

**U.N.A.M.**

**FACULTAD DE CIENCIAS**



**"ESTRUCTURA DE LA FRONTERA DE GRANO EN  
COBRE USANDO MICROSCOPIA ELECTRONICA"**

**Que para obtener el Titulo de  
F I S I C O  
P r e s e n t a**

**JOSE REYES GASGA**

**México, D. F.**

**Noviembre 1983**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

# INDICE

	Página
INTRODUCCION.-	
CAPITULO I.- LA ESTRUCTURA DE LA FRONTERA DE GRANO	3
1.1 - EL MODELO DE LA ESTRUCTURA AMORFA	3
1.2 - EL MODELO DE ISLAS	4
1.3 - EL MODELO DE DISLOCACIONES	4
1.4 - EL MODELO DE SITIOS DE COINCIDENCIA	8
1.5 - EL MODELO DE LA "O-LATTICE"	12
1.6 - EL MODELO DE LA UNIDAD ESTRUCTURAL	15
1.7 - PROPIEDADES DE LA FRONTERA DE GRANO	17
1.7.1 Migración de la Frontera de Grano	18
1.7.2 Segregación de la Frontera de Grano	19
1.7.3 Deslizamiento de la Frontera de Grano	20
CAPITULO II.- MICROSCOPIA ELECTRONICA	25
2.1 - GENERALIDADES	25
2.2 - FENOMENOS ASOCIADOS A LA INTERACCION ELECTRON-SOLIDO	26
2.2.1 Formación de Imágen en el SEM	29
2.2.2 Formación de Imágen en el TEM	30
2.2.3 Aberraciones	32
2.3 - DIFRACCION DE ELECTRONES	34
2.3.1 Ley de Bragg, Ecuaciones de Laue y la Amplitud de Dispersión	35
2.3.2 Esfera de Ewald	40
2.3.3 Desviación de la Condición de Bragg	41
2.3.4 Formación de un Patrón de Difracción	43

	Página
2.4 - CONTRASTE EN EL MICROSCOPIO ELECTRONICO	44
2.4.1 La Teoría Cinemática	45
2.4.2 La Teoría Dinámica	49
2.4.3 Absorción	52
2.4.4 Efecto de Inclinação de la Muestra	54
CAPITULO III.- PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL	56
3.1 - PREPARACION DE MUESTRAS	56
3.2 - OBSERVACION CON EL MICROSCOPIO	62
3.2.1 Calibración del Microscopio	62
3.2.2 El Contraste en el Microscopio	63
3.2.3 Determinación de la Orientación	65
3.2.3a Indización de los Patrones de Difracción	65
3.2.3b Cálculo de las Parejas Angulo/(Eje de Rotación)	68
CAPITULO IV.- RESULTADOS, DISCUSION Y CONCLUSION	72
4.1 - RESULTADOS	72
4.2 - DISCUSION	99
4.3 - CONCLUSION	110
APENDICE	112
BIBLIOGRAFIA	115

## INTRODUCCION

Tres mecanismos son los responsables de los fenómenos que ocurren en nuestras policristalinas durante el proceso de termofluencia: la generación y movimiento de dislocaciones cristalinas, la difusión de átomos en el interior de los granos y en las fronteras de grano, y el deslizamiento y migración de la frontera.

El presente trabajo tiene por objeto analizar la influencia de la frontera de grano en el mecanismo de deformación a alta temperatura y relacionar la información obtenida con la estructura de la frontera.

Para este efecto se observaron en el Microscopio Electrónico de Transmisión muestras de cobre previamente sometidas a un tratamiento de termofluencia.

Los resultados obtenidos fueron consistentes con la hipótesis de que la migración y deslizamiento de la frontera de grano es producido por el movimiento de dislocaciones en la frontera. A partir de esto, se clasificó a las fronteras en:

- a) FRONTERAS DE COINCIDENCIA, presentan dislocaciones y pequeñas protuberancias, indicando zonas de migración localizada.
- b) FRONTERAS DE NO COINCIDENCIA, que a su vez se dividen en:
  - i) Fronteras que tienen estructura, presentando dislocaciones en ella. Al migrar forma zonas de excesi-

va difusión de vacancias las cuales coalescen produciendo hoyos cercanos a la frontera.

- ii) Fronteras sin estructura, que durante el proceso de termofluencia no parecen tener la periodicidad requerida para sostener dislocaciones.

Además se propone un nuevo mecanismo capaz de explicar la formación de cavidades durante el proceso de termofluencia.

El material se presenta en cuatro capítulos. En el primero se hace una breve descripción de las teorías existentes sobre la estructura de la frontera de grano. En el capítulo II se describen los aspectos esenciales del microscopio electrónico y los mecanismos de contraste. En el capítulo III se detalla el proceso experimental y en el capítulo IV se describen y discuten los resultados obtenidos, con su conclusión final.

## CAPITULO I

## LA ESTRUCTURA DE LA FRONTERA DE GRANO

En este capítulo analizaremos la estructura de la frontera de grano a partir del desarrollo histórico de los modelos usados para explicarla geométricamente y explicar sus propiedades. Pondremos mayor énfasis en el modelo más riguroso y útil de todos: el modelo de coincidencia.

El término de "frontera de grano" es utilizando en esta tesis por su significancia histórica aunque un término como "frontera cristalina" puede ser más preciso.

Cuando la desorientación entre los granos es pequeña la frontera de grano se llama FRONTERA DE GRANO DE BAJO ANGULO (fig. 3) y su estructura fué descrita por medio de dislocaciones de borde. Si las fronteras son descritas por medio de dislocaciones de borde, la frontera se forma al girar un grano con respecto al otro alrededor de un eje el cual cae en el plano de la frontera, a tales fronteras se les conoce como FRONTERAS DE TILT (inclinación) (fig.1). Si los dos granos son girados uno con relación al otro alrededor de un eje perpendicular a la frontera, la frontera es llamada FRONTERA DE TWIST (rotación) (fig. 2) y puede ser descrita por dos conjuntos ortogonales de dislocaciones de tornillo.

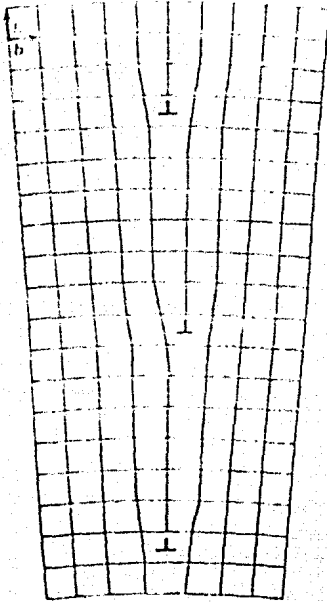


Figura 1. Frontera de tilt

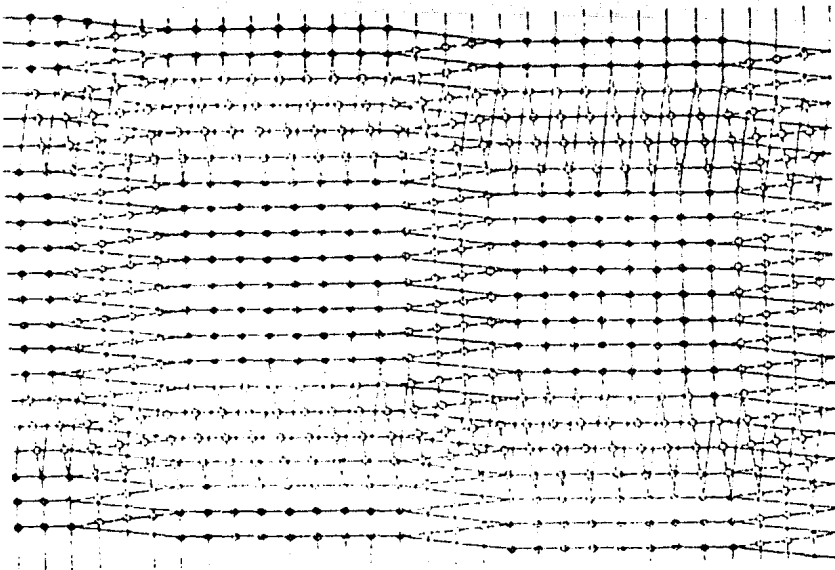


Figura 2. Frontera de twist



## 1.1 EL MODELO DE LA ESTRUCTURA AMORFA.

El modelo de la estructura amorfa para describir a la frontera de grano fué sugerida por Brillouin (1) y Quincke (2) y lo trabajaron en detalle Rosenhain y Ewen (3). En este modelo la frontera es considerada como un líquido sobreenfriado ya que mientras es muy duro y fragil a bajas temperaturas, a altas temperaturas es blando y viscoso.

