatura
Nimonic 75	N06075	78Ni-20Cr-0,4Ti	Turbinas de gas, componentes para tratamientos térmicos
Haynes 230	N06230	57Ni-22Cr-14W-2Mo-0,3Al-0,02La	Turbinas de gas, tubos sobrecalentadores
Inconel 600	N06600	75Ni-16Cr-9Fe	Componentes de horno
Inconel 601	N06601	60Ni-23Cr-15Fe-1,4Al-0,3Ti	Tratamiento térmico, cámaras de combustión
Hastelloy X	N06602	47Ni-22Cr-18Fe-9Mo-1,5Co-0,6W	Cámaras de combustión, componentes para tratamientos térmicos
Inconel 617	N06617	55Ni-22Cr-12Co-9Mo-1Al	Turbinas de gas, componentes de horno
Inconel 625	N06625	62Ni-21Cr-9Mo-3,7Nb	Aeroespacial, equipos de control de la contaminación
Haynes 214	N07214	75Ni-16Cr-4,5Al-3Fe-0,01Y	Tratamiento térmico especializado, partes de turbina
Inconel 718	N07718	53Ni-19Cr-18Fe-5Nb-3Mo-1Ti-0,5 La	Turbinas de gas, motores de cohetes, aplicaciones nucleares
Inconel X-750	N07750	72Ni-16Cr-7Fe-2,5Ti-1Nb-0,6Al	Componentes de turbinas de gas, recipientes a presión, aplicaciones en reactores nucleares
Incoloy 800HT	N08811	31Ni-21Cr-45Fe-0,4Al-0,6Ti	Hornos industriales, equipos de cementación
Haynes 242	N10242	65Ni-25Mo-8Cr	Anillos de sello para turbinas, bulones
Haynes HR-160	N12160	37Ni-28Cr-29Co-2,75Si-2Fe	Tubos de termocuplas, componentes de calcinación
Haynes 188*	R30188	22Ni-22Cr-39Co-14W-3Fe-0,03La	Aeroespacial, componentes de turbinas de gas

\*la aleación 188 es de base cobalto

Figura 1.48. Principales aleaciones comerciales resistentes a alta temperatura.

### 1.5.1. Fases secundarias en aleaciones de Níquel

Las aleaciones de níquel forman una matriz austenítica ( $\gamma$ ) cúbica centrada en las caras (FCC), más una variedad de fases secundarias [37].

Las principales fases secundarias son carburos de la forma MC,  $M_{23}C_6$ ,  $M_6C$  y  $M_7C_3$  (muy raro). También podemos destacar que las aleaciones de níquel que contienen aluminio, titanio o niobio provocan la precipitación de una fase secundaria durante el tratamiento térmico apropiado.

La fase precipitada denominada gamma prima o doble prima ( $\gamma'$  o  $\gamma''$ ) incrementa la capacidad de la aleación frente a alta temperaturas y mejora la dureza de ésta.

#### 1.5.1.1. Gamma prima y doble ( $\gamma'$ o $\gamma''$ )

Esta fase homogéneamente distribuida a lo largo de la aleación confiere unas excelentes propiedades de tracción y comportamiento a fatiga a altas temperaturas. El tamaño y la morfología están controlados por el proceso y su relación cristalográfica con la matriz gamma ( $\gamma$ ). Los precipitados se presentan cerca de la temperatura de solubilización, aunque también pueden surgir a temperatura inferior, principalmente en el enfriamiento después del tratamiento térmico. Los precipitados son en su mayoría esféricos.

Las propiedades mecánicas de este tipo de aleaciones dependen fuertemente de la precipitación de la fase denominada  $\gamma'$ . Esta fase es un compuesto intermetálico del tipo  $Ni_3(Al, Ti)$  de estructura ordenada. Los precipitados de la fase  $\gamma'$  están inmersos en una matriz de estructura FCC, que es fundamentalmente una solución sólida de níquel.

### 1.5.1.2. Carburos

El carbono se añade como refuerzo en los límites de grano segregándose en éstos y formando carburos. La mayoría de carburos se forman durante la solidificación o en el tratamiento térmico posterior.

Los carburos de la forma MC son generalmente toscos y tienen una estructura FCC, son precipitados muy fuertes y normalmente se consideran los compuestos más estables en la naturaleza, que se justifica por su alta precipitación y temperatura de fusión. Por lo general tienen poca o ninguna relación de orientación con la matriz de la aleación. Los principales carburos son los carburos de titanio y niobio (Figura 1.49).

Los carburos  $M_{23}C_6$  se forman principalmente a lo largo de los límites de grano a una temperatura relativamente baja (760 – 980 °C). Su estructura cristalina es cúbica compleja y su parámetro de red es tres veces mayor que la matriz gamma ( $\gamma$ ).

Precipitan en formas esferoidales y son conocidos por su alto contenido en cromo, tienen un efecto significativo en los bordes de los granos ya que sensibilizan los límites frente a defectos de corrosión (Figura 1.50).

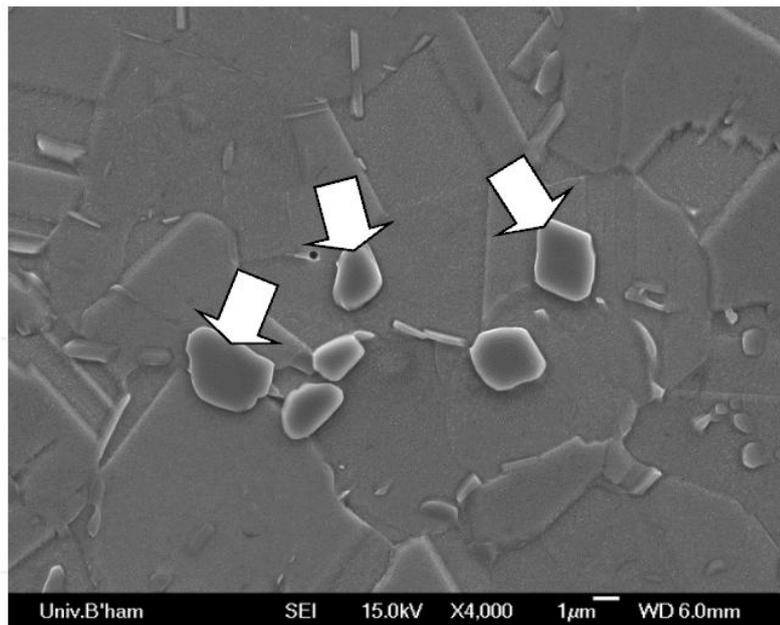


Figura 1.49. Carburos de titanio y niobio (TiC – NbC).

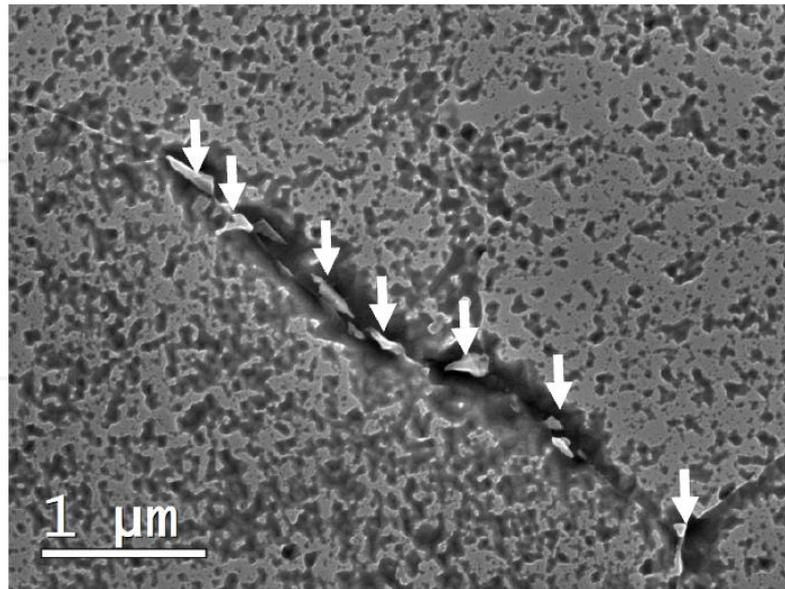


Figura 1.50. Carburo de cromo ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ).



## **Objetivos**



## 2.1. Objetivos

En el presente Trabajo de Fin de Grado se plantean los siguientes objetivos:

1. Identificar y caracterizar una aleación de níquel, estableciendo el tipo de aleación comercial mediante análisis de energías dispersivas (EDX).
2. Identificar mediante análisis EDX y la técnica EBSD las distintas fases presentes en la aleación.
3. Analizar la microestructura de la aleación y representar su textura cristalográfica mediante herramientas de figuras de polo, IPFs y ODFs.
4. Estudiar la distribución, tamaño de los granos y tipos de límites de grano.
5. Estudiar mediante mapas de desorientación promedio (GAM y KAM) los aspectos relacionados con los granos.



## **Material y método experimental**



## 3.1. Material y método experimental

### 3.1.1. Aleación de níquel tipo INCONEL

Las aleaciones de níquel incluyen un grupo diverso de aleaciones, una de las más importantes son las aleaciones denominadas INCONEL, siendo la marca de la familia de superaleaciones austeníticas de base níquel-cromo. Las aleaciones de INCONEL se utilizan normalmente en aplicaciones a altas temperaturas, siendo las aleaciones que tienen el mayor volumen de venta en el mundo, ya que se utiliza ampliamente en la industria alimenticia, industria nuclear y química.

En la Figura 3.1 observamos la muestra de INCONEL junto con el portamuestras utilizado en el microscopio electrónico de barrido.



Figura 3.1. Muestra de INCONEL y portamuestras

### 3.1.2. Preparación de muestras para una adquisición EBSD

#### 3.1.2.1. Tamaño de la muestra

El tamaño de muestras puede variar y es limitado debido a la capacidad de la cámara del microscopio electrónico de barrido. Después de tomar en cuenta la posición relativa en la cámara, la pieza polar, otros detectores y la inclinación a  $70^\circ$ . El resultado es que por lo general hay más restricción en el tamaño de muestra para EBSD que para micrografías generales SEM, y esto debe tenerse en cuenta cuando se quiera determinar el tamaño de muestra.

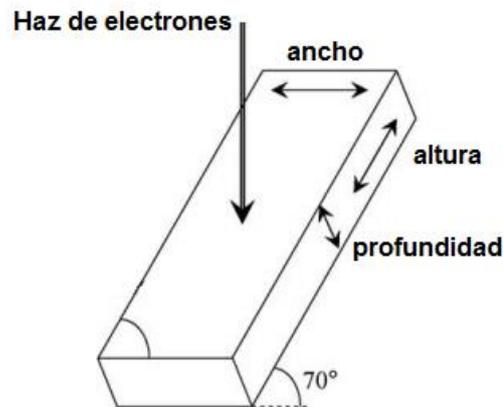


Figura 3.2. Dimensiones de la muestra.

Generalmente el tamaño no debería exceder de 5 - 12 x 20 x 10 x mm (altura x ancho x profundidad).

### 3.1.3. Técnicas de preparación metalográfica para aleaciones de níquel

Dado que los patrones de difracción de electrones EBSD se recogen en una región a 50 nm de la superficie superior del material, esta región debe estar libre de contaminación y residuos de deformación. Si esta condición no se satisface nos encontraremos con patrones EBSD difíciles de reconocer y la adquisición EBSD será imposible o poco visible [38].

La contaminación superficial debilita y oscurece los patrones difractados mientras que una capa amplia de deformación hará que los patrones EBSD se superpongan y disminuya la nitidez de los patrones, afectando negativamente para una indexación precisa.

Sólo la preparación de muestras adecuada puede producir una superficie libre de contaminación y de deformación, ya que es la condición necesaria para obtener patrones EBSD de alta calidad.

En una muestra metalográfica convencional en general las técnicas de preparación compuestas por el corte, desbaste y pulido, pueden producir una muestra de calidad limitada para una adquisición EBSD. Los siguientes pasos o técnicas adicionales son necesarios para obtener patrones EBSD de alta calidad.

#### 3.1.3.1. Corte

Cuando cortamos muestras para una investigación EBSD, es importante preservar los ejes de orientación de la misma. De esta manera, las direcciones importantes, tales como la dirección de laminación, la dirección transversal y normal no se deben perder.

El proceso de corte no debe dañar o cambiar la superficie de la muestra ya que esto daría lugar a resultados erróneos. Los métodos de corte agresivos generan calor o causan deformaciones en la superficie, produciendo un daño severo que puede extenderse profundamente en el material, que dificulta su eliminación en las siguientes etapas de desbaste y pulido.

El incremento de temperatura que se provoca durante el corte, puede causar cambios en la microestructura, transformaciones de fases o la precipitación de fases secundarias. Por lo tanto, se debe controlar el incremento de temperatura mediante una correcta refrigeración en el corte.

Hay muchos ejemplos de máquinas de corte abrasivas refrigeradas. Tales máquinas normalmente emplean nitruro de boro cúbico (CBN) y discos de corte de diamante. En general, las máquinas de corte que provoquen una baja deformación son especialmente adecuadas para cortar secciones de muestras para EBSD.

#### 3.1.3.2. Desbaste

En muchos casos, cuando se preparan muestras para EBSD, las técnicas de corte utilizadas provocan un daño superficial en la muestra.

La etapa inicial del desbaste debe minimizar la agresión y causar menos daño que el corte. Por esta razón, no se recomienda normalmente superficies tales como piedras de desbaste y otras superficies más agresivas.

Las superficies abrasivas recomendadas en el proceso de desbaste son el diamante, óxido de aluminio o nitruro de boro cúbico (CBN); también, se puede utilizar un papel de desbaste de grano grueso de carburo de silicio o abrasivos de alúmina, pero la durabilidad o las características de estos materiales pueden ser inapropiadas para estas aleaciones. Los discos de desbaste con diamantes son a menudo la mejor opción.

#### 3.1.3.3. Pulido preliminar

Para eliminar las deformaciones y los arañazos del desbaste y obtener una superficie altamente reflectante, las muestras deben ser pulidas antes de que puedan ser examinadas bajo el microscopio electrónico de barrido.

Para lograr la eliminación de material deficiente, se utiliza diamante como abrasivo. El pulido con diamante se puede llevar a cabo con diversos tamaños de grano, este caso deberemos seguir las instrucciones del fabricante con respecto a la velocidad de rotación del pulido, dirección, fuerza, tiempos y lubricantes utilizados.

#### 3.1.3.4. Pulido final

Para la técnica EBSD, generalmente es necesario el uso de una etapa final de pulido adicional utilizando sílice coloidal.

El pulido final no debe ser prolongado, pero apenas suficiente para lograr el acabado superficial deseado.

La sílice coloidal es un pulimento químico-mecánico, es decir, combina el efecto del pulido mecánico con el decapado químico. Este tipo de eliminación de material es ideal en muchos casos para análisis EBSD, ya que obtenemos una superficie libre de daños. El tamaño típico del abrasivo es de 0,05 micras.

Debemos tener en cuenta que la sílice coloidal cristaliza fácilmente y arruinará el pulido si se deja secar, ya que forma una película en la superficie pulida de la muestra que debemos eliminar. Un método conveniente de conseguir esto es lavar el paño de pulido con agua durante los últimos segundos del pulido para limpiar la superficie de la muestra y retirar y secar utilizando como disolvente el alcohol. Se enjuaga el paño de pulido con agua, hasta que todos los restos de sílice coloidal hayan desaparecido.