Por medio de este modelo el deslizamiento de la frontera, observada a altas temperaturas, y la fragilidad a bajas temperaturas puede ser explicadas.

Sin embargo hay varias razones para eliminar esta hipótesis las cuales se basan en las propiedades termodinámicas de la frontera. Si una frontera de grano fuese amorfa tendría la misma energía libre que el cristal en el punto de fusión, pero la evidencia experimental (30) sugiere que la energía libre de la frontera no varía tan rápidamente con la temperatura. Además, el espesor de la frontera estimada a partir de este modelo es más grande que la observada con el microscopio electrónico (aproximadamente de dos diámetros atómicos). Si la estructura de la frontera es amorfa, todas las fronteras deben tener las mismas propiedades, pero los experimentos indican que dependen de las relaciones de orientación de la frontera.

## 1.2 EL MODELO DE ISLAS

El modelo de islas está basado en la suposición de que una frontera consiste de islas donde el arreglo atómico es bueno, separado por regiones de arreglo pobre. Este modelo fué propuesto por Mott(4) y ligeramente modificado por Ke(5).

El modelo fué propuesto para explicar los altos valores de la entropía durante la migración de la frontera de grano obtenida de los resultados experimentales. Se postuló que la migración de la frontera de grano ocurre por el desorden de los átomos cerca de la región de pobre arreglo y que el mismo número de átomos "cristalizan" en otro cristal.

Gifkins(6) desarrolló el concepto de modelo de islas en el cual la frontera de grano consiste de islas de buen arreglo separadas por canales de vacancias relajadas. Varias propiedades de la frontera se pueden discutir con este modelo: segregación, difusión y energía interna.

## 1.3 EL MODELO DE DISLOCACIONES

La deformación plástica fué estudiada durante la década de los 30's lo que contribuyó a la formulación de la teoría de las dislocaciones para explicar la estructura de la frontera de grano.

El modelo de dislocaciones para fronteras de bajo ángulo fué propuesto por Bragg y Burgers quienes demostraron que una cadena de dislocaciones pueden producir un cambio de orientación del cristal a través del plano de la cadena (7 y 8).

La figura 3a muestra un cristal csl que tiene un eje común y su diferencia en orientación es definida por la rotación relativa  $\theta$  alrededor de su eje común. En la figura 3b los dos granos son unidos para formar un bicristal en donde es desajuste es acomodado por medio de dislocaciones de borde. A partir de esta figura se deduce que el espaciado  $D$  entre las dislocaciones está dado por:

$$D = b/\theta$$

para  $\theta$  pequeño, de ahí el nombre de estas fronteras. Un argumento físico simple (9) dá la energía de la frontera de grano  $E$  en función de  $\theta$ :

$$E = E_0\theta(A - \ln\theta)$$

donde  $E_0$  es evaluado en regiones donde la deformación es elástica y el parámetro  $A$  depende de la energía del centro de la dislocación.

El modelo de dislocaciones, que fué inicialmente desarrollado para fronteras de bajo ángulo, puede extenderse sobre una base puramente geométrica a las fronteras de alto ángulo. El modelo de Read-Shockley (9) está basado

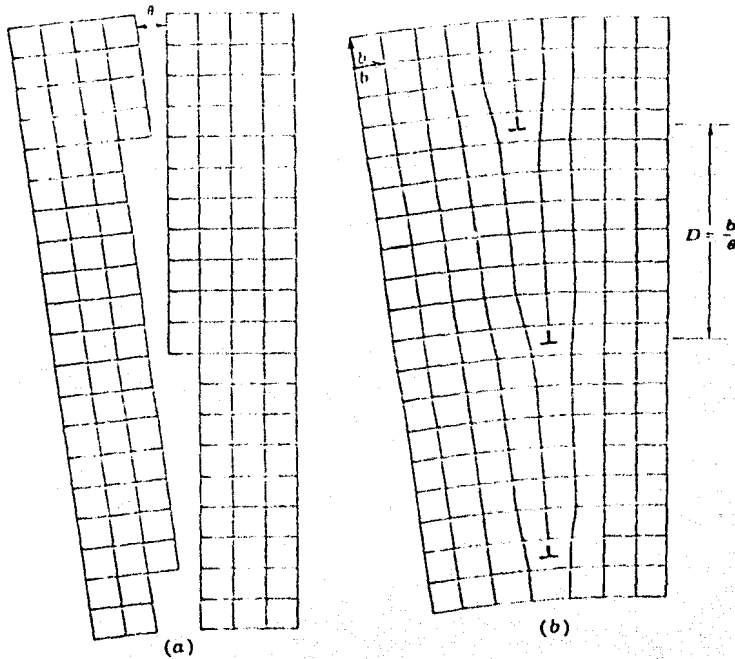


Figura 3

en la consideración de que como la energía de una frontera de bajo ángulo es relativamente baja si el espaciado entre dislocaciones es uniforme, si se supone que el espaciado es uniforme en una frontera de grano de alto ángulo para las dislocaciones entonces su energía es relativamente baja. Un espaciado entre dislocaciones es uniforme en una frontera de alto ángulo si este espaciado es un número entero de planos de la red que terminan en la frontera. La frontera de la figura 4 tiene una dislocación por plano de la red, por lo tanto tiene un espaciado uniforme.

Li(10) intentó extender el modelo de dislocaciones de Read-Shockley con énfasis sobre los efectos de los cen-

tros de las dislocaciones. Se supone que la teoría de la elasticidad lineal es válida para las fronteras de alto ángulo. Lo que se calculó fué que la estructura de las dislocaciones cambia con respecto al ángulo (fig. 5).

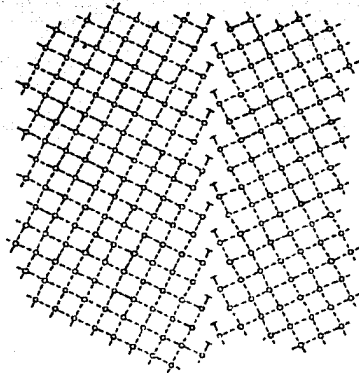


Figura 4

El hecho de que varias propiedades de la frontera (difusión, segregación, y migración) derivados en este modelo no concuerden con los resultados experimentales se debe a que no se toma en cuenta que en la mayoría de las fronteras la ley de Hooke no es válida.

El modelo de Peierls (11) considera a la frontera como una región formada de dislocaciones parciales con lo que es posible explicar las diferentes separaciones de equilibrio entre las dislocaciones individuales y las dislocaciones que forman a la frontera de alto ángulo.

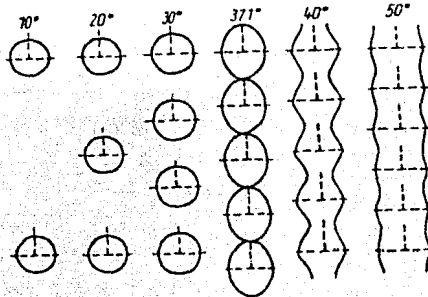


Figura 5.- Forma de los centros de las dislocaciones con respecto al ángulo de orientación relativa.

#### 1.4 EL MODELO DE SITIOS DE COINCIDENCIA.

Este modelo fué elaborado por Dunn (12), Rangathan (13), Bollmann (14) y Frank (15). La figura 6 muestra un ejemplo de red de coincidencia. Tenemos dos cristales cúbicos, marcados por los símbolos + y o, sobrepuestos inicialmente tal que coincidan los puntos de ambos. Los dos cristales son girados uno con respecto al otro por  $36.9^\circ$  alrededor de un eje normal a el papel que pasa por el centro. Los puntos marcados con  $\bullet$  ocupan sitios de la red donde ambas redes coinciden después de rotar. Estos "sitios de coincidencia" comprenden una nueva red tridimensional con una celda unitaria más grande que la de los dos cristales.

Sólo para ángulos específicos de rotación se obtienen altas densidades de sitios de coincidencia mientras que para otros existen pequeños números de sitios de coincidencia (tabla I (31)).

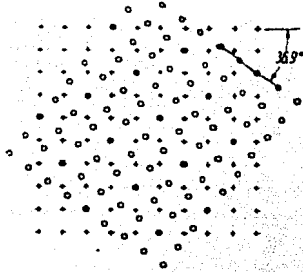


Figura 6.-  $36.9/⟨100⟩, \Sigma=5$

Un bicristal real puede ser dibujado introduciendo un plano de frontera en la red de sitios de coincidencia y permitiendo que los átomos ocupen los sitios de coincidencia del primer cristal de un lado de la frontera y los sitios del segundo cristal en el otro lado de la frontera.

Para caracterizar una red de coincidencia, al igual que cualquier red, es necesario especificar una red de Bravais, las dimensiones  $a'b'c'$  de su celda unitaria y sus mutuas inclinaciones. Sin embargo, debido a la naturaleza especial de su red puntual, se usa el parámetro  $\Sigma$  que se define como "la razón del número total de sitios en una celda unidad de la superestructura asociada con cada red de sitios de coincidencia a el número de sitios de coincidencia". Friedel (32) demostró que tiene valores impares en el sistema cúbico, siendo el valor más bajo ( $\Sigma = 1$ ) el caso de un cristal y el valor  $\Sigma = 3$  un sistema de coincidencia muy importante: el twin (gemelo).

TABLA I

Pares eje-ángulo para fronteras de coincidencia en sistemas cúbicos hasta  $\Sigma = 19$ , "a" y "b" distinguen pares de diferentes redes de sitios de coincidencia con los mismos valores de  $\Sigma$ .

$\theta^\circ$	$\Sigma$	$\theta^\circ$	$\Sigma$	$\theta^\circ$	$\Sigma$	$\theta^\circ$	$\Sigma$
$\langle 100 \rangle$ Axis		$\langle 221 \rangle$ Axis		$\langle 410 \rangle$ Axis		$\langle 522 \rangle$ Axis	
22-62	13a	61-93	17b	107-92	13b	160-25	17b
28-07	17a	90-00	9	152-73	9		
36-87	5	112-62	13b	180-00	17a	$\langle 530 \rangle$ Axis	
53-13	5	143-13	5			142-14	19b
61-93	17a	180-00	9	$\langle 411 \rangle$ Axis		180-00	17a
67-38	13a			93-37	17a		
112-62	13a			129-52	11	$\langle 531 \rangle$ Axis	
118-07	17a	$\langle 310 \rangle$ Axis		151-67	19b	99-59	15
126-87	5	76-66	13b	180-00	9	126-22	11
143-13	5	93-02	19a			160-81	9
151-93	17a	115-38	7	$\langle 421 \rangle$ Axis			
151-93	17a	144-90	11	113-58	15	$\langle 532 \rangle$ Axis	
157-38	13a	180-00	5	155-34	11	180-00	19b
$\langle 110 \rangle$ Axis		$\langle 311 \rangle$ Axis		$\langle 430 \rangle$ Axis		$\langle 533 \rangle$ Axis	
26-53	19a	50-70	15	118-07	17b	105-15	17a
38-94	9	67-11	9	157-38	13b	130-83	13a
50-48	11	95-74	5			162-66	11
70-53	3	117-82	15	$\langle 431 \rangle$ Axis			
86-63	17b	146-44	3	137-17	15	$\langle 551 \rangle$ Axis	
93-37	17b	180-00	11	180-00	13b	110-01	19b
109-47	3					134-43	15
129-52	11	$\langle 320 \rangle$ Axis		$\langle 432 \rangle$ Axis		164-06	13a
141-06	9	71-59	19b	121-76	19a	$\langle 553 \rangle$ Axis	
153-47	19a	100-48	11	158-96	15	137-31	17a
$\langle 111 \rangle$ Axis		149-00	7	$\langle 433 \rangle$ Axis		165-16	15
27-80	13b	180-00	13a	142-14	19a	$\langle 610 \rangle$ Axis	
38-21	7			180-00	17b	161-33	19a
46-83	19b	$\langle 321 \rangle$ Axis		$\langle 441 \rangle$ Axis		$\langle 611 \rangle$ Axis	
60-00	3	86-18	15	160-25	17a	180-00	19a
73-17	19b	123-75	9				
81-79	7	150-07	15	$\langle 510 \rangle$ Axis		$\langle 711 \rangle$ Axis	
92-20	13b	180-00	7	137-17	15	110-01	19a
147-80	13b			180-00	13a	134-43	15
158-21	7	$\langle 322 \rangle$ Axis				164-06	13b
166-83	19b	107-92	13a	$\langle 511 \rangle$ Axis		$\langle 731 \rangle$ Axis	
180-00	3	152-73	9	73-17	19a	137-33	17b
$\langle 210 \rangle$ Axis		180-00	17b	92-20	13a	165-16	15
48-19	15	$\langle 331 \rangle$ Axis		120-00	9	$\langle 733 \rangle$ Axis	
73-40	7	63-82	17b	158-21	7	139-74	19b
96-38	9	82-16	11	$\langle 520 \rangle$ Axis		166-07	17b
131-81	3	110-92	7	121-76	19b		
180-00	5	151-16	5	158-96	15		
$\langle 211 \rangle$ Axis		180-00	19a	$\langle 521 \rangle$ Axis		$\langle 751 \rangle$ Axis	
62-96	11	$\langle 332 \rangle$ Axis		139-88	17b	166-83	19a
78-46	15	99-08	19a	180-00	15		
101-54	5	133-81	13a				
135-58	7	180-00	11				
180-00	3						



Ranganathan (13) reportó un método para generar sitios de coincidencia que podemos resumir de la siguiente forma: sea  $R$  la razón axial de la celda unidad en el plano  $(hkl)$  restringida a valores racionales, entonces el ángulo de rotación es

$$\theta = 2 \tan^{-1}(y/x) \cdot R$$

y la razón de área es

$$\Sigma = x^2 + R^2, y^2$$

donde  $x$  y  $y$  son enteros,  $R = (h^2 + k^2 + l^2)^{1/2}$ .

A partir de la discusión presentada se deduce que la red de coincidencia es una construcción puramente geométrica y que requiere únicamente dos cristales sobrepuestos que tienen sitios de la red comunes y, entonces, la red de coincidencia no requiere una frontera de grano entre las dos redes.

Fue el trabajo de Kronberg y Wilson (17) el que sugirió, en base a las observaciones de texturas de recristalización en Cu, que las fronteras obedecían relaciones de coincidencia y que mostraban propiedades (p. ej. altas velocidades de migración) diferentes a las fronteras de no coincidencia.

Basado en el concepto de sitios de coincidencia y en el modelo de dislocaciones, Brandon (18) propuso un modelo detallado para la estructura de una frontera de alto ángulo. Las ideas básicas del modelo se pueden entender considerando los siguientes casos límites:

- 1) Cuando los dos cristales tienen una relación de orientación de coincidencia y cuando la frontera puede tener cualquier inclinación, se propuso que la frontera se encuentra en el plano de alta densidad de sitios de coincidencia ya que con esto la frontera tendrá un pequeño espesor, un campo de esfuerzo de largo alcance despreciable y baja energía (AB o CD de la figura 7a).
- 2) Si la frontera hace un ángulo con los planos densamente compactos de la red de coincidencia tenderá a hacer una estructura escalonada de tal forma que tendrá una área superficial máxima en los planos de alta densidad de sitios de coincidencia (BC de la figura 7a).
- 3) Si suponemos que la frontera cae en un plano de alta compatibilidad de la red de coincidencia pero las relaciones de orientación de los dos granos se desvía ligeramente de la relación de coincidencia ideal entonces se describirá como una cadena de dislocaciones sobrepuestas en la frontera de coincidencia ideal (fig. 7b). La existencia de tales cadenas de dislocaciones en la frontera de grano han sido confirmadas por Schober y Balluffi (19) usando microscopía electrónica.

## 1.5 EL MODELO DE LA "O-LATTICE"

No hay otros modelos de la estructura de la frontera de grano de alto ángulo que tengan el rigor cristalológico.