### 3.1.3.5. Pulido vibratorio

El pulido vibratorio elimina la deformación menor que queda después de la preparación mecánica. Está diseñado para preparar superficies pulidas de alta calidad sobre una amplia variedad de materiales y aplicaciones.

Un movimiento vibratorio horizontal de típicamente 7.200 ciclos por minuto produce una acción de pulido muy eficaz, con resultados de calidad superior y planitud excepcional. La acción vibratoria produce menos deformación, superficies planas y reduce los bordes redondeados.

### 3.1.3.6. Técnicas alternativas para preparaciones metalográficas

#### -Pulido electrolítico

Directamente las superficies pulidas pueden ser ya inspeccionadas por la técnica EBSD, pero en muchos casos, si la muestra es conductora, la calidad del patrón se mejora mediante el pulido electrolítico.

El pulido electrolítico utiliza una celda de reacción que contiene un electrolito líquido con dos electrodos: un ánodo y el cátodo. Se aplica corriente eléctrica forzando al metal del ánodo a disolverse, para posteriormente depositarse en el cátodo como un revestimiento. Los electrodos están conectados a una fuente de alimentación y la tensión externa aplicada para causar la reacción dentro de la célula.

#### -Decapado químico

El decapado químico hace visible la estructura del grano, siendo altamente beneficioso para una adquisición EBSD. Sin embargo, el decapado puede atacar una determinada fase secundaria o atacar excesivamente los límites de grano, es por ello que debemos tener la precaución en el momento de elegir y utilizar los reactivos de ataque. Un

consejo para utilizar reactivos químicos es inspeccionar la superficie de la muestra utilizando un microscopio óptico antes y después del decapado, para así evaluar el efecto del reactivo.

Cualquier ataque químico que se utiliza debe disolver la superficie de la muestra de una manera uniforme, y no debe dejar detrás cualquier óxido o capas de reacción de productos. Tales capas pueden suprimir completamente la difracción.

Este método puede exponer una superficie en buen estado, ideal para una investigación EBSD cuando el pulido convencional no logra obtener una superficie adecuada.

**-Desbaste por haz de iones**

El desbaste por iones es un proceso aplicado a una muestra a bajo vacío, mediante el cual, un área seleccionada de la superficie es bombardeada por un haz de iones.

El bombardeo erosiona la superficie, pero también puede causar daños por la implantación de iones formando una capa amorfa, por lo tanto la rotación y el ángulo de ataque es importante. Sin embargo, ciertas orientaciones de grano, los límites de grano y fases presentes pueden erosionar a un ritmo diferente. El desbaste por iones puede dar altas tasas de eliminación de material siendo mejorado por el uso de gases reactivos, tales como el yodo, en la cámara de reacción. Hay que tener en cuenta que los gases de escape son un peligro para la seguridad y deben ser tratados con precaución.

En la Tabla 3.1 se puede ver el procedimiento recomendado para tratar y preparar muestras de níquel puro y sus aleaciones para adquisiciones EBSD [39].

**Tabla 3.1. Pasos a seguir para preparar una muestra de Níquel puro y sus aleaciones.**

Step	Surface	Surface	DP	DP	DP	OP
Surface	SiC Paper	SiC Paper	MD-Dur	MD-Dac	MD-Dac	MD-Nap
Abrasive	SiC	SiC	DP-Suspension	DP-Suspension	DP-Suspension	OP-A
Grit Grain Size	180 grit	220 grit	9 $\mu$ m	3 $\mu$ m	1 $\mu$ m	
Lubricant	Water	Water	Green/Red	Green/Red	Green/Red	
[rpm]	240-300	240-300	150	150	150	120-150
Force [N]	25	25	25	25	25	25
Time [min]	Until Plane	1	8	6	5	3

## 3.2. Equipos utilizados

### 3.2.1. Detector EBSD

El detector utilizado en la caracterización de la muestra está compuesto por una pantalla de fósforo y lleva acoplada una cámara CCD, además de un sistema motorizado que permite el acercamiento a la muestra de manera automática programada por el software.



Figura 3.3 Detector EBSD.

#### 3.2.1.1. Parámetros de adquisición del detector

Para una correcta interpretación y análisis de los datos los parámetros de adquisición son los siguientes:

- Distancia del detector EBSD: 18 mm
- Tamaño del mapa: 800x600 píxeles
- Inclinación de la pantalla de fósforo:  $-0.4^\circ$
- Tiempo de adquisición: 2:30:21 horas
- Resolución del patrón EBSP 320x240

En la configuración de la señal de la cámara CCD se han utilizado los siguientes parámetros:

- Tiempo de exposición de la señal: 18.6 ms
- Ganancia de la señal: Inferior a 100
- Contraste: 0.1

Hemos realizado la configuración activando la sustracción del fondo. Así, se hacen más visibles las líneas de Kikuchi, obteniendo un mejor indexado posterior. Es muy importante la colocación de la muestra frente a la pantalla de fósforo, esto permitirá configurar la señal de la cámara CCD, tanto el tiempo de exposición del patrón como la

ganancia. En la Figura 3.4 se puede observar como estos dos parámetros son muy importantes para captar e interpretar correctamente el patrón de difracción.

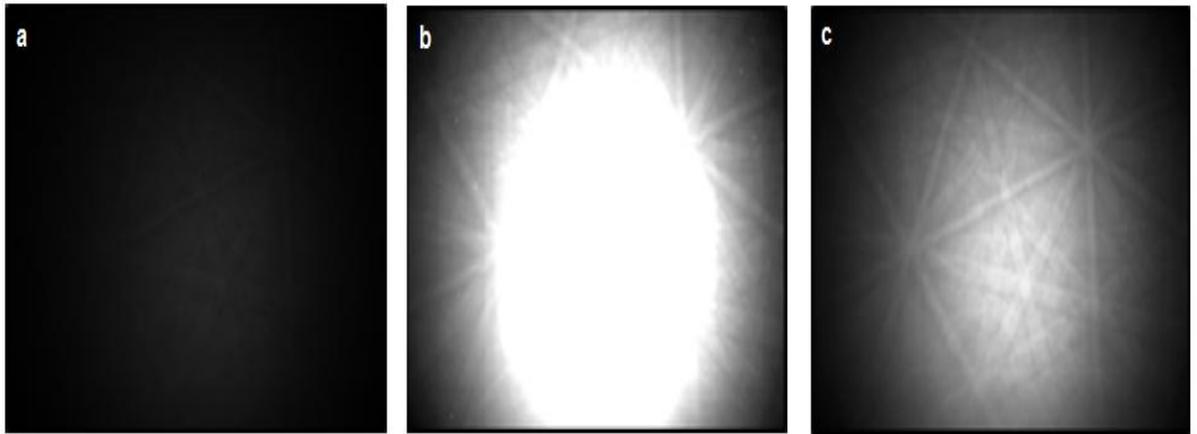


Figura 3.4. Tiempo de exposición de la señal: a) Bajo tiempo de exposición; b) Sobreexposición; c) Tiempo de exposición adecuado.

### 3.2.2. Microscopía electrónica de barrido

El microscopio electrónico de barrido (SEM) es aquél que utiliza un filamento que genera un haz de electrones en lugar de un haz de luz para formar una imagen. Dispone de diferentes detectores que recogen los electrones generados de la interacción con la superficie de las muestras en estudio. En la Figura 3.5 se destaca el microscopio HITACHI S-3500N, en la parte izquierda del mismo se encuentran los detectores EBSD y EDX.



Figura 3.5. Microscopio electrónico de barrido.

Este equipo está equipado con un cañón de emisión de campo, proporcionando haces de electrones de alta y baja energía más focalizados, lo que permite mejorar la resolución espacial, minimizar cargas sobre la muestra a observar, causando además menos daños en muestras sensibles.

Posee una gran profundidad de campo, la cual permite que se enfoque a la vez una gran parte de la muestra. También produce imágenes de alta resolución. La preparación de las muestras es relativamente fácil pues la mayoría sólo requiere que éstas sean conductoras.

### 3.2.2.1. Parámetros de configuración del SEM

- Voltaje de aceleración: 20 kV
- Corriente de sonda: 118  $\mu$ A
- Magnificación: 300X

### 3.2.3. Espectrómetro de energías dispersivas (EDX)

El análisis EDX es un procedimiento estándar para identificar y cuantificar la composición elemental de áreas de nuestra muestra hasta con tamaño tan pequeño como de algunos micrómetros cúbicos. La muestra es bombardeada con electrones del microscopio electrónico de barrido y los rayos X producidos son medidos por un detector. Cada elemento tiene una longitud de onda característica y puede ser identificado por ésta.



Figura 3.6. Detector de energías dispersivas

## **Caracterización de la muestra**



## 4.1. Introducción

En el presente capítulo se aplicará la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) para caracterizar la aleación de níquel.

En primer lugar la muestra será clasificada en función de sus elementos y porcentaje de composición para determinar qué tipo de INCONEL se trata; para esto se hace imprescindible el análisis de espectrometría por energías dispersivas (EDX).

En segundo lugar, trataremos de identificar las fases secundarias presentes, ya que al tener distintos elementos de aleación, éstos tienden a formar precipitados favorables para las propiedades del material, o por el contrario podrían existir precipitados perjudiciales.

Posteriormente analizaremos su microestructura, describiremos su textura cristalográfica, haciendo uso de las herramientas disponibles del software de análisis de orientación.

Finalmente revisaremos todos los aspectos relacionados con los granos (tamaño, desorientación promedio) y clasificaremos los límites de grano encontrados (alto y bajo ángulo, CSL y maclas).

### 4.1.1. Análisis con espectrometría de rayos X (EDX)

El análisis EDX nos permite comprobar que la muestra utilizada para toda la caracterización es una aleación de níquel tipo INCONEL. Una vez colocada en la cámara del microscopio electrónico de barrido, procedemos a elegir un área de análisis como la que se muestra en la Figura 4.1.

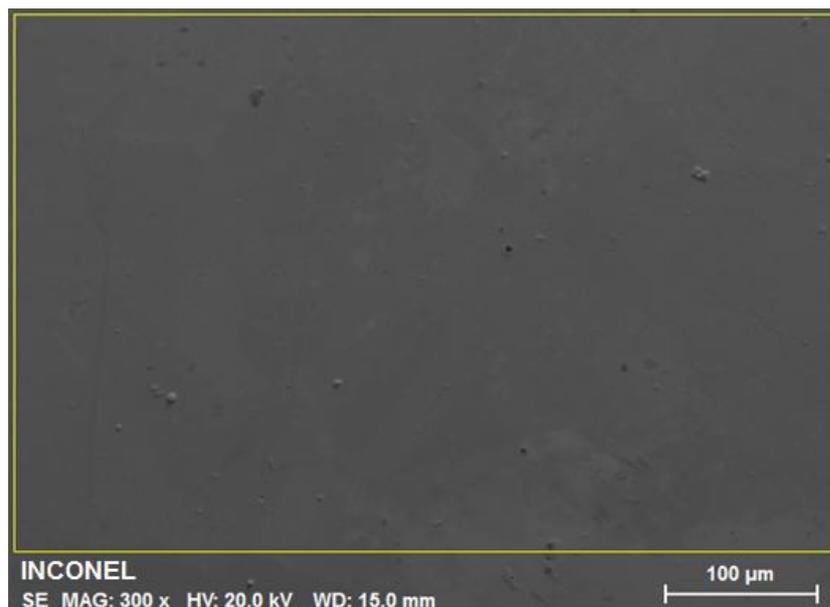


Figura 4.1. Micrografía SEM para análisis por EDX.

A continuación, se muestra el espectro de compuestos químicos hallados en el análisis:

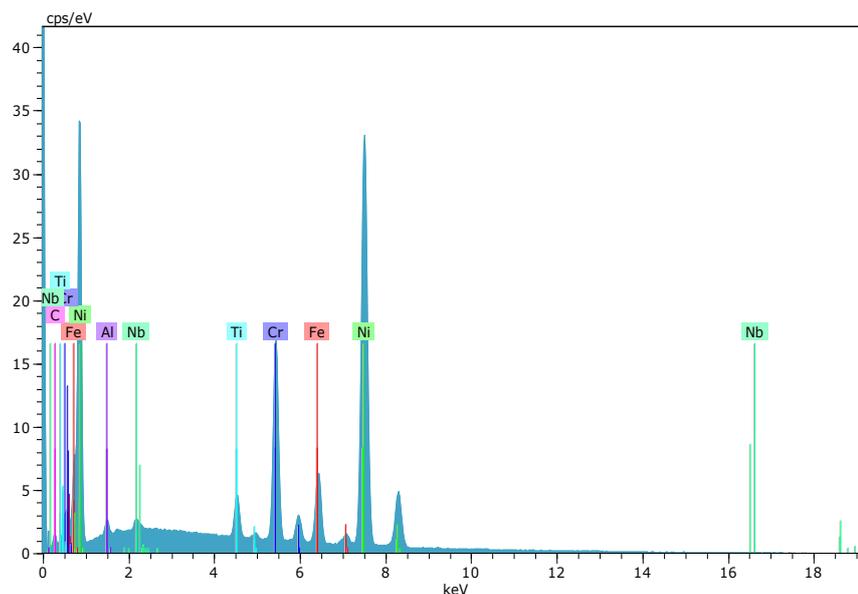


Figura 4.2. Espectro de compuestos químicos presentes en el INCONEL.

En la Figura 4.2 observamos claramente los picos correspondientes al níquel, cromo y hierro, componentes principales de nuestra aleación en estudio.

A continuación, se muestra en la Tabla 4.1 las fracciones de los elementos constituyentes del INCONEL. Cabe destacar que el análisis por espectrometría de rayos X no es un análisis preciso, ya que existe mucho margen para cometer errores, el motivo por el cual nos decantamos por este tipo de análisis es porque no daña la superficie de la muestra, siendo importante mantener las características superficiales intactas para proceder con el análisis EBSD.

Tabla 4.1. Análisis elemental de los compuestos químicos del INCONEL.

Espectro: Inconel				
Elemento	A	Unn.C (%)	Norm.C (%)	Atom.C (%)
Ni	28	64,10	69,34	57,53
Cr	24	13,58	14,69	13,76
Fe	26	6,85	7,41	6,46
C	6	4,06	4,39	17,82
Ti	22	2,50	2,71	2,75
Nb	41	0,70	0,76	0,40
Al	13	0,66	0,71	1,28

Para determinar de qué tipo de INCONEL se trata, procedemos a evaluar las proporciones de los elementos más importantes en la aleación, el procedimiento se recoge en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2. Proporciones de los elementos de aleación en el Inconel.

Proporciones	Muestra	X-750 (máx – min proporción)	751 (máx – min proporción)
Ni/Cr	4,72	4,11 – 5	4,11 -5
Ni/Fe	9,35	7,77 – 14	7,77 -14
Ni/Ti	25,58	25,5 – 31,1	26,9 – 35
Ni/Al	97,66	70 - 175	46,6 – 76,7
Ni/Nb	91,23	58,33 - 100	58,33 – 100

Una vez determinadas las proporciones de los elementos de la aleación, destacamos la similitud que tienen las dos aleaciones comerciales X-750 y 751, el único elemento que permite elegir entre una u otra aleación es el aluminio, por tanto, estamos frente a una aleación INCONEL X-750, siendo esta aleación del tipo HTA, o resistente a altas temperaturas.