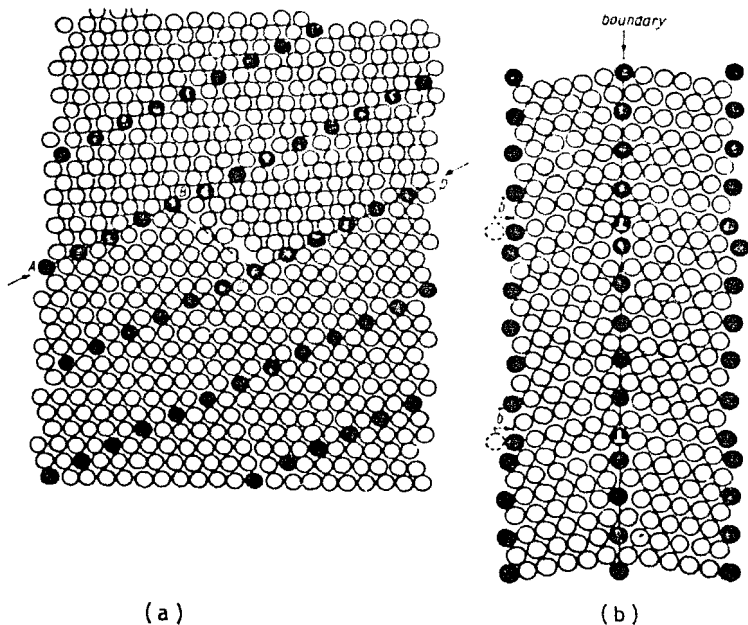


Figura 7

gráfico de la teoría de coincidencia excepto para el modelo de la 0-Lattice que Bollman desarrolló en 1967 (20).

Consideremos las coordenadas de un punto arbitrario dentro del cristal, p. ej.  $(12, 138, 7.243, -4.421)$ , designamos como coordenadas externas a los enteros  $(12, 7, -5)$  y como coordenadas internas a  $(0.138, 0.243, 0.579)$ . Entonces, las coordenadas internas designan las posiciones del punto dentro de la celda unitaria y las coordenadas externas designan la posición de la celda unidad.

Un bicristal puede construirse a partir de un estado inicial (21) considerando dos redes sobrepuestas A y B

(fig. 8). Para todo punto de la red  $M_B$  de E, su vecino más cercano de  $M_A$  en la red A debe ser determinada.

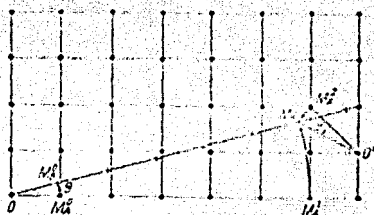


Figura 8

Analíticamente, una transformación lineal  $T$  que transfiera la red A a la B es escogida de tal forma que, en la vecindad del origen común  $O$ , el vecino más cercano de  $M_B$  es su original  $M_A$ . Cuando A y B son redes de traslación, cuya propiedad es que si formamos el conjunto de todos los vectores de diferencia posibles entre puntos arbitrarios de una red y los trasladamos a que comiencen de un origen común, sus puntos de nuevo formarán la red original. Ha sido mostrado que hay muchos puntos  $O'$ , análogos al origen  $O$ , alrededor del cual el vecino más cercano al punto de la red  $M_B$  en la red A puede encontrarse.

En la figura 8 se muestra la búsqueda de los vecinos más cercanos de  $M_B$  en la red A cercano al origen  $O$ . El vecino más cercano de  $M_B$  es  $M_A^0$  que se encuentra transformándolo por una rotación  $\theta$  alrededor de  $O$ . Cuando  $M_B$  está más lejos del origen, su vecino está más cerca,  $M_A^2$  que se encuentra transformándolo por la misma rotación pero

ahora alrededor de  $O'$ .  $O'$  es un punto de la  $O$ -Lattice.

La  $O$ -Lattice la podemos definir como la red e todos los posibles orígenes de los cuales una red  $A$  puede ser producida a partir de una red  $B$  dada por una transformación lineal  $T$ . La  $O$ -Lattice puede consistir de puntos, líneas o planos los "elementos  $O$ " que consisten de " $O$ -puntos".

Puede notarse que si un  $O$ -punto tiene todas sus coordenadas internas iguales a cero entonces es un punto de ambas redes y se tiene una red de coincidencia; por esta razón la  $O$ -Lattice es una generalización del concepto del modelo de coincidencia. Pero hasta ahora no se ha observado estructuras de metales que puedan ser interpretados en términos de la  $O$ -Lattice.

## 1.6 EL MODELO DE LA UNIDAD ESTRUCTURAL

Los modelos para la frontera de grano hasta ahora discutidos están esencialmente basados en consideraciones geométricas. Pero la estructura de una frontera no es gobernada por principios geométricos sino por el principio termodinámico de que la energía libre de un sistema es mínima. Esto puede ser más apropiado para discutir la estructura de la frontera de grano.

Supongamos, por lo tanto, que los átomos en las regiones de las fronteras de grano pueden ajustar sus posiciones para incrementar la fuerza de las fronteras. El

acomodamiento de cada cristal con el otro puede consistir de dos partes: a) la relajación local de los átomos individuales de la frontera hacia las posiciones que disminuyan la energía libre, y b) una distorsión elástica de largo alcance de ambos cristales atrayendo más átomos a la frontera.

Pero, ¿cómo se ajustan los dos cristales en la frontera de grano?. En la figura 9 los átomos que ocupan sitios de coincidencia están marcados por A, B, C, D, y E y de acuerdo con el modelo de coincidencia corresponde a un arreglo de baja energía. Trasladando el cristal de arriba con respecto al de abajo sin remover los átomos de sus sitios correspondientes en la red y los llevamos tan cerca como sea posible sin solaparlos (fig. 10) esperandose que este arreglo tenga una energía menor que la configuración de coincidencia. Los cálculos computacionales (33) para la energía de ambos arreglos lo confirman. Sin embargo la frontera mostrada en la figura 10 no puede describir la estructura actual de la frontera ya que la relajación de los átomos de su sitio correspondiente puede resultar en un decrecimiento de la energía. En la figura 11 se muestra un arreglo calculado por Weins y Gleiter de la energía más baja de los átomos de la frontera de tilt de  $38^\circ$  y se supone que esta configuración representa la estructura actual de la frontera.

La única propiedad geométrica que queda inalterada durante la traslación de los dos cristales y la relajación de los átomos individuales es la periodicidad del arreglo atómico en la frontera. Por lo tanto, el criterio para las

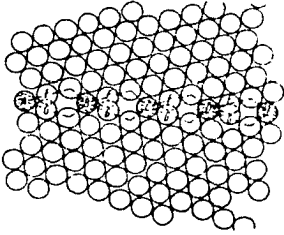


Figura 9

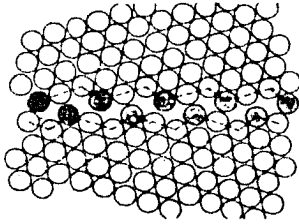


Figura 10

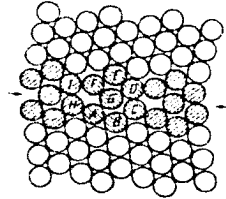


Figura 11

fronteras "especiales" es la periodicidad del arreglo de los átomos en la frontera sugiriendo que una estructura corta y periódica puede ser la condición geométrica para las fronteras "especiales".

Si nos apartamos de las posiciones de simetría no cambia drásticamente la estructura de la frontera de grano; toda la frontera es obtenida repitiendo su unidad estructural periódicamente.

### 1.7 PROPIEDADES DE LAS FRONTERAS DE GRANO

Vamos a puntualizar la relación entre la estructura de la frontera de grano y sus propiedades con ayuda de los modelos antes vistos.

### 1.7.1 Migración de la Frontera de Grano

La migración de la frontera de grano es definida como el desplazamiento de una frontera normal a su plano tangente debido a la transferencia de átomos de un cristal al otro a través de la frontera.

Para estudiar este proceso se han empleado dos métodos:

- 1) La observación del movimiento de una frontera en un bicristal, y
- 2) la medida del tamaño de grano promedio durante el crecimiento de grano.

Los resultados obtenidos por ambos tipos de experimentos indican que la velocidad de migración de una frontera depende de los siguientes parámetros:

- a) La relación de orientación de los granos (es mayor en las fronteras cercanas a la relación de coincidencia).
- b) La inclinación de la frontera (en metales fcc las fronteras de tilt tienen alta movilidad con respecto a las de twist; para bcc tenemos lo contrario).
- c) La fuerza motora (la movilidad es proporcional a la fuerza motora).
- d) El contenido de la aleación.

Para entender estos resultados debemos conocer el mecanismo por el que un átomo es transferido de un cristal a otro a través de la frontera. En fronteras de grano de Al-Cu, Gleiter (22) observó un patrón de líneas débiles cuyas



propiedades sugieren que las líneas representan "escalones" en la frontera. Por lo tanto, la frontera puede ser considerada como un sistema de escalones en las "superficies" de los granos. Cada escalón está formado por un plano de empaquetamiento compacto de uno de los cristales que terminan en la frontera. Gleiter concluye que la migración de la frontera de grano ocurre por la transferencia de átomos (probablemente difusión en la frontera de grano) de un escalón de un cristal a los escalones de los otros cristales (del átomo A de la figura 12 a la posición B) de lo que resulta un desplazamiento de la frontera de grano normal a su plano tangente.

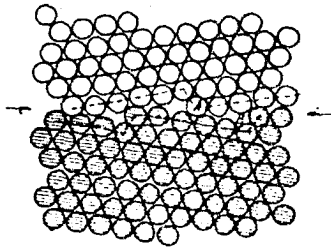


Figura 12

### 1.7.2 Segregación en la Frontera de Grano

La concentración de átomos de soluto en la región de la frontera de grano puede variar apreciablemente del contenido promedio de soluto en el cristal. Este efecto es llamado segregación en la frontera de grano.

Varios métodos directos, como espectroscopía Auger, microanálisis, autoradiografía, microscopía de campo iónico, dispersión inelástica y varios métodos indirectos como ata-

que a la frontera de grano, observación de rayos X, medidas de la constante de la red, medidas de resistividad y microdureza, han dado una cantidad sustancial de datos experimentales sobre la segregación de átomos de soluto en la frontera de grano (23) de donde se concluye que la segregación en la frontera de grano está basada en las fuerzas interatómicas entre los átomos de soluto y la frontera y que la intensidad de estas fuerzas depende de las relaciones de orientación entre los cristales y las propiedades de los átomos de soluto.

La segregación en la frontera de grano puede ser importante para la corrosión de la frontera. Debido a que la energía libre de ciertas fronteras de coincidencia es apreciablemente más baja que la energía de otras fronteras, las fronteras de coincidencia son elegidas para tener una menor velocidad de corrosión siempre que no ocurra la segregación.

### 1.7.3 Deslizamiento de la Frontera de Grano

El deslizamiento de la frontera de grano es la traslación relativa de dos cristales en la frontera de grano. El deslizamiento sobre distancias microscópicas ( $>1\mu\text{m}$ ) parecen ser posibles solamente si la temperatura está por arriba del 40% de la temperatura absoluta de fusión.

A partir de los resultados de numerosos experimentos (24 a 26) se tiene los siguientes hechos:

- a) El deslizamiento de la frontera de grano es un proceso termicamente activado, y su energía de activación está entre la energía de activación para la difusión en la frontera de grano y la autodifusión en la red.
- b) La razón de deslizamiento se incrementa cuando se incrementa el esfuerzo de deformación en el plano de la frontera.

Recientes observaciones por microscopía electrónica de transmisión (27 a 29) han sugerido que el deslizamiento de la frontera de grano ocurre por el movimiento de dislocaciones en la frontera de grano. Dos tipos de dislocaciones encontramos: dislocaciones de red y dislocaciones en la frontera de grano. En ambos casos el deslizamiento de la frontera de grano puede visualizarse como el movimiento de estas dislocaciones en el plano de la frontera. El movimiento de las dislocaciones de la red a lo largo de la frontera en general requiere de ascenso y deslizamiento ya que su vector de Burgers no será paralelo al plano de la frontera.

El movimiento conservativo de dislocaciones dentro de una área limitada de la frontera es posible si el deslizamiento de la frontera de grano ocurre por dislocaciones de frontera de grano (fig. 13). Esta dislocación tiene un vector de Burgers que es igual a la periodicidad de la estructura de la frontera de grano. La dislocación de la frontera de grano en el plano de la frontera es igual a la dislocación de la red en el plano de deslizamiento.

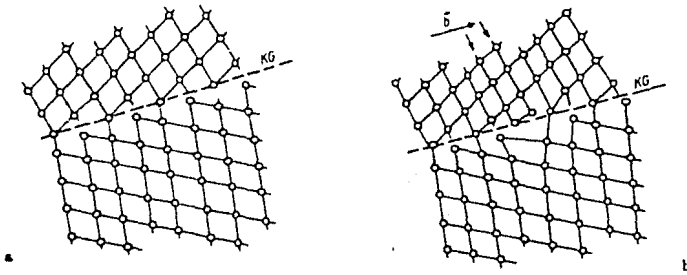


Figura 13.- Modelo de una dislocación en la frontera de grano. a) Frontera libre de dislocaciones y b) la misma frontera conteniendo una dislocación en la frontera de grano.

El movimiento conservativo de las dislocaciones en la frontera de grano está limitada por el área sobre la cual una frontera de grano es, a nivel atómico, plana. Por ejemplo, en el segmento AB (fig. 14) las dislocaciones pueden moverse en forma conservativa únicamente entre A y B, entonces al aplicar un esfuerzo de deformación ( $\tau$ ) se espera que las dislocaciones en la frontera de grano se muevan conservativamente dentro de los segmentos AB, BC, y CD.

Como resultado de este movimiento tenemos una alta velocidad de deslizamiento. Sin embargo, esta velocidad decrecerá debido a que las dislocaciones se apilan en las esquinas de los segmentos de los planos de las fronteras. El esfuerzo causado por este apilamiento crecerá hasta que una de sus componentes balancea el esfuerzo aplicado cesando, si ro ocurre otro proceso que remueva a las dislocaciones en la frontera de grano de su apilamiento, el desplazamiento de la frontera.

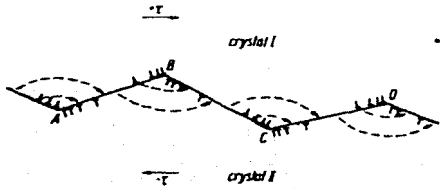


Figura 14

Las dislocaciones en la frontera de grano pueden ser removidas por dos mecanismos: a) por procesos de difusión controlada o b) por generación de dislocaciones cristalinias. Las observaciones experimentales sugieren que es el esfuerzo aplicado el que determina el mecanismo dominante.

A altas temperaturas, el esfuerzo desarrollado por el apilamiento de dislocaciones en las esquinas (fig. 14) produce un flujo difusivo de materia de las partes en compresión de la frontera a aquellas partes de tensión. Este flujo puede ser interpretado como el ascenso de las dislocaciones en la frontera de grano de un segmento, digamos AB, hacia un segmento vecino, BC, y viceversa.

Si se aplica un esfuerzo suficientemente grande, el flujo plástico de los cristales ocurre en la vecindad de la frontera de grano lo cual incluye el movimiento de dislocaciones (fig.15).

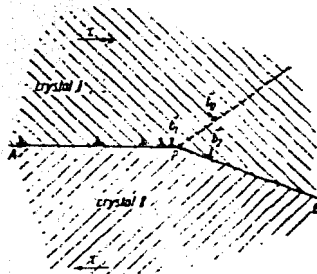


Figura 15

La dislocación en la frontera de grano del segmento AP (vector de Burgers  $\underline{b}_1$ ) es apilado bajo la influencia de un esfuerzo aplicado frente a P. Estas dislocaciones no pueden moverse conservativamente hacia el segmento de la frontera PB. Si el esfuerzo aplicado es pequeño, la dislocación se desliza hacia el segmento de la frontera PB y su movimiento será de difusión controlada. Si el esfuerzo es grande, el esfuerzo se concentra en P resultando la generación de una dislocación cristalina ( $\underline{b}_0$ ). En un caso especial  $\underline{b}_2$  puede ser paralelo a el segmento PB. Se concluye, por lo tanto, que hay un flujo difusivo de materia en la frontera de grano y la generación de dislocaciones.