Del análisis de composición es importante destacar también la presencia de elementos aleantes tales como el titanio, niobio y aluminio que, en presencia de carbono, tienden a formar carburos de la forma MC y éstos serán importantes identificarlos en nuestra muestra, por su influencia en las características mecánicas del INCONEL.

Tanto los carburos de titanio y niobio hacen que el material sea más resistente a las altas temperaturas, siendo el niobio el principal causante de convertir al INCONEL en una superaleación debido a su carácter refractario.

La presencia de aluminio en la aleación permite obtener bajo unas determinadas condiciones de tratamientos térmicos la aparición de una fase secundaria denominada gamma prima ( $\gamma'$ ), que permite el endurecimiento de nuestro material.

Por el contrario, el carburo de cromo es perjudicial en nuestra aleación ya que precipita en los límites de grano y es causante de incrementar la facilidad de fragilidad del material y exponerlo principalmente a tipos de corrosión ya sea bajo tensión o fallos en el material formando grietas.

## 4.2. Identificación de fases

La identificación de fases en el INCONEL nos va permitir conocer los distintos precipitados secundarios presentes en la aleación. Este análisis de fases sirve para comprobar si estos compuestos favorecen o empeoran las propiedades mecánicas de nuestra aleación.

Para comenzar la identificación, procedemos a hacer un primer barrido con el microscopio electrónico en busca de zonas importantes que puedan contener precipitados. En la Figura 4.3 se muestra un área de especial interés para realizar nuestro primer análisis.

Hemos señalado con flechas los distintos posibles precipitados para identificarlos, en primer lugar con un análisis de energías dispersivas (EDX), para seguidamente aplicar la técnica EBSD en la identificación de las fases cristalográficas presentes.

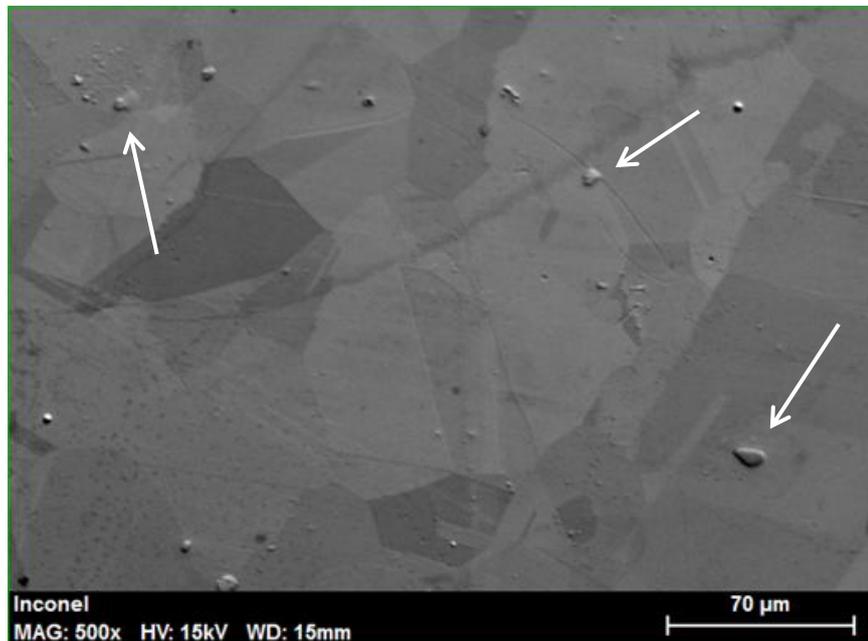


Figura 4.3. Micrografía SEM de la zona de análisis de identificación de fases.

Para realizar una primera identificación incrementamos la zona con magnificación de 1800x, procedemos a investigar la zona mediante EDX, y seleccionamos los posibles elementos constituyentes de los precipitados secundarios, la elección se centra en encontrar carburos en la aleación. En la Figura 4.4 se destacan las distintas morfologías y tamaños de precipitados encontrados.

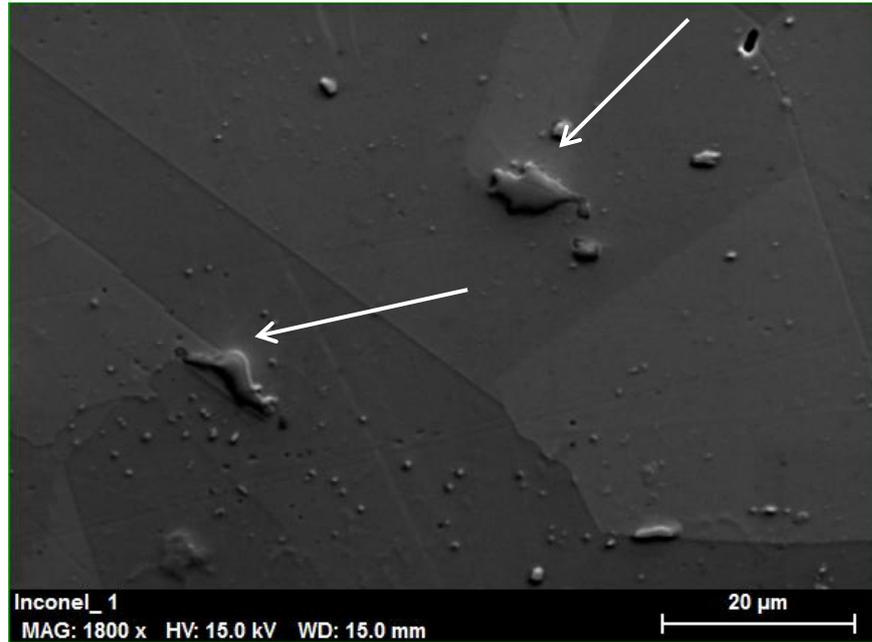


Figura 4.4. Distintos precipitados secundarios y su morfología.

Estamos ya en disposición de discriminar los elementos constituyentes del precipitado encontrado, en este caso, al tratarse de una aleación compuesta por titanio y niobio, podemos asegurar que dichos elementos son introducidos para formar carburos de la formas TiC y NbC. En la Figura 4.5 destaca la presencia de los dos compuestos junto con la del carbono. Se muestra en color rojo la matriz gamma ( $\gamma$ ) del INCONEL compuesta de níquel, ya que nos permite contrastar la inclusión de Ti, Nb y C.

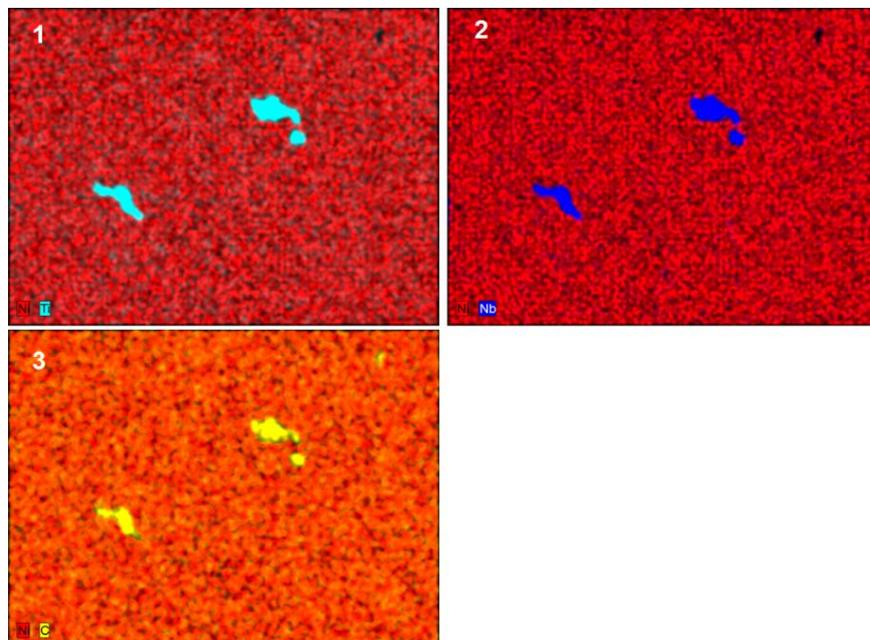


Figura 4.5. Mapping elemental: 1) Titanio; 2) Niobio; 3) Carbono.

Se ha realizado un análisis de espectro para confirmar que se trata de un carburo. Se procede a seleccionar el precipitado, obteniéndose el espectro mostrado en la Figura 4.6.

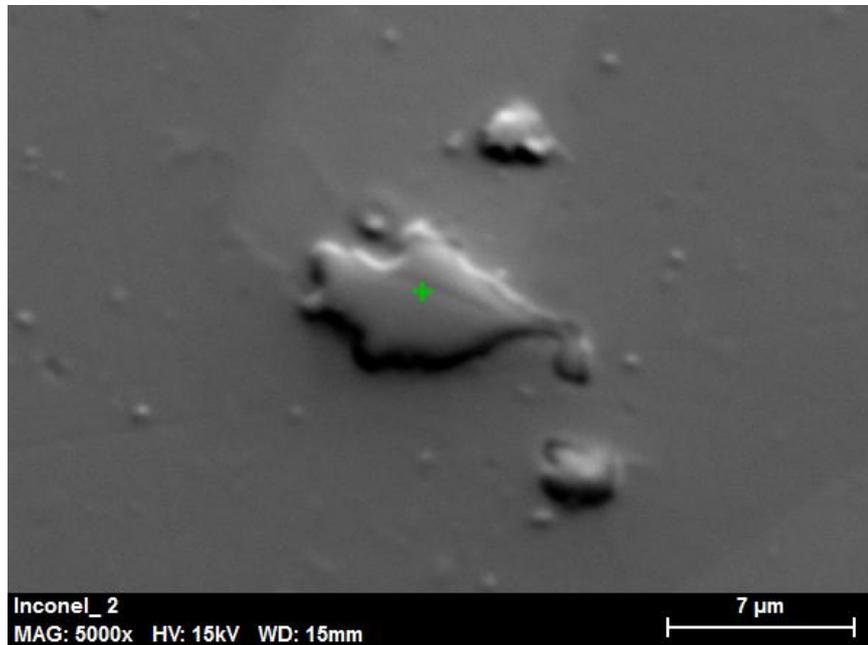


Figura 4.6. Precipitado de carburo de titanio y niobio.

Debemos mencionar, que el carburo encontrado precipita dentro del grano (intragranular), tratándose de una fase que endurece el material, impidiendo el desplazamiento de las dislocaciones y confiere una resistencia a alta temperatura debido al carácter refractario del niobio.

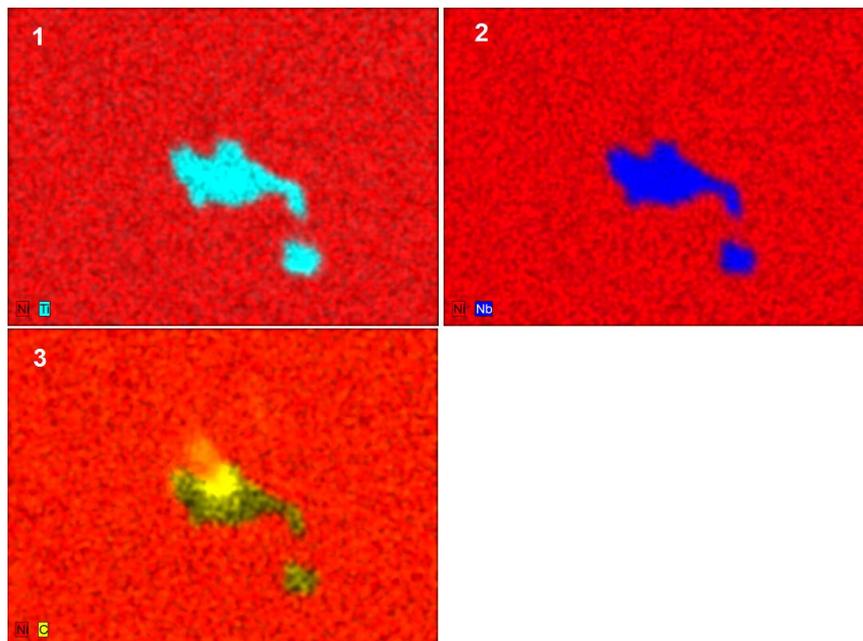


Figura 4.7. Mapping elemental: 1) Titanio; 2) Niobio; 3) Carbono.

En el espectro mostrado en la Figura 4.8 vemos los picos correspondientes a niobio y titanio, confirmándose así la presencia de carburos de la forma TiC y NbC.

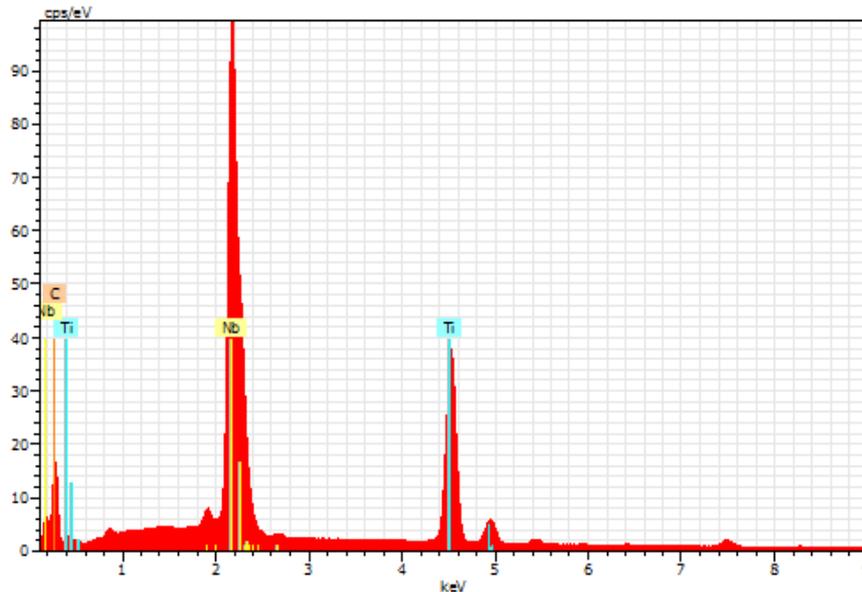


Figura 4.8. Espectro del carburo de titanio y niobio.

-Fase gamma prima ( $\gamma'$ )

Esta fase secundaria es la responsable de conferir al INCONEL la capacidad necesaria para para incrementar su dureza y resistencia a altas temperaturas, el elemento químico responsable de este endurecimiento es el aluminio. El resultado de la inclusión de aluminio es formar un precipitado secundario de la forma  $Ni_3Al$ .

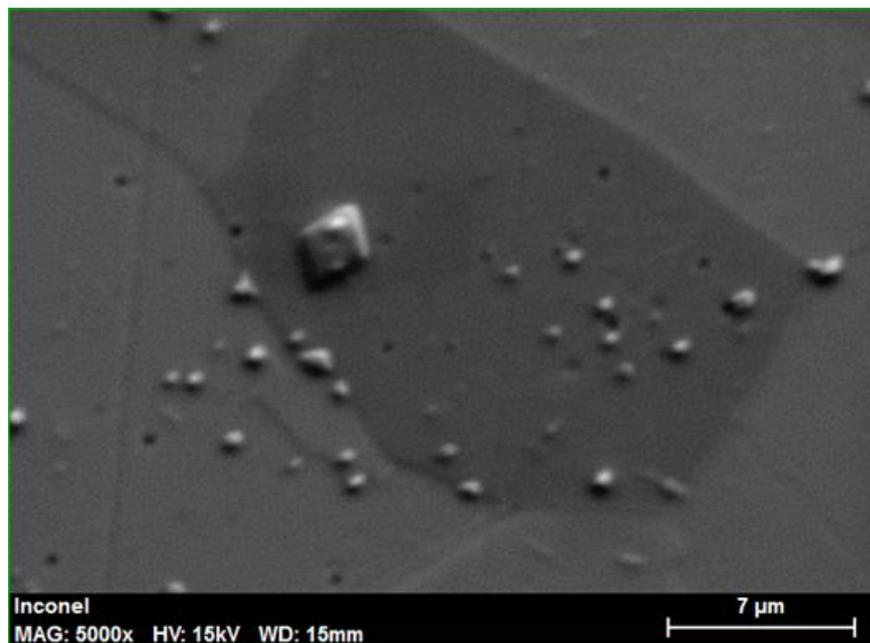


Figura 4.9. Fase Gamma prima ( $\gamma'$ ).

En la Figura 4.9 se destaca la morfología del precipitado en una micrografía SEM, mientras que en la Figura 4.10 se observa el mapping elemental correspondiente a un análisis por energías dispersivas (EDX).

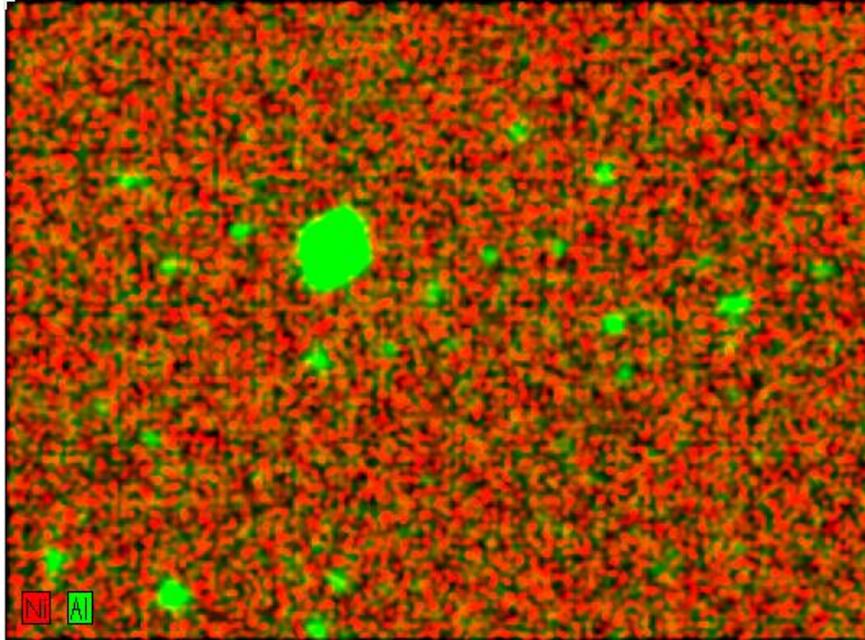


Figura 4.10. Mapping elemental con la presencia de níquel y aluminio.

El análisis EDX y las micrografías SEM nos ha permitido identificar la fase matriz austenítica gamma ( $\gamma$ ), los carburos de titanio-niobio y la fase secundaria gamma prima ( $\gamma'$ ).

Para confirmar la existencia de estas fases secundarias y la fase matriz gamma ( $\gamma$ ) se procederá a realizar la adquisición de datos EBSD con todos los parámetros expuestos en capítulos anteriores.

#### 4.2.1. Identificación utilizando la técnica EBSD

Empezaremos seleccionando una zona para determinar la identificación de fases a través de la técnica EBSD. La Figura 4.11 muestra el mapa de calidad del patrón de difracción (PQM), gracias a la adquisición de datos elaborada en el laboratorio.

Este mapa nos permitirá llevar a cabo nuestro análisis de fases, para ello introduciremos con la ayuda de la base de datos las diferentes fases tanto las confirmadas por análisis EDX y otras como carburos de cromo para saber si han precipitado dentro de la aleación.

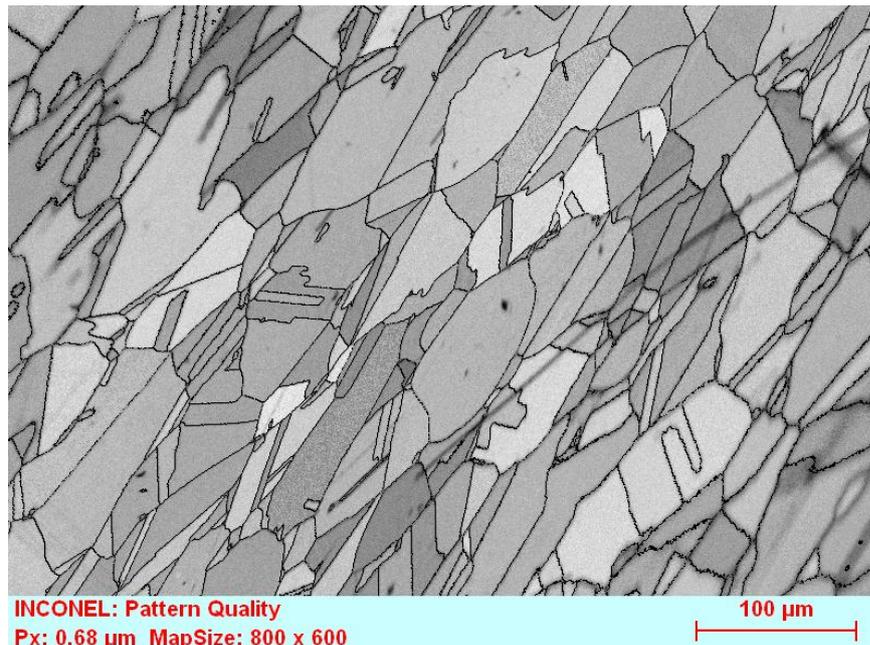


Figura 4.11. Mapa de calidad del patrón de difracción gracias a EBSD.

Comenzaremos introduciendo la fase matriz gamma, o austenita ( $\gamma$ ), en segundo lugar seleccionaremos los distintos carburos (TiC, NbC).

Es importante mencionar que aunque no hemos encontrado carburos de cromo por análisis EDX y SEM debido a la dificultad de identificar cromo y carburo juntos, es de nuestro interés buscarlo en la muestra al tratarse de una fase perjudicial, ya que su precipitación se produce en los límites de grano, sensibilizando al material ante posibles daños por corrosión intergranular.

Por último, introduciremos una fase de gran importancia en el INCONEL, ya que su precipitación permite mejorar las características de dureza en el material, se trata de la fase gamma prima ( $\gamma'$ ) formada por  $Ni_3Al$  o  $Ni_3Ti$ .

#### 4.2.1.1. Carburos de titanio y niobio (TiC - NbC)

Gracias a la identificación EBSD, destacamos en la Figura 4.12 el mapa de fases que contiene los carburos de titanio y niobio mostrados en color rojo. Gracias a estos precipitados conseguimos mejorar las características de la aleación al impedir que se formen carburos de cromo, y mejorar notablemente su comportamiento a altas temperaturas. En color azul se muestra la fase gamma ( $\gamma$ ), o austenita.

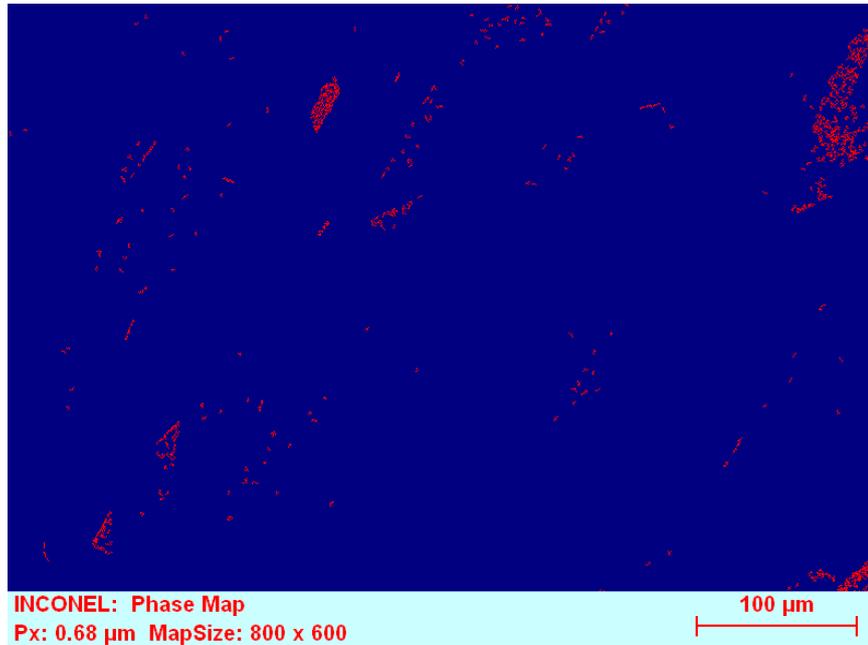


Figura 4.12. Carburos de titanio y niobio.

#### 4.2.1.2. Fase Gamma prima ( $\gamma'$ )

Las aleaciones de base níquel tienen un alta fracción en volumen de esta fase precipitada. Esta fase es la responsable de conferir las características de alta resistencia mecánica a alta temperatura y darle una alta resistencia a la fluencia ya que disminuye en gran medida la velocidad de desplazamiento de las dislocaciones.

La identificación y el estudio de su crecimiento permite predecir el comportamiento del material en servicio. Esta fase es la principal causante del endurecimiento de la muestra, en cierta medida podemos considerarla una fase beneficiosa ya que mejora las características mecánicas del INCONEL, precipita de manera uniforme en toda la aleación.

En la Figura 4.13 se muestra en gris, y está formada por  $Ni_3Al$ , es posible también encontrarla en la forma  $Ni_3Ti$ .

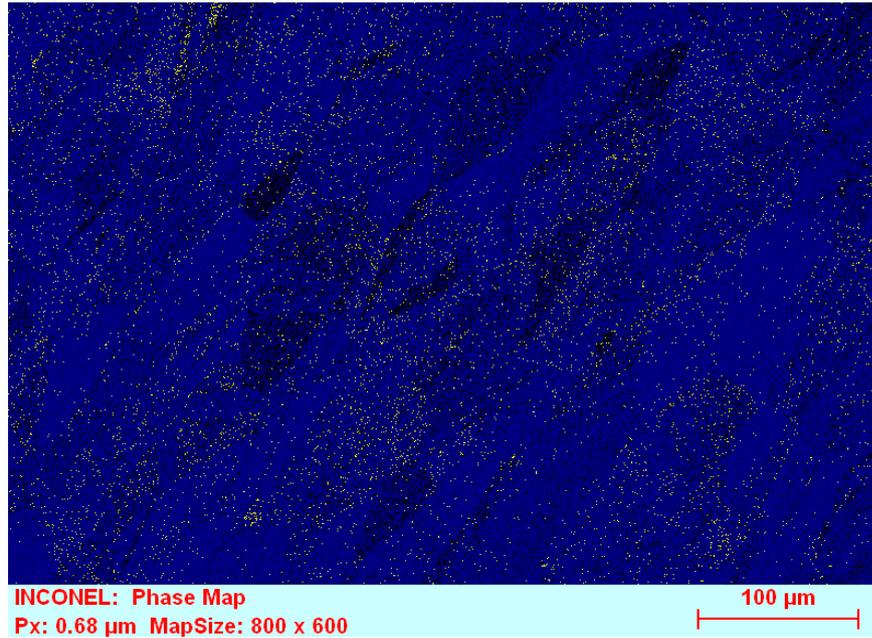


Figura 4.13. Gamma prima ( $\gamma'$ ).

#### 4.2.1.3. Carburos de cromo

Los carburos de cromo ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ) presentes en la muestra precipitan a lo largo de los límites de grano, perjudicando notablemente su resistencia frente a la corrosión intergranular, ya que conduce a la formación de bandas empobrecidas en cromo alrededor de los carburos formados, facilitando, en consecuencia el progreso de la corrosión. En la Figura 4.14 se destaca en color amarillo la formación de carburos de cromo y se ven notablemente como precipitan uniformemente formando bandas rectas, debido a que se forman preferencialmente en los límites maclados.

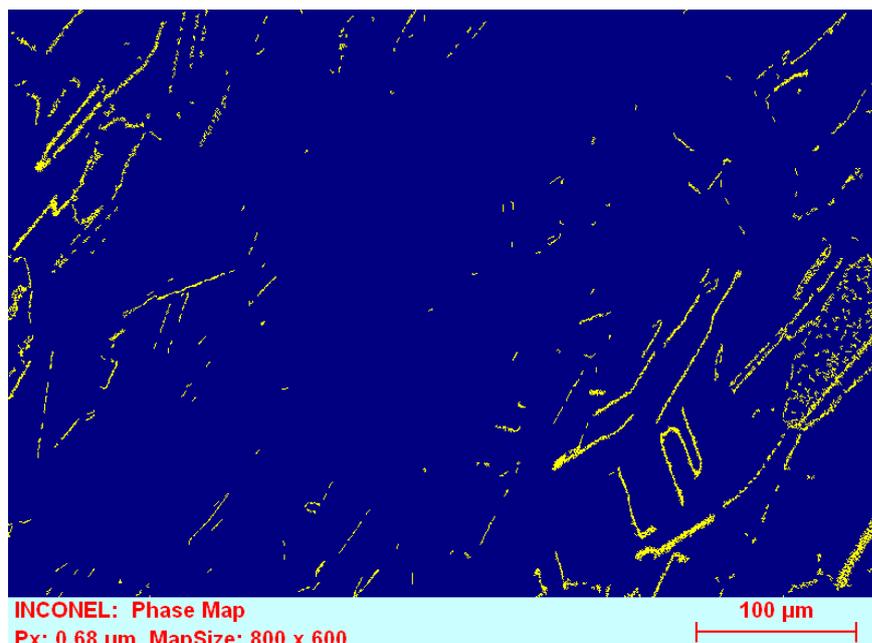


Figura 4.14. Carburos de cromo.

## 4.3. Textura cristalográfica

Para describir la orientación preferencial que tienen los distintos granos en el INCONEL, debemos aplicar las herramientas que nos proporciona el software de análisis de texturas. Es importante conocer cómo los granos del material se orientan en una textura cristalográfica de tipo aleatoria o por el contrario tienen un carácter preferencial.

Empezaremos describiendo la proyección estereográfica de los granos mediante figuras de polos correspondientes a la familia de planos atómicos {100}, {110}, {111}.

### 4.3.1. Figuras de polo

Las proyecciones estereográficas de nuestro material plasmadas mediante figuras de polo permiten establecer la distribución de la orientación de todos los granos analizados. En la Figura 4.15 mostramos dicha distribución seleccionando los planos más relevantes para poder describir la aleatoriedad o preferencia de la orientación de los granos.