## CAPITULO II

## MICROSCOPIA ELECTRONICA

Debido a que los resultados de esta tesis dependen de la interpretación de las fotografías obtenidas en el microscopio electrónico, la formación de contraste en la imagen de este instrumento es considerada en detalle. Explicaremos los fenómenos que ocurren cuando los electrones interactúan con la materia y formularemos una teoría aceptable (1,2,3 y 7).

## 2.1 GENERALIDADES

En esta parte describiremos brevemente el funcionamiento del microscopio electrónico.

Existen varios tipos de diseño para un microscopio electrónico que dependen de la información que se quiera extraer de la muestra observada ya que los procesos de interacción entre los electrones y el sólido determinan diferentes modos de análisis y, por lo tanto, diferentes instrumentos detectores. No obstante, la obtención del haz electrónico es prácticamente la misma para la mayoría de los microscopios y consiste de un emisor termiónico adaptado a una lente electrostática que acelera los electrones hacia la muestra; la concentración del haz se logra mediante lentes condensadoras.

Para enfocar el haz nos basamos en el hecho de que una partícula cargada viajando con una velocidad  $\underline{V}$  en un campo electromagnético sentirá una fuerza expresada como:

$$\underline{F} = e\underline{E} + e(\underline{V} \times \underline{B})$$

donde  $\underline{E}$  y  $\underline{B}$  son las intensidades de campo eléctrico y electromagnético respectivamente. Los dispositivos diseñados para dirigir y enfocar haces de partículas cargadas se llaman "lentes" y hay dos tipos: electrostáticas y electromagnéticas.

En la lente electrostática cuando una partícula pasa por ella experimenta una fuerza dirigida con una componente hacia el eje central y gana un impulso en esa dirección, de manera que el haz se enfoca en algún punto. En la lente electromagnética se aprovecha el hecho de que una partícula cargada viajando en un campo magnético experimenta una fuerza perpendicular a su velocidad y a la dirección del campo, así que cuando el electrón alcanza la región del campo siente un impulso hacia el eje más una rotación alrededor del mismo.

Salvo la rotación mencionada, la analogía de estos dispositivos con las lentes ópticas es perfecta.

## 2.2 FENOMENOS ASOCIADOS A LA INTERACCION ELECTRON-SOLIDO

Al incidir un haz de electrones sobre el material



ocurren varios procesos y cada uno de estos fenómenos provee de distinta información acerca del material estudiado. Estos son:

- 1) Electrones Retrodispersados: son aquellos que se desvían del haz hacia atrás debido a su dispersión elástica con los átomos de la red, su energía es cercana a la del haz incidente. Estos eventos se llevan a cabo cerca de la superficie, por lo que si barreos distintas zonas de la muestra tendremos variaciones en la intensidad de electrones retrodispersados a un ángulo dado, resultando una fotografía topográfica de la muestra. Además, la intensidad del haz retrodispersado está determinada por la probabilidad de que un electrón sea absorbida; entonces podemos esperar que la intensidad del haz retrodispersado aumente cuando se incremente el número atómico de los elementos que forman el sólido. Esto nos permite detectar zonas de diferente composición en el material.
- 2) Electrones Secundarios: son originados en el sólido y emitidos como resultado de excitación atómica por el haz primario y se caracterizan por tener un espectro de energía comparativamente bajo ( $<50$  eV) en relación al haz inicial. La emisión de electrones secundarios depende tanto de la densidad como topografía del sólido, por lo que podemos formar con ellos imágenes parecidas a las de electrones retrodispersados.

- 3) Electrones Absorbidos: son electrones que pierden tal cantidad de energía que no pueden salir del sólido y pueden ser detectados si ponemos electrodos en la muestra de manera que cualquier exceso de carga fluya a través de ellos a tierra. Cualquier incremento local en el número de electrones dispersados o emitidos causa el decremento correspondiente de absorbidos, por lo que la detección de estos electrones produce un contraste complementario al obtenido en las dos anteriores al barrer la superficie de la muestra.
  
- 4) Rayos X Característicos y Electrones Auger: es de esperarse que se emiten rayos X característicos debido a las transiciones de los electrones excitados por el haz primario, por lo que si utilizamos un espectrómetro adecuado y un detector de estado sólido podremos construir un perfil de intensidades y conocer tanto los elementos que componen la muestra así como su concentración; es decir, podremos efectuar un análisis químico. Podría suceder que un átomo excitado regresara a un estado de energía menor emitiendo uno de sus electrones en vez de rayos X. Tales electrones son llamados Auger y se caracterizan por tener valores discretos bien definidos de energía y por lo tanto pueden usarse para un análisis químico.
  
- 5) Electrones Transmitidos y Difractados: estos son los electrones del haz inicial que logran atravesar la mues-

tra y llevan información sobre la estructura interna de la misma. La formación de una imagen a partir de estos electrones es lo que constituye la microscopía electrónica de transmisión.

De los fenómenos mencionados se puede inferir que tenemos dos posibles maneras de formar una imagen: una consiste en enfocar el haz sobre una área reducida de la muestra y barrer la superficie moviendo el haz y detectando en cada zona una intensidad promedio; esto es lo que se llama Microscopía Electrónica de Barrido (Scanning Electron Microscopy). La otra consiste en iluminar una área grande de la muestra con un haz fijo y adaptar un sistema electro-óptico para la amplificación de la imagen; esto es lo que se llama Microscopía Electrónica Convencional.

### 2.2.1 Formación de la Imagen en el Microscopio Electrónico de Barrido

Debemos enfocar el haz sobre una área reducida de la muestra ( $\approx 100 \text{ \AA}$ ), esto lo hacemos colocando el área de observación en el plano focal de la lente objetiva. Los electrones emitidos por la muestra son recolectados con detectores apropiados y se utiliza para modular la polarización de rejilla de un tubo de rayos catódicos (TRC), de manera que se establece una correspondencia uno a uno entre la cantidad de electrones detectada y la intensidad del

punto correspondiente en la pantalla del tubo. La imagen completa de la muestra se construye finalmente por medio de un generador de barrido que deflecta tanto al haz incidente como al haz del TRC sincrónicamente de manera que a cada punto del área barrida de la muestra corresponde otro en la pantalla.

### 2.2.2 Formación de la Imagen en el Microscopio Electrónico de Transmisión

El microscopio puede ser operado de modo que produzca un patrón de difracción o una imagen del área iluminada por los electrones.

Una vez que los electrones dejan la lente objetiva, puede ponerse un diafragma en el plano focal del objetivo de manera que sólo permita pasar uno de los haces enfocados allí. Si se deja el transmitido, hacemos microscopía de campo claro; si se deja uno de los difractados para formar la imagen, se llama microscopía de campo oscuro.

Una pantalla fluorescente (o placa fotográfica) se coloca en el plano imagen de la lente proyectora, de manera que si existen diferencias en el número de electrones que llegan a cada punto, se registran las diferencias correspondientes de la luz emitida por la pantalla. Si la lente intermedia se enfoca, no en el plano de la primera imagen intermedia, sino en el plano focal del objetivo y la apertura del objetivo se quita, entonces se obtiene una ima-

gen del patrón de difracción formado allí. El área de la que se obtiene el patrón de difracción es la misma que la que se ve en el modo de imagen. Por lo tanto, para localizar dicha área con precisión se coloca un diafragma en el plano de la imagen. Este modo de operación se llama difracción de área selecta (SADIFF).

Sabemos que todos los instrumentos ópticos tienen una limitación básica debida a la difracción de la apertura de la lente. Si dicha apertura subtende de un ángulo de  $2\theta$  desde el foco, dos puntos adyacentes no pueden verse separados si la distancia entre ellos es menor que  $\delta$  (límite de resolución) que viene dada aproximadamente por:

$$\delta = \lambda / \text{sen } \theta$$

con el mejor de los microscopios  $\theta$  se aproxima al límite teórico de  $\pi/2$  y por lo tanto se espera que  $\delta$  sea del orden de la longitud de onda  $\lambda$ . Esto es aplicable a un microscopio electrónico donde  $\lambda$  está dada en términos del voltaje de aceleración  $V$  y corregida relativísticamente por:

$$\lambda = h (2m_0 V e (1 + eV/2m_0 c^2))^{1/2}$$

ya que

$$m = m_0 (eV/m_0 c^2 + 1)$$

Algunos valores de  $\lambda$  para los potenciales comunmente usados son:

<u>V(KV)</u>	<u><math>\lambda(\text{Å})</math></u>
50	0.0536
100	0.0370
200	0.0251

Por lo tanto, teóricamente, con aumentar el potencial de aceleración aumentaría la resolución hasta distinguir individualmente los átomos y detalles de su estructura. Desafortunadamente no es así debido a que todas las lentes tienen aberraciones.