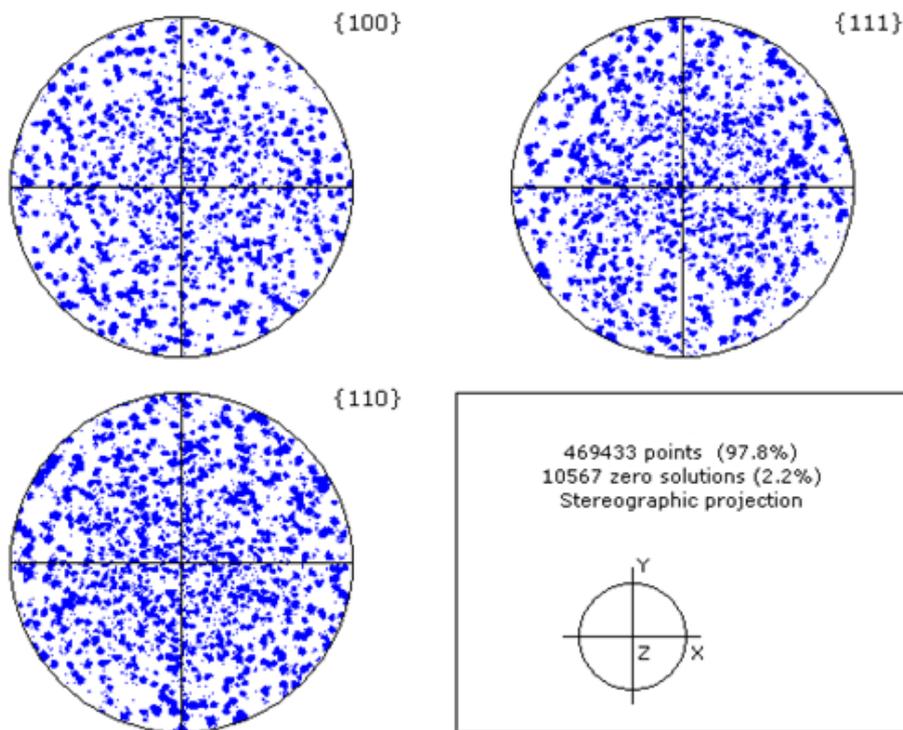


Figura 4.15. Proyección estereográfica de polos analizados individualmente.

Analizando la figura de polos destacamos precisamente que los granos no tienen un carácter preferencial de orientación. Así que con toda seguridad, concluimos que nuestro material no tiene una textura cristalográfica fuerte, todo lo contrario, existe ausencia de ésta, ya que los polos están uniformemente distribuidos en la proyección estereográfica.

Si realizamos un análisis frecuencial de todos los polos presentes, vemos que existe mayor densidad de éstos en la familia de planos atómicos  $\{110\}$ . En la Figura 4.16 se muestran las distribuciones frecuenciales de los polos en los tres planos atómicos más importantes.

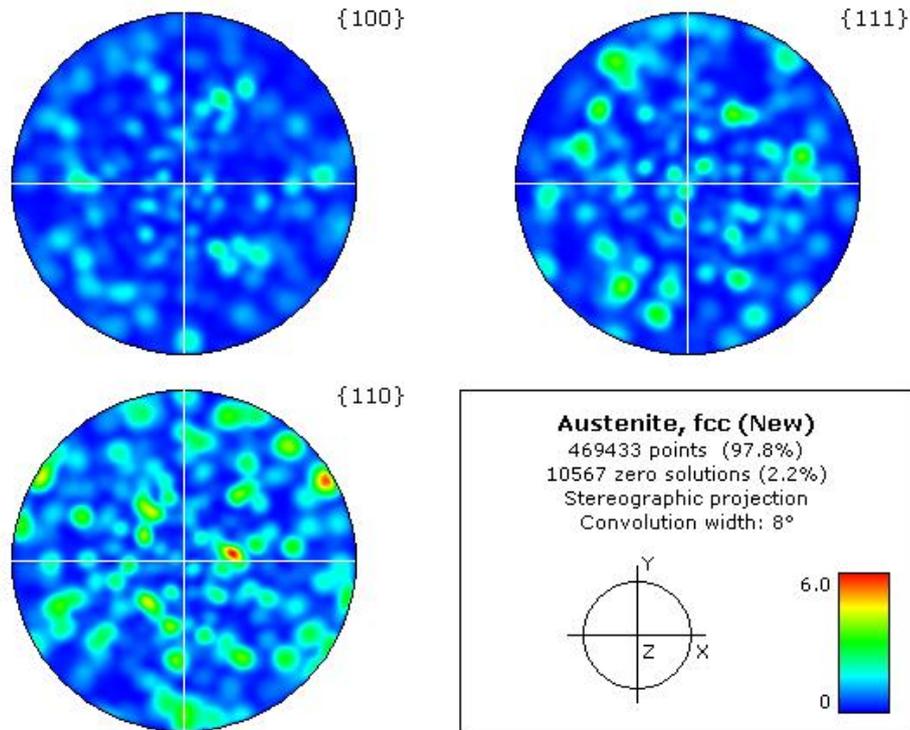


Figura 4.16. Proyección estereográfica de los polos analizados por frecuencia.

### 4.3.2. Figuras de polo inversas

Las figuras de polo inversas nos muestran en los mapas IPF la distribución de las direcciones cristalográficas normales a los planos atómicos de los granos. Atendiendo a las principales direcciones tendremos los que se muestran en la leyenda de la Figura 4.17.

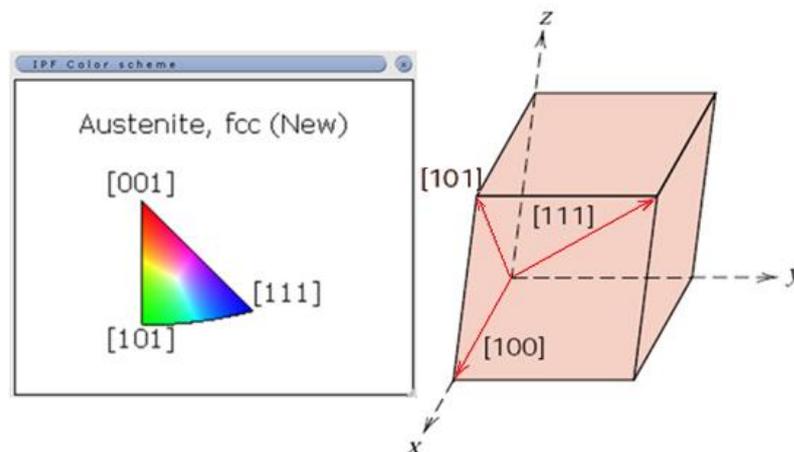


Figura 4.17. Leyenda de mapas IPF y direcciones cristalográficas

#### 4.3.2.1 Mapa IPF

La utilidad que tiene el mapa IPF es mostrar de manera inmediata la densidad de polos con direcciones cristalográficas específicas. Es posible elegir los ejes X, Y y Z de la muestra para verificar aspectos relacionados con la orientación cristalográfica de cada grano.

En la Figura 4.18, podemos apreciar cómo los granos van tomando una coloración diferente en función de la preferencia de las direcciones normales a los planos atómicos de los granos, es decir, si la dirección de la normal a un plano atómico se ajusta a la dirección cristalográfica [100], su color será rojo en el mapa, si por el contrario esa dirección se ajusta a [101], se tornará verde y si la dirección es [111], su coloración será azul.

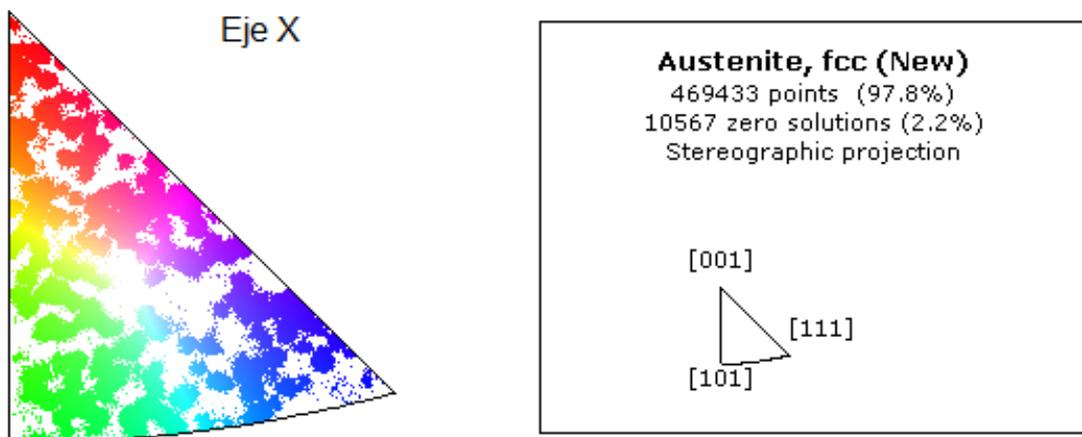


Figura 4.18. Mapa IPF de todos los polos.

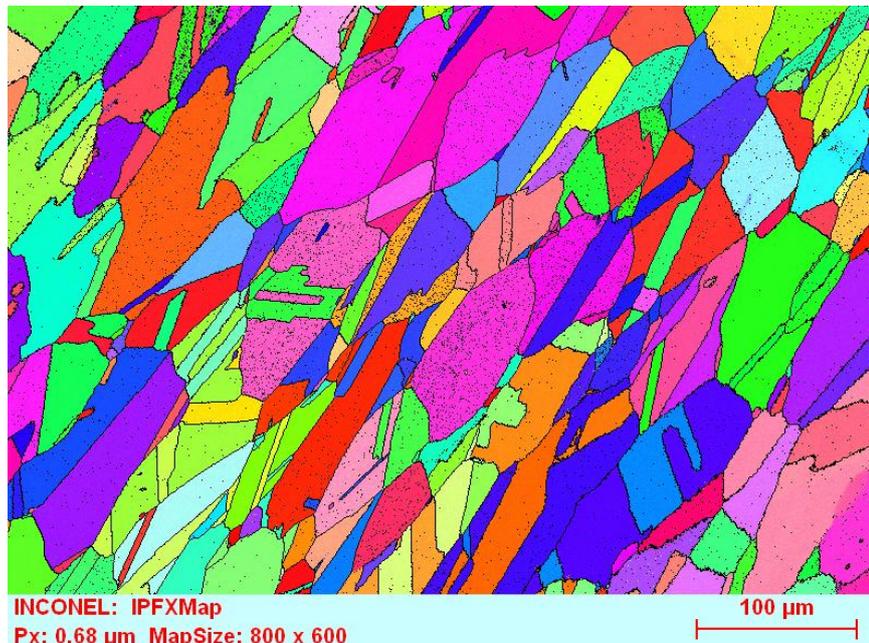


Figura 4.19. Mapa IPF vista correspondiente al eje X.

A la vista del mapa IPF (Figura 4.19), destacamos que no hay preferencia de orientación de los granos, las distintas coloraciones mostradas dan cuenta de la aleatoriedad de las orientaciones cristalográficas de los granos del material.

### 4.3.3. Función de distribución de orientaciones

Una de las herramientas más importantes son los mapas ODFs, ya que permiten establecer la distribución individual de la orientación de cada grano en función de las rotaciones medidas con los ángulos de Euler.

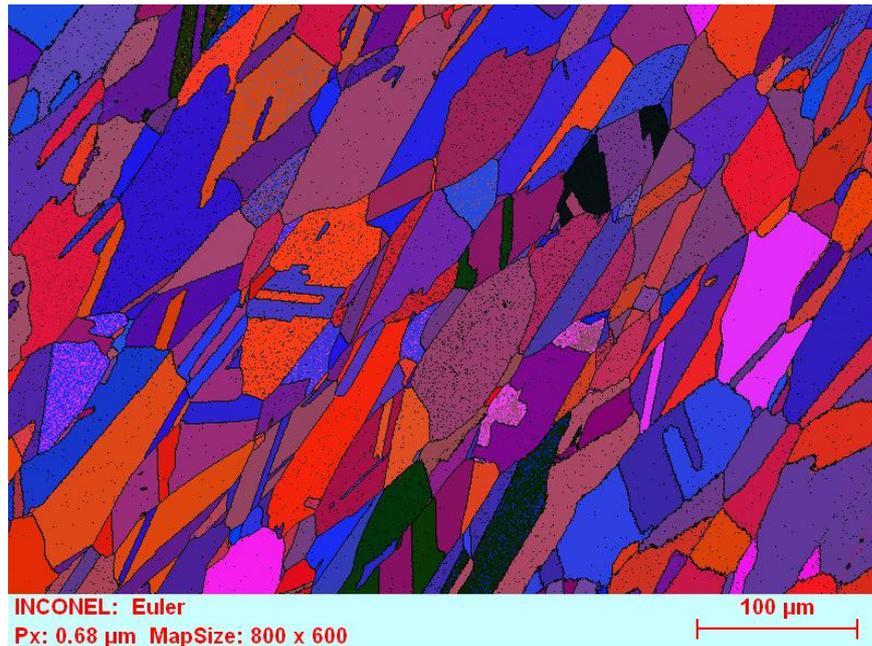


Figura 4.20. Mapa de Euler.

El mapa de Euler (Figura 4.20) expresa mediante coloración RGB las orientaciones que toman los granos. En la Figura 4.21 se muestra la leyenda correspondiente a cada ángulo de Euler.

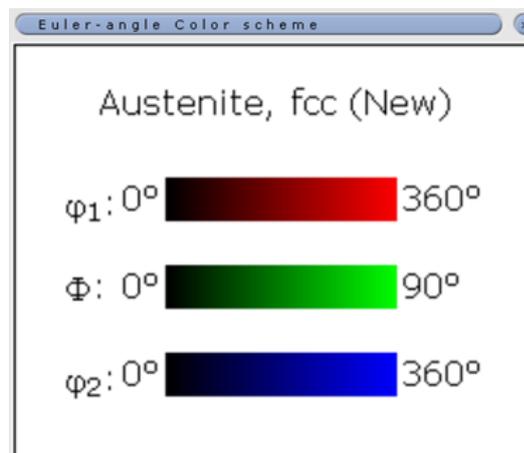


Figura 4.21. Leyenda correspondiente al mapa de Euler

También es posible observar las orientaciones individuales de cada grano en forma tridimensional tomando un sistema ortonormal de los ángulos de Euler (Figura 4.22), haciendo variar los tres ángulos ( $\varphi_1, \Phi, \varphi_2$ ) de 0 a 90 grados.

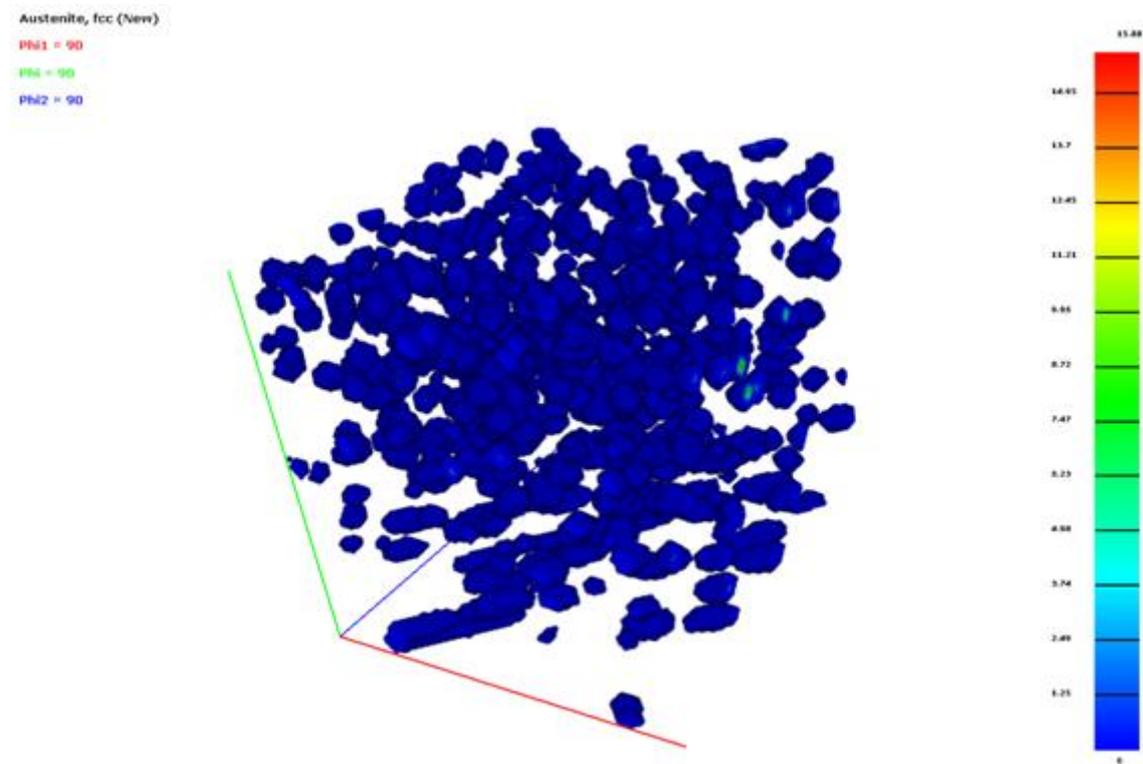


Figura 4.22. Vista 3D de la distribución de orientaciones de cada grano.