### 2.2.3 Aberraciones

Sólo mencionaremos los puntos relevantes de las aberraciones que se presentan en las lentes electromagnéticas (1 y 2).

- a) Coma: proviene de diferencias en la distancia focal de los rayos que inciden en la lente haciendo un ángulo distinto de cero con el eje óptico; la imagen de un punto sobre el eje óptico adquirirá una forma elongada (parecida a una coma). Esta aberración se elimina por completo alineando el haz y corrigiendo la dependencia axial del campo de las lentes.
- b) Curva del Campo: consiste en que las distancias focales de puntos fuera del eje óptico no son iguales, los discos de confusión mínima no estará en el mismo plano, sino en una superficie curva, y por lo tanto la imagen no será enfocada en un plano. Se corrige de la misma manera que la coma.
- c) Distorsión: se manifiesta como deformación de la imagen causada por defectos en la geometría de las lentes. Su corrección es análoga a la coma.

- d) Astigmatismo: es causada debido a que las lentes no son axialmente simétricas, entonces la imagen producida por ellas es más definida en una dirección dada. Para corregirla se les añaden electroimanes a las lentes, produciendo pequeños campos elípticos controlables independientemente.
- e) Aberración Cromatica: se da cuando los electrones que forman el haz no tienen todos la misma longitud de onda, al pasar por la lente se refractarán de manera distinta, dando lugar a variaciones en la distancia focal. Si el voltaje de aceleración  $V$  del microscopio cambia por  $\Delta V$  el cambio en la distancia focal  $\Delta f$  está dado por:

$$\Delta f/f = K \Delta V/V$$

donde  $K$  es una constante cercana a la unidad. La medida del disco de confusión alrededor de la imagen producido por el cambio  $\Delta f$  es equivalente a un disco de radio  $\Delta r$  en el plano objetivo dado por  $\Delta r = \alpha \Delta f$ . Para que la aberración cromatica no afecte la resolución del microscopio es necesario que este disco sea más pequeño que el poder de resolución. Se corrige escogiendo adecuadamente las aperturas del sistema objetivo y teniendo un haz altamente monocromático ( $\Delta V/V$  sea muy pequeño).

- f) Aberración Esférica: esta aberración no es corregible, corresponde a la dependencia de la distancia focal con la apertura para rayos no paraxiales. Los rayos marginales se desviarán en su refracción, en tal forma que

serán enfocados antes del foco de los rayos paraxiales. Vemos entonces el compromiso que existe en escoger adecuadamente la apertura de la lente (que llamamos anteriormente B). Vamos a tomar a  $\delta$  como una medida del disco de confusión. Debido a que por un lado el poder de resolución aumenta de acuerdo con  $\delta \approx \lambda/\beta$ , y por otro lado, si se incrementa  $\beta$ , el radio del disco de confusión crece como  $\beta^3$ ; tenemos entonces que encontrar el valor de la apertura óptima que minimice:

$$\delta = C_e \beta^3 + \lambda/\beta$$

donde  $C_e$  se conoce como coeficiente de aberración esférica y tiene valores típicos de 3mm para las lentes usadas en el microscopio electrónico. Un valor aproximado es  $A_{\text{opt}} \approx \lambda^{1/4}/C_e^{1/4} \approx 0.005$  rad. Sustituyendo nos da para  $V = 100$  KV:

$$\delta_{\text{min}} \approx \lambda^{3/4} C_e^{1/4} \approx 1.11 \text{ \AA}$$

## 2.3 DIFRACCION DE ELECTRONES

Supongamos que un haz de electrones incide perpendicularmente a la superficie de la muestra que es un sólido cristalino perfecto. Podemos visualizar al haz como ondas planas cuyo frente de onda es paralelo a la superficie del cristal y se mueve con una velocidad de fase constante: el haz se difractará en el cristal de la misma forma que lo



hace la luz monocromática cuando pasa por una rejilla. Ya que hablamos de difracción, es conveniente explicar algunos conceptos claves (4 y 5).

### 2.3.1 Ley de Bragg, Ecuaciones de Laue y Amplitud de Dispersión

La ley de Bragg nos dá la condición para que haya interferencia aditiva de la radiación incidente, la cual es:

$$2 d \operatorname{sen} \theta = n \lambda$$

donde  $d$  es la distancia entre los planos de la red,  $\theta$  es el ángulo con el que incide el haz primario formado con la superficie del cristal. Esto es porque la interferencia aditiva se encuentra cuando la diferencia de caminos ópticos de la radiación dispersada por los planos sucesivos es un número entero  $n$  de longitudes de onda .

La reflexión de Bragg sólo ocurre para longitudes de onda  $\lambda \leq 2d$ , por lo que la luz visible no se puede utilizar para hacer difracción en cristales.

La deducción de Bragg suministra la idea de la interferencia constructiva de las ondas dispersadas por cargas puntuales situadas en los nodos de la red espacial. Cuando nos interesa la intensidad de la dispersión por una distribución espacial de los electrones dentro de cada celda, tenemos que realizar un análisis más profundo. El procedimiento de Laue consiste en sumar las contribuciones de las

ondas elementales dispersadas por cada elemento de volumen del cristal.

Cuando se tiene un sólo centro dispersor, digamos un único electrón, la radiación dispersada puede expresarse como  $A \exp 2\pi i(k_s - \omega t)$ , donde  $s$  es una distancia medida en la dirección en que ha sido dispersada la radiación, y  $k$  es la dirección de la radiación incidente. Sin embargo, si en vez de uno, tenemos dos centros dispersores, es necesario tomar en cuenta la diferencia de fase  $\theta_r$ , con lo cual la dirección dispersada debe escribirse como:

$$A \exp(2\pi i(ks - \omega t) + i\theta_r)$$

A partir de la figura 16 se encuentra que la diferencia de fase estará dada por:

$$\theta_r = 2\pi \underline{r} \cdot (\underline{k} - \underline{k}') = 2\pi (\underline{r} \cdot \underline{\Delta k})$$

donde  $\underline{\Delta k}$ , el vector de dispersión, se define como el cambio experimentado por el vector de onda  $\underline{k}$ :  $\underline{\Delta k} = \underline{k} - \underline{k}'$ .

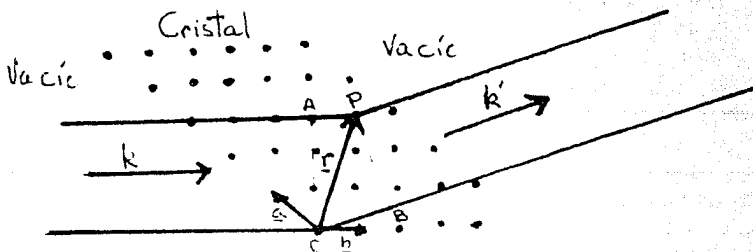


Figura 16

Si consideramos un pequeño elemento de volumen  $dV$ , la radiación dispersada será:

$$A \exp \left\{ 2\pi i (ks - \omega t) + i\theta_r \right\} \rho(\underline{r}) dV$$

donde  $\rho(\underline{r})$  es la densidad electrónica dada por la relación  $\int \rho(\underline{r}) d\tau = Ze$ . Así, la razón de amplitudes entre la radiación dispersada por un centro dispersor y un elemento de volumen  $dV$  es  $\rho(\underline{r}) \exp(2\pi i \underline{\Delta k} \cdot \underline{r}) dV$ , y por lo tanto, la amplitud dispersada por un átomo será:

$$f = \int_{\text{átomo}} \rho(\underline{r}) \exp(2\pi i \underline{g} \cdot \underline{r}) dV$$

Además  $2s \sin \theta / \lambda = 1/d = \Delta k = g$  y entonces  $2\pi \underline{g} \cdot \underline{r} = 4\pi s \sin \theta \cos \theta' / \lambda = sr \cos \theta'$  siendo  $\theta'$  el ángulo entre  $\underline{g}$  y  $\underline{r}$  y  $s = 2s \sin \theta / \lambda$ .