## 4.4. Caracterización de los granos

En este apartado analizaremos todo lo relacionado con los granos, su tamaño y distribución, aplicando los mapas e histogramas que proporciona el software de análisis de datos EBSD.

### 4.4.1. Tamaño de grano

La técnica EBSD permite obtener de manera inmediata un mapa de la distribución de los granos y los correspondientes histogramas, mostrando la distribución del tamaño de éstos.

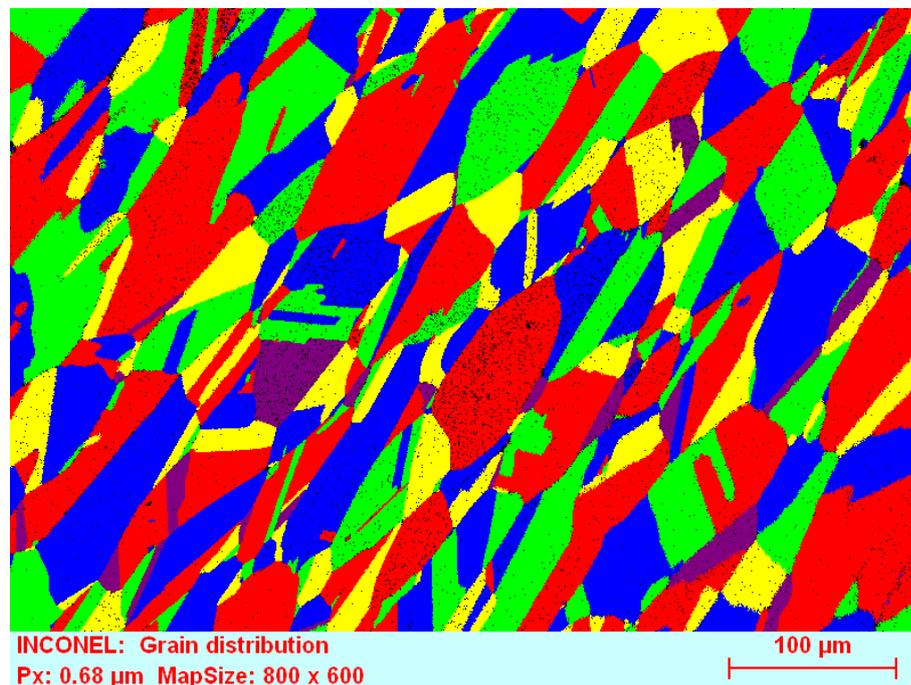


Figura 4.23. Mapa de distribución de los granos.

En la Figura 4.23 se muestra la distribución de los granos en un mapa EBSD y su correspondiente color. Se ha utilizado cinco grados de desorientación y un tamaño mínimo de cinco píxeles para formar un grano. Para comprobar que los granos formados responden a esta distribución podemos trazar un perfil de desorientación intragranular.

#### 4.4.1.1. Perfil de desorientación en el grano

Procedemos a elegir cualquier grano para trazar un perfil de desorientaciones. En la Figura 4.24 destacamos un grano elegido al azar y posteriormente trazamos una línea de perfil de desorientación.

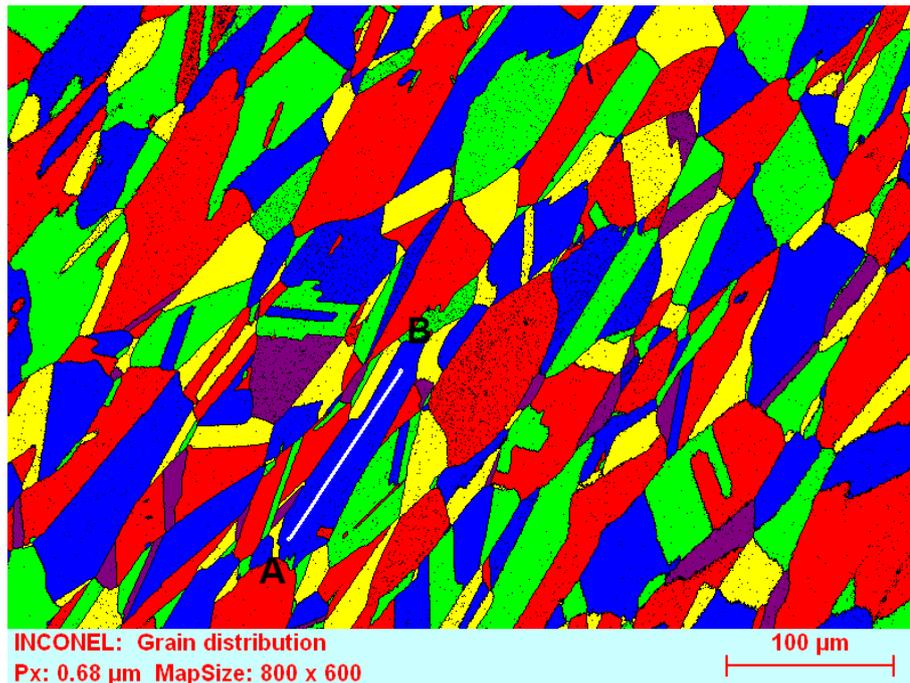


Figura 4.24. Mapa de distribución de granos para perfil de desorientación.

En el perfil (Figura 4.25) destacamos como a lo largo de la línea A-B, la desorientación a lo largo del grano no supera los  $2^{\circ}$  permitiendo asegurar que los parámetros de post-procesado son correctos.

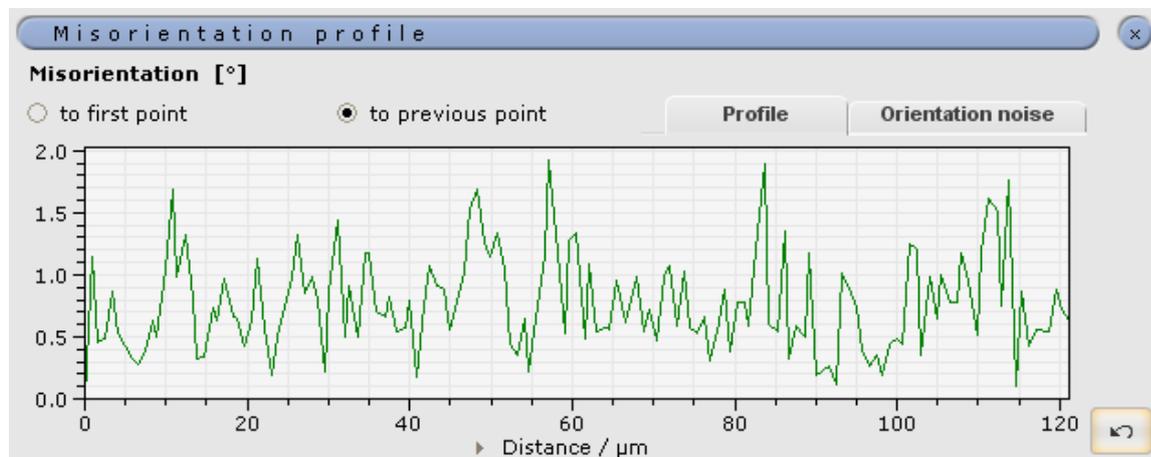


Figura 4.25. Perfil de desorientación intragranular.

#### 4.4.1.2. Distribución y tamaño de los granos.

El programa de análisis nos permite clasificar el tamaño de granos mediante histogramas. En la Figura 4.26 se muestra una distribución ponderada por área del tamaño del grano. Del histograma podemos extraer que la influencia del tamaño de grano, en este caso de los granos de mayor superficie proporcionan una información poco fiable de la distribución de tamaños, ya que, la fracción de éstos supera el 5,5 % afectando claramente al promedio de tamaño. En este caso, observamos que la media de tamaño de granos se sitúa en 50,6 micras.

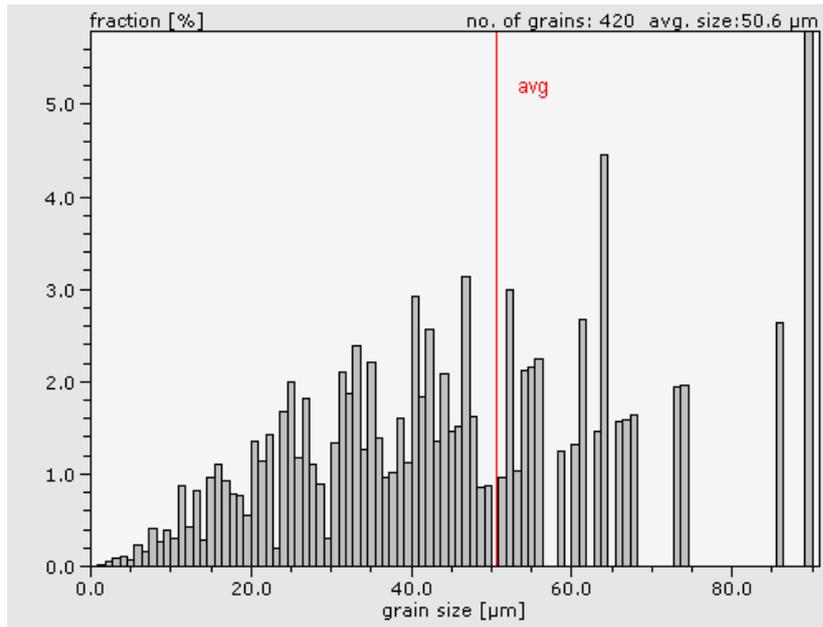


Figura 4.26. Histograma de distribución del tamaño de grano por área ponderada.

La solución para obtener una distribución más fiable es no tomar en cuenta la fracción que ocupan los granos de mayor tamaño. Esto se hace desactivando en el análisis la ponderación del área de los granos. Así, obtenemos el histograma de la Figura 4.27 donde vemos que los granos de menor tamaño ocupan una fracción mayor, por tanto el tamaño promedio de éstos varía notablemente de 50,6 a 25,7 micras, siendo este un análisis más preciso. Según la norma ASTM E112 el tamaño de grano es fino correspondiendo a un índice de 7.

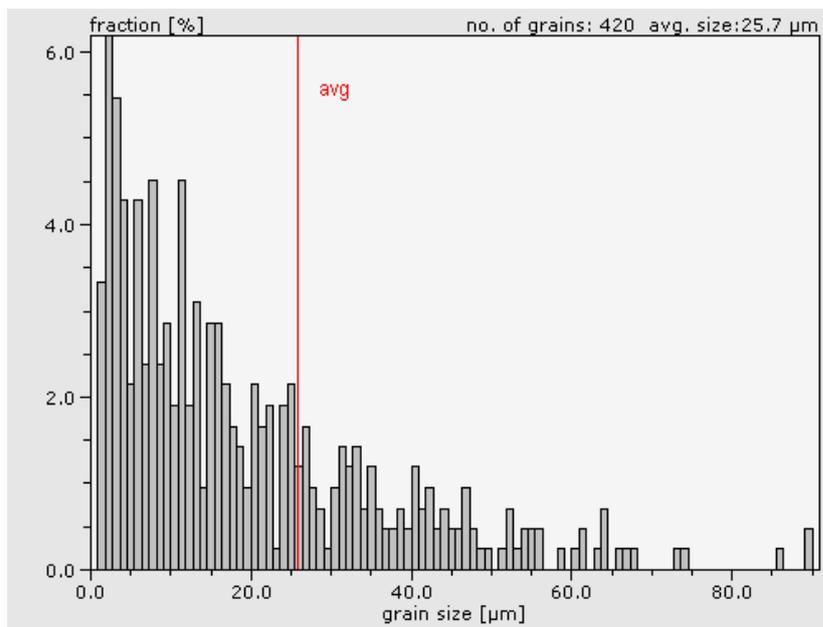


Figura 4.27. Histograma de distribución del tamaño de grano sin ponderar el área.

## 4.5. Límites de grano

Los límites de grano juegan un papel muy importante dentro de las características mecánicas del material, su distribución y tipos de límites atribuyen propiedades que permiten mejorar el comportamiento y carácter de nuestra aleación frente a daños por corrosión, dislocaciones o diferentes defectos donde los protagonistas sean los límites de grano.

### 4.5.1. Límites CSL

Como se describió en el capítulo 1.3.7 es importante desarrollar límites capaces de acumular baja energía y poca movilidad de las dislocaciones gracias a la ingeniería de límite de grano GBE, y una vez desarrollados, la técnica EBSD permite la identificación y distribución en el entorno del material.

En la Figura 4.28 destacamos a clasificación de los diferentes límites CSL y su proporción dentro de la muestra. De este modo hemos marcado en color rojo los límites correspondientes a  $\Sigma 3$ , en color verde los límites  $\Sigma 9$ , en color amarillo  $\Sigma 27b$ , azul los límites  $\Sigma 27a$  y en color negro todos los límites que no son especiales.

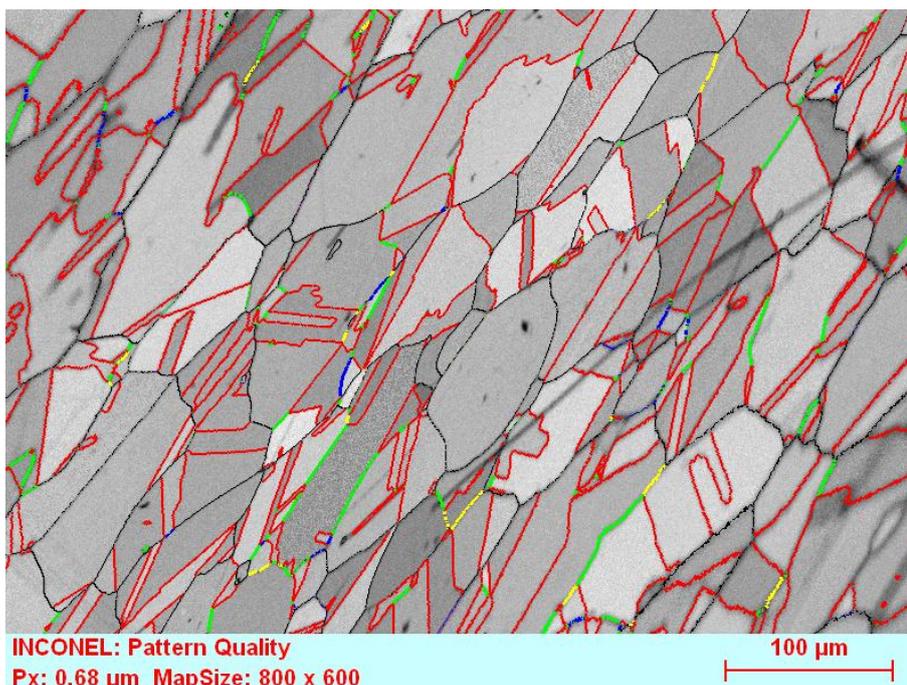


Figura 4.28. Micrografía EBSD con límites CSL.

Si observamos la leyenda mostrada en la Tabla 4.3. podemos destacar como los límites  $\Sigma 3$  tienen una alta presencia con un 87,7 % dentro de los límites CSL, llegando a la conclusión que estos límites son límites de maclas debido a su desorientación entre los granos de  $60^\circ$ . Por tanto, estamos ante un material muy resistente a los mecanismos de corrosión a altas temperaturas debido al tipo de sus límites de grano.

Tabla 4.3. Tipos de límites CSL y su porcentaje de distribución.

CSL Boundary									
33	<input checked="" type="checkbox"/>	Grain	19.0mm		1	$\Sigma$	$r$	$\theta(^{\circ})$	$\Delta\theta(^{\circ})$
1	<input checked="" type="checkbox"/>	Austenit...	87.7%		1	3	<1 1 1>	60	8.66
2	<input checked="" type="checkbox"/>	Austenit...	7.3%		1	9	<1 1 0>	38.94	5
3	<input checked="" type="checkbox"/>	Austenit...	1.5%		1	27b	<2 1 0>	35.43	2.89
4	<input checked="" type="checkbox"/>	Austenit...	1.3%		1	27a	<1 1 0>	31.59	2.89
5	<input checked="" type="checkbox"/>	Austenit...	0.3%		1	7	<1 1 1>	38.21	5.67
6	<input checked="" type="checkbox"/>	Austenit...	0.2%		1	11	<1 1 0>	50.47	4.52

### 4.5.2. Límites de alto y bajo ángulo

Otro tipo de clasificación de límites de grano no menos importante pero más simple de deducir son los límites de alto y bajo ángulo. Nuevamente en este caso, la técnica EBSD permite obtener una clasificación muy concreta y precisa, pero atendiendo sólo a los grados de desorientación entre granos vecinos.

En la Figura 4.29 hemos clasificado los límites en función de su desorientación, por tanto tenemos las distintas clases de intervalos mostrados en la Figura 4.29.

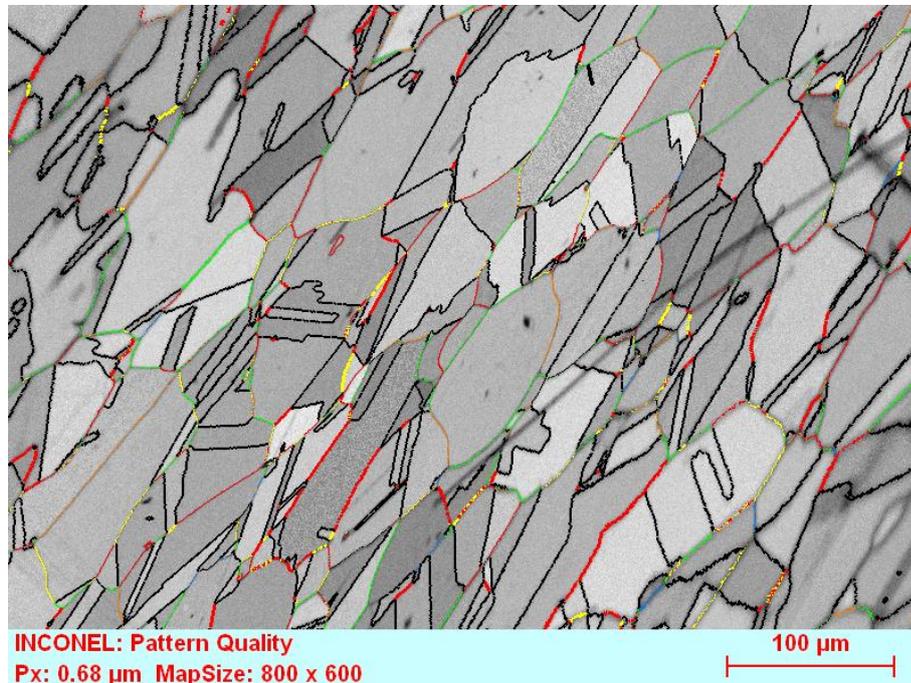


Figura 4.29. Micrografía EBSD con límites de alto y bajo ángulo.

Atendiendo a la clasificación, destacamos como los límites comprendidos entre 55° y 62,2° tienen un alto porcentaje de presencia (67,7 %), ya en el apartado anterior hemos mencionado que los límites  $\Sigma 3$  eran mayoritarios, aquí hemos comprobado como las maclas con ángulos de desorientación de 60° (mostrados en color negro en la Figura 4.29) van ligados a los límites especiales CSL y por tanto hablaremos de maclas coherentes creadas para el endurecimiento del material.

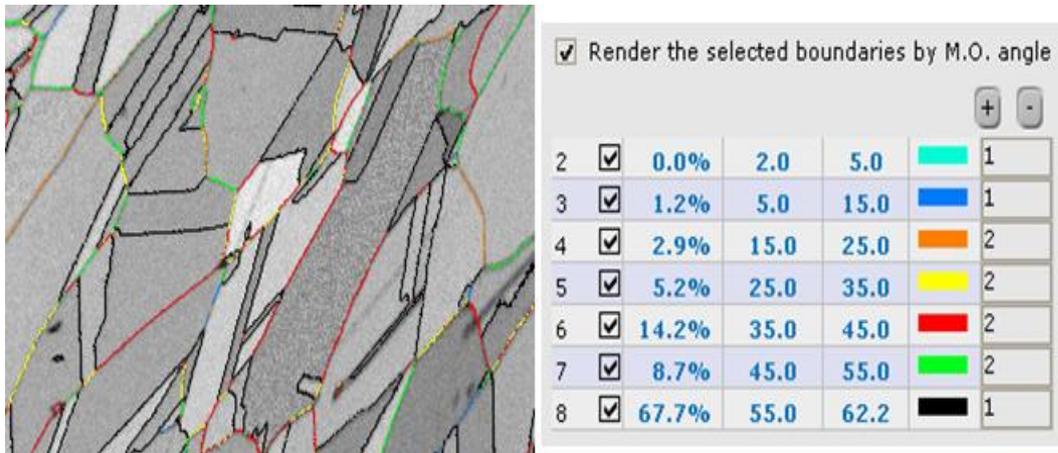


Figura 4.30. Zona ampliada y leyenda correspondiente a la clasificación de tipos de ángulos.

### 4.5.3. Perfil de desorientación

Para comprobar que existen diferentes límites de ángulo a lo largo de los granos, procedemos a establecer un perfil de desorientación que nos va permitir inmediatamente observar entre un punto y otro tomados aleatoriamente los distintos picos correspondientes a los distintos tipos de límites de ángulos alcanzados.

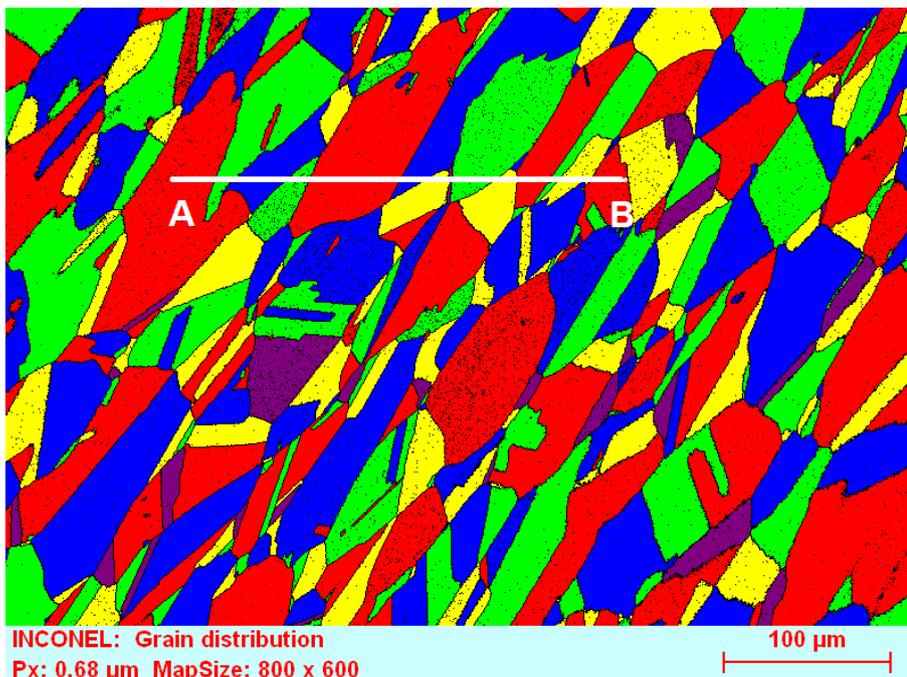


Figura 4.31. Mapa de distribución de los granos.

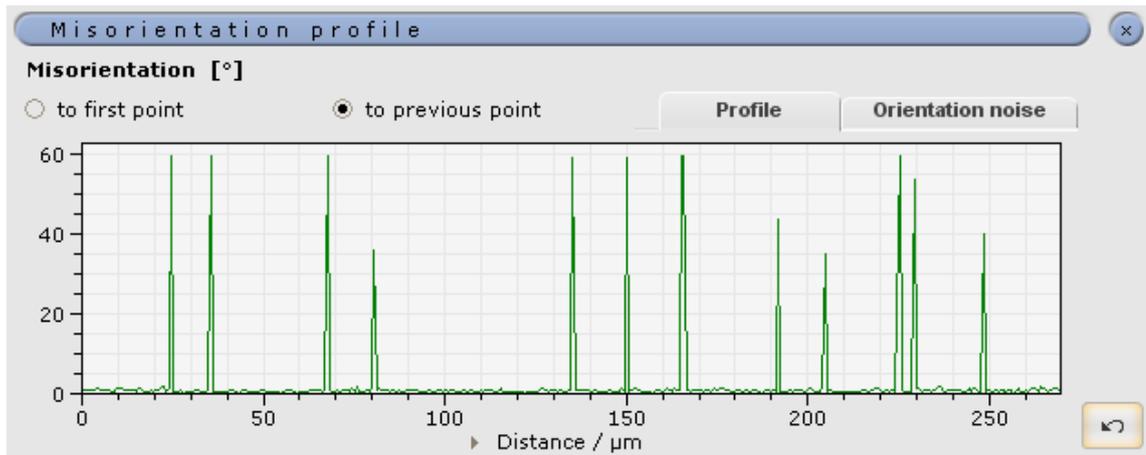


Figura 4.32. Perfil de desorientación intergranular.

En el perfil mostrado en la Figura 4.32, destacamos como a lo largo de la línea A-B atravesamos diferentes límites de grano. En el perfil se muestra claramente los picos correspondientes a los límites de macla y otros límites con menos grados de desorientación que también son límites especiales CSL.

## 4.6. Mapas de desorientación promedio

Una de las principales herramientas con las que cuenta la difracción de electrones son los mapas de desorientación promedio. Estos mapas nos permiten observar aspectos relacionados con cada grano de manera individual. Como se mencionó en apartados anteriores, para formar la imagen de un grano es necesario definir la desorientación de cada píxel y un número mínimo de éstos para formar el cristal. A partir de estos parámetros, existen dos tipos de mapas que muestran la desorientación promedio a lo largo del cristal.

### 4.6.1. Mapa GAM

El mapa que se muestra en la Figura 4.33 nos indica la desorientación promedio de cada grano. En este caso, podemos observar que no hay cambios bruscos en la desorientación, ya que el rango de desorientaciones no supera los  $6,31^\circ$  grados destacándose en la leyenda de la Figura 4.34, y si observamos ésta, toda la desorientación se acumula en rangos azul y azul claro. Es por esto que el mapa se muestra claramente uniforme con estos colores, esto quiere decir que nuestra aleación no presenta defectos o degradaciones que afecten bruscamente a la desorientación de los granos.

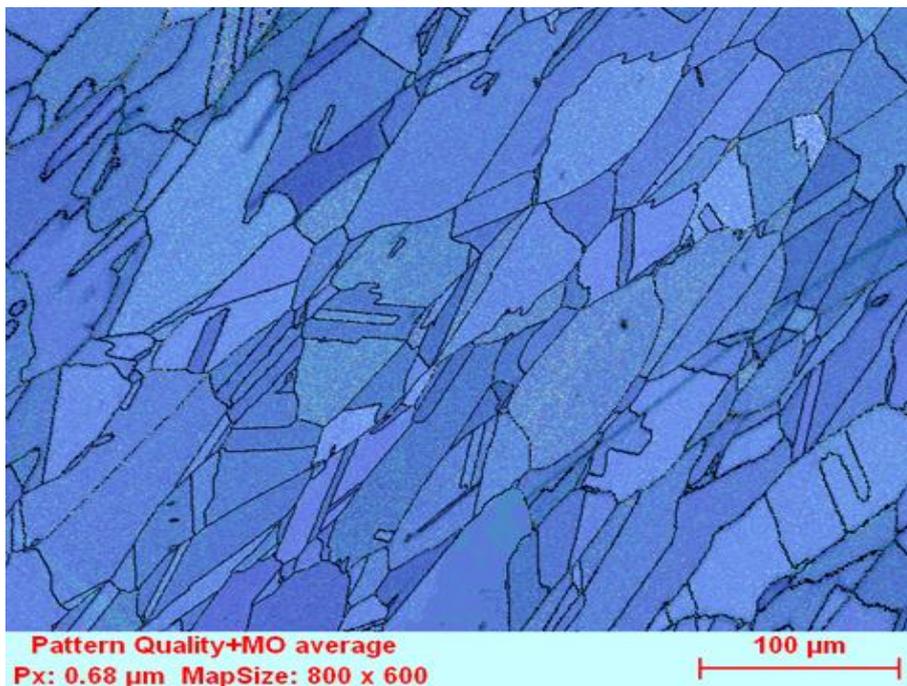


Figura 4.33. Mapa GAM.

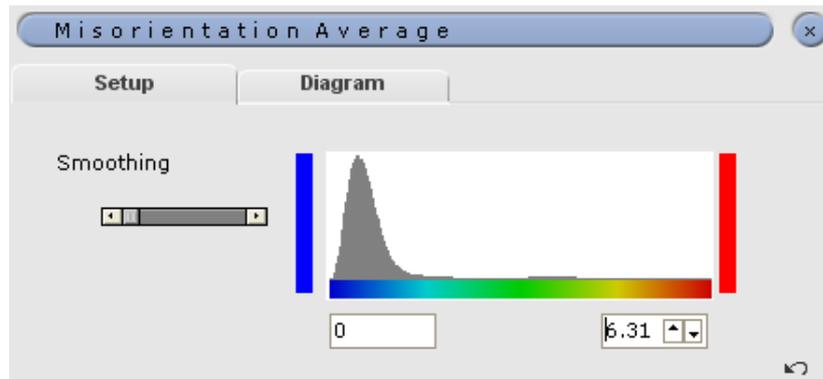


Figura 4.34. Leyenda mapa GAM.

#### 4.6.2. Mapa KAM

El mapa KAM mostrado en la Figura 4.35, permite ver en detalle desorientaciones de los granos con respecto al núcleo de éstos. La utilidad que estos mapas tienen es mostrar la concentración de tensiones o dislocaciones que distorsionan las redes cristalinas de los granos vecinos, destacar que para el intervalo elegido en la leyenda de la Figura 4.36 no se presenta en el mapa coloraciones intensas.

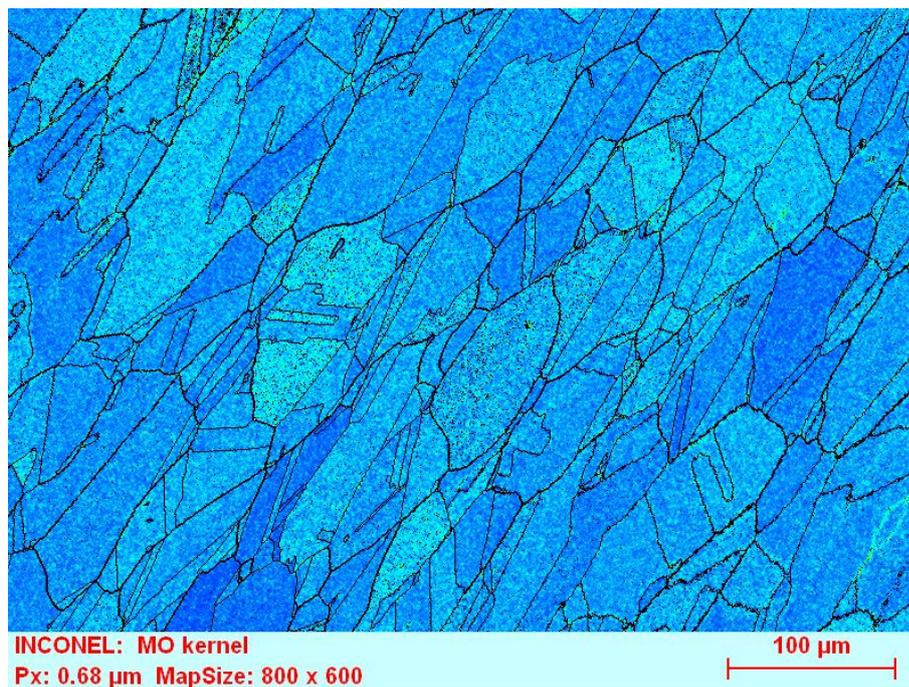


Figura 4.35. Mapa KAM.

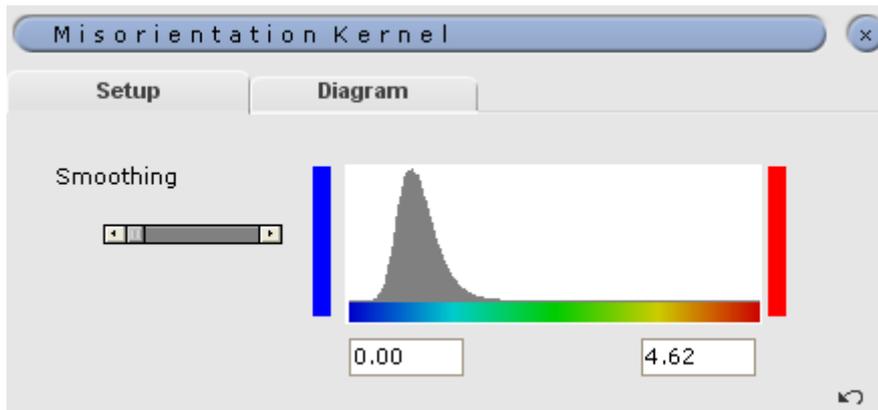
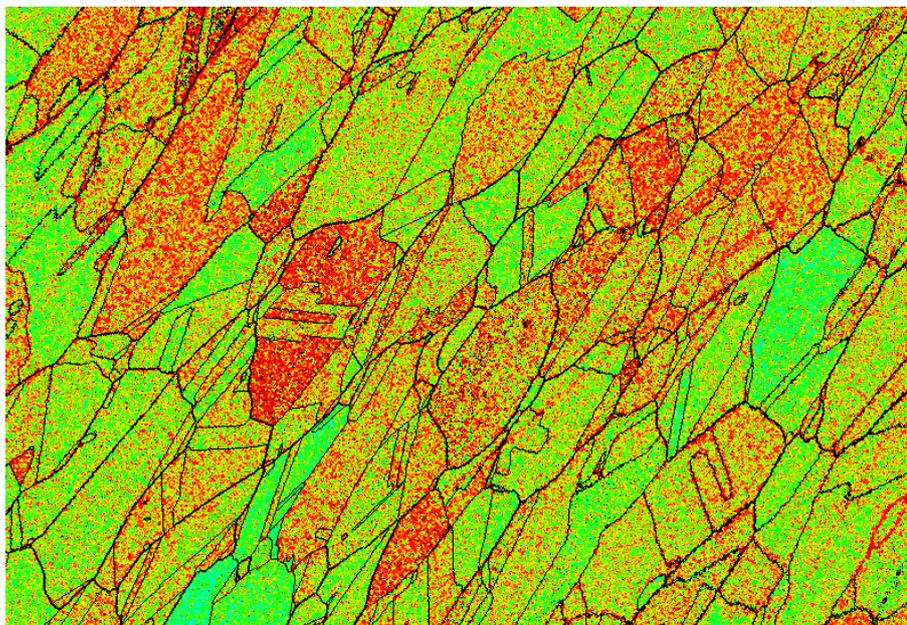


Figura 4.36. Leyenda mapa KAM.

Como ejemplo de distorsión en las desorientaciones se ha seleccionado un intervalo menor de la escala de colores para ver el efecto que tendría en el mapa KAM una variación sustancial de la desorientación debido a defectos tanto cristalinos como a fallos provocados por grietas y fracturas.



INCONEL: MO kernel  
Px: 0.68 μm MapSize: 800 x 600

Figura 4.37. Mapa KAM con intervalo menor de desorientación.

En la Figura 4.37 vemos el efecto de tomar un intervalo de menor rango. Aunque la aleación que analizamos no tiene fuertes cambios de desorientación a lo largo de sus granos se puede observar el cambio en la coloración y ya en la leyenda de la Figura 4.38 destacamos como la distribución de la desorientación se acumula alrededor de 1 grado.

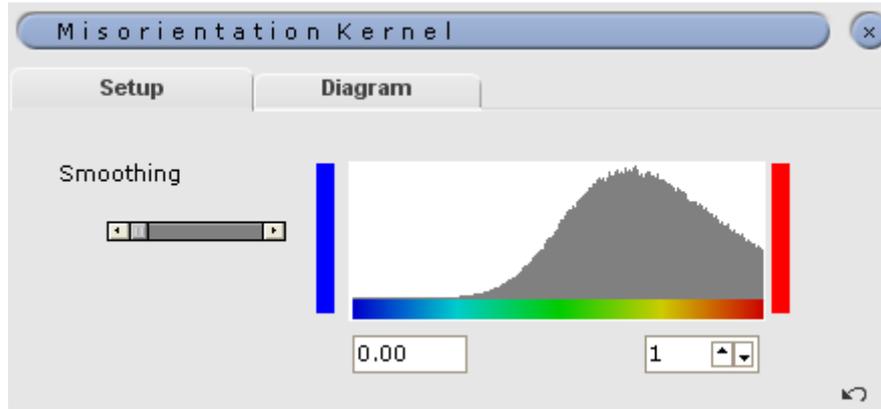


Figura 4.38. Leyenda mapa KAM con intervalo menor de desorientación.



## **Conclusiones**



## 5.1. Conclusiones

1. Se ha identificado el tipo de aleación de níquel correspondiendo a INCONEL X-750, aleación resistente a los mecanismos de corrosión a altas temperaturas y fluencia.
2. La técnica EBSD ha permitido identificar inequívocamente las fases presentes en el INCONEL, confirmándose las fases encontradas por análisis EDX, y destacándose la presencia de carburos de cromo no observados en el microscopio y posterior análisis EDX.
3. Analizando la textura cristalográfica de la aleación, hemos aplicado las herramientas disponibles para su descripción concluyendo que no presenta ningún tipo de orientación preferencial en sus granos.
4. Hemos analizado los granos, su tamaño y distribución por medio de mapas e histogramas, concluyendo que el tamaño de grano es fino, y siguiendo la norma ASTM E112, corresponde a un factor 7.
5. Se han clasificado todo los tipos de límites de granos en función de los grados de desorientación entre los cristales y gracias a la técnica EBSD hemos encontrado una gran proporción de límites de granos especiales CSL, y en especial límites maclados.
6. Se han mostrado los mapas de desorientación promedio en los granos, concluyéndose que la muestra de INCONEL X-750 no posee defectos cristalinos que afecten a la desorientación de los granos.



## **Bibliografía**



- [1] A.J. SCHWARTZ, M. KUMAR, B.L. ADAMS, D.P. FIELD. Electron Backscatter Diffraction in Materials Science. Springer. (2002).
- [2] S. NISHIKAWA, S. KIKUCHI .The diffraction of cathode rays by calcite. Proc Imperial Acad (Japan). 4: 475-477. (1928).
- [3] V. RANDLE. Microtexture determination and its applications. Maney Publishing. (2000).
- [4] A.F. PADILHA. Utilização da técnica de difração de elétrons retro-espalhados na caracterização microestrutural dos materiais. Boletín Técnico da Escola Politécnica da USP, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais. (1999).
- [5] R.P. GOEHNER, J.R. MICHAEL. Phase identification in a scanning electron microscopy using back-scattered electron Kikuchi patterns. J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. 101 (3), (1996).
- [6] E. F. DELGADO. Caracterización microestructural y cristalográfica de la concha prismatofoliada de pectinoidea, animioidea y ostreoidea. Implicaciones evolutivas. Tesis Doctoral. Universidad de Granada. (2006).
- [7] G.Y. CHIN. Textured structures. Metal Handbook 9 edition, Metals Park. Ohio: ASM. 700-705. (1985).
- [8] M. J. GODEC. Presentation methods of textures measurements. Materiali in Tehnoloije. Vol. 34, 359-364. (2000).
- [9] D.J. DINGLEY. Diffraction from sub-micron areas using electron backscattering in a scanning electron microscope. Scanning Electron Microscopy. 2, 569 – 575. (1984).
- [10] J.S. ADAM, K. MUKUL. Electron Backscatter Diffraction in Materials Science. Plenum Publishers. 339. (2000).
- [11] H.J. BUNGE. Mathematical methods of texture analysis. Akademie Verlag. (1969).
- [12] J. F. ALMAGRO. Microstructure and phase analysis of duplex stainless steel after heat treatment. HKL Technology. (2005).
- [13] H.S. UBHI, J. R. SAITHALA, H. JIANG. An EBSD study of the microstructural development during annealing of a folded super duplex stainless steel sheet sample. Oxford Instruments.
- [14] G. VANDER VOORT. Delineation and Measurement of Grain Size by EBSD. Metallography articles, <http://www.georgevandervoort.com>. (2015).

- [15] S. FERRASSE, V.M. SEGAL, K.T. HARTWIG, R.E. GOFORTH. *Metal. Mater. Trans. A* 28, 1047–1057. (1997).
- [16] A.D. ROLLETT. *Plastic Deformation of Single Crystals*. Department of Materials Science and Engineering. (2014).
- [17] A. PEREZ FONTELA. Determination of dislocations density in Cu-OFE.MSE Congress. (2014).
- [18] R. YODA, T. YOKOMAKUC , N. TSUJID. Plastic deformation and creep damage evaluations of type 316 austenitic stainless steels by EBSD. *Materials Characterization*. Volume 61(10), 13-922. (2010).
- [19] A. GODFREY, Q. LIU, SCR. *Materials*, 60, 1050–1055. (2009).
- [20] T. OZAWA. *Thermochimica Acta*. 203, 159–165. (1992).
- [21] A. HABIBI, M. KETABCHI, M. ESKANDARZADEH. *Journal of Materials Process. Technol.* 211, 1085–1090. (2011).
- [22] W.H. HUANG, C.Y. YU, P.W. KAO, C.P. CHANG. *Materials Science and Engineering. A* 366, 221–228. (2004).
- [23] A. AZUSHIMA, R. KOPP, A. KORHONEN, D.Y. YANG, F. MICARI, G.D. LAHOTI, P. GROCHE, J. YANAGIMOTO, N. TSUJI, A. ROSOCHOWSKI, A. YANAGIDA. *Manufacturing Technology Cirp Annals*, 57, 716–735. (2008).
- [24] L.E. MURR, E.V. ESQUIVEL. *Materials Science*. 39, 1153–1168. (2004).
- [25] C.X. HUANG, H.J. YANG, S.D. WU, Z.F. ZHANG. *Materials Science Forum* 584-586, 333–337. (2008).
- [26] G.T. GRAY III, P.S. FOLLANSBEE, C.E. FRANTZ. *Materials Science and Engineering, A* 111, 9–16. (1989).
- [27] L.E. MURR, E.V. ESQUIVEL. *Journal of Materials Science*, 39, 1153–1168. (2004).
- [28] G. WANG, S.D. WU, L. ZUO, C. ESLING, Z.G. WANG, G.Y. LI. *Materials Science and Engineering, A*346, 83–90. (2003).
- [29] F.J. HUMPHREYS, M. HATHERLY. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, 2nd ed. Pergamon press Oxford, United Kingdom. (2004).
- [30] H.S. UBHIA, H. JIANG. *Study of Micro-texture during Recovery and Recrystallisation in Folded bcc and fcc Sheet Samples*. Trans Tech Publications, Switzerland. (2010).

- [31] A. EGHLEMI, M. SHAMANIAN, M. ESKANDARIAN, A. ZABOLIAN, J. A. SZPUNAR. Characterization of microstructure and texture across dissimilar super duplex/austenitic stainless steel weldment joint by super duplex filler metal. *Materials Characterization*. 106, 27–35. (2015).
- [32] A.F. GOURGUES. Overview: Electron backscatter diffraction and cracking. *Materials Science Technology*, 18, 119-133. (2002).
- [33] T. SAITO, H. MASAKI, F. A. MUKHLIS, H. TSUCHIYA, S. FUJIMOTO. Crystallographic characterization of stress corrosion cracking initiation on type 316L stainless steel in high temperature and high pressure water. *Journal of Physics. Conference Series*: 165, 012009. (2009).
- [34] [www.ebsd.com](http://www.ebsd.com).
- [35] Nickel Institute. 2010 ([nickelinstitute.org](http://nickelinstitute.org))
- [36] G.Y. LAI. *High Temperature Corrosion of Engineering Alloys*. Metals Park: ASM International. (1990).
- [37] H. KITAGUCHI. Microstructure-Property Relationship in Advanced Ni-Based Superalloys. Ch. 2. *Metallurgy Advances in Materials and Processes*. (2012).
- [38] G. VANDER VOORT. Metallographic Specimen Preparation for Electron Backscattered Diffraction Metallography articles, <http://www.georgevandervoort.com>. (2015).