Si el dispersor es esféricamente simétrico  $\rho(\underline{r}) =$

$\rho(r)$  y

$$f = \int_0^{\infty} 4\pi r^2 \rho(r) \frac{\sin rs}{rs} dV$$

que es la amplitud de dispersión para rayos  $x$ .

De la teoría de dispersión sabemos que:  $\psi =$

$\psi$  incidente +  $\psi$  dispersada donde la función de onda dispersada se expresa en términos de la onda esférica incidente y la amplitud de dispersión  $f(\theta, \varphi)$ , de la siguiente forma:

$$\psi_{\text{dispersada}} = f(\theta, \varphi) \exp(2\pi i k r) / r$$

$$\text{con } f(\theta, \varphi) = \frac{2\pi m_0 e}{h^2} \int V(\underline{r}_i) \exp(2\pi i (\underline{k} - \underline{k}') \cdot \underline{r}_i) d\tau_i$$

Para el caso particular de electrones, el factor de dispersión se define como:

$$\begin{aligned}
 f_{el} &= \frac{2\pi m_0 e}{h^2} \int V(r) \exp(-2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}) d\tau = \\
 &= \frac{2m_0 e \pi}{h^2} \left\{ \int \frac{\rho(r)}{r-r'} d\tau' e^{-2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}} \right\} d\tau = \\
 &= \frac{2\pi m_0 e}{h^2} \int_{r'} \rho(r') e^{-2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}'} d\tau' \int \frac{e^{-2\pi i \mathbf{g} \cdot (\mathbf{r}-\mathbf{r}')}}{|\mathbf{r}-\mathbf{r}'|} d\tau = \\
 &= \frac{2\pi m_0 e}{h^2} \frac{e(z-f_x)}{\pi |\mathbf{g}|^2}
 \end{aligned}$$

siendo  $f_x$  la amplitud de dispersión de rayos  $x$  y  $Z$  el número atómico. El factor de dispersión atómica queda como:

$$f(\theta) = \frac{m_0 e}{2h^2} \left( \frac{\lambda}{\sin \theta} \right)^2 (z - f_x)$$

donde debido a la simetría esférica del dispersor, se ha omitido la dependencia en  $\varphi$ .

Para llegar a una expresión para el factor de estructura de la celda unidad, no debemos restringirnos únicamente a la dispersión coherente debida a un átomo aislado, sino que debemos considerar la correspondiente a los átomos que constituyen la celda unidad del cristal. De tal manera que, haciendo uso de la expresión encontrada para el factor de dispersión atómica, obtenemos que:

$$A_0 = \frac{e^{2\pi i \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}}}{r} \sum_i f_i(\theta) e^{-2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}_i} = \frac{e^{2\pi i \mathbf{k} \cdot \mathbf{r}}}{r} \sum_i F(\theta)$$

donde  $F(\theta) = f_i(\theta) e^{-2\pi i \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}_i}$

es el factor de estructura de la celda unidad.

Ya que el cristal es una repetición de la celda unidad, consideremos ahora  $n$  celdas unitarias, con las cuales se obtiene que, para la amplitud dispersada

$$\phi_g = \sum_n F_n \exp(2\pi i \underline{g} \cdot \underline{r}_n)$$

donde  $F_n$  es el factor de estructura de la  $n$ -ésima celda y  $\underline{r} = n_1 \underline{a} + n_2 \underline{b} + n_3 \underline{c}$  es el vector de posición dado en función de los vectores de traslación de la red  $\underline{a}$ ,  $\underline{b}$ ,  $\underline{c}$ , y los números enteros  $n_1$ ,  $n_2$ ,  $n_3$ . De tal manera que si definimos  $\underline{g}$ , el vector de la red recíproca, para una familia de planos  $(hkl)$  tenemos:

$$\phi_g = \sum_n F_n \exp\{-2\pi i (n_1 h + n_2 k + n_3 l)\}$$

para la cual ocurrirá un máximo cuando la suma  $n_1 h + n_2 k + n_3 l$  sea entero, es decir cuando  $\underline{g} \cdot \underline{a} = h$ ,  $\underline{g} \cdot \underline{b} = k$ ,  $\underline{g} \cdot \underline{c} = l$ .

Estas ecuaciones se conocen con el nombre de ECUACIONES DE LAUE. Entonces

$$F_{hkl} = \sum_i f_i(\theta) \exp\{-2\pi i (h u_i + k v_i + l w_i)\}$$

donde  $u_i, v_i, w_i$  son las coordenadas fraccionarias del  $i$ -ésimo átomo en cada celda unidad.

El factor de estructura no es real, la intensidad de la radiación dispersada encierra  $F \cdot F^*$ , donde  $F^*$  es al complejo conjugado de  $F$ . Nuestro interés radica en los ceros de  $F$  porque entonces no hay intensidad en una reflexión  $\underline{g}$  permitida por la red espacial. El factor de estructura se anula en algunas reflexiones permitidas por la red espacial y la falta de reflexiones ayuda a la determinación de la estructura.

Para la red fcc tenemos que  $F(hkl) = 4f$  para los índices  $(hkl)$  enteros pares o impares; pero si solamente

uno de los enteros es par  $F(hkl)$  se anula. Para la red bcc se encuentra que  $F(hkl) = 2f$  si  $h+k+l$  es un entero par y  $F(hkl) = 0$  para  $h+k+l$  impar. Y para cristales HCP (hexagonal compacta) las reflexiones no son permitidas para  $h+2k=3l$  impar.

### 2.3.2 Esfera de Ewald

La condición de difracción es  $\underline{k} = \underline{G}$  o  $\underline{k}' = \underline{k} + \underline{G}$ , donde  $\underline{G}$  es el vector de la red recíproca. Entonces

$$\underline{k}'^2 = (\underline{k} + \underline{G})^2 = \underline{k}^2 + 2\underline{k} \cdot \underline{G} + \underline{G}^2 \quad \text{pero } \underline{k}'^2 = \underline{k}^2$$

por lo tanto

$$2\underline{k} \cdot \underline{G} + \underline{G}^2 = 0 \quad (6)$$

Puede demostrarse que (6) es equivalente a la ecuación de Bragg y es conveniente considerarla como la condición de Bragg. En el espacio de Fourier, las reglas de selección  $\underline{k} = \underline{k}'$  y  $\underline{k}' = \underline{k} + \underline{G}$  tienen el significado geométrico indicado en la figura 17.

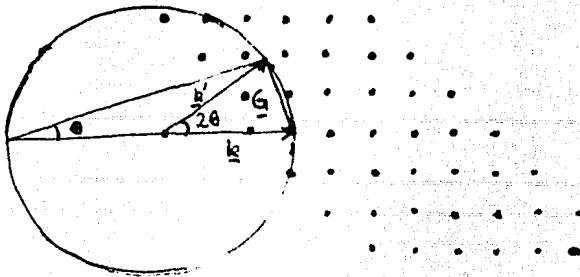


Figura 17

Los puntos de la parte derecha presentan puntos de la red recíproca del cristal. Si se dibuja una esfera de radio  $k = 2\pi/\lambda$  con el centro en el origen de  $\underline{k}$ . Se formará un haz difractado si esta esfera pasa por cualquier otro punto de la red recíproca. En el dibujo la esfera pasa por otro punto distante del extremo de  $\underline{k}$  el vector de la red recíproca  $\underline{G}$ . El haz difractado lo hace en la dirección  $\underline{k}' = \underline{k} + \underline{G}$ . Esta construcción se conoce como la Esfera de Ewald.

### 2.3.3 Desviación de la Condición de Bragg

Si consideramos que el cristal contiene  $M^3$  celdas primitivas entonces la suma sobre  $mnp$  lo está a todos los  $M^3$  puntos. En tres dimensiones tendríamos un cristal con  $M_x, M_y, M_z$  celdas en  $x, y, z$  respectivamente. De (8a) tenemos elevando al cuadrado la intensidad en el punto de difracción:

$$|A|^2 = |F|^2 \left[ \frac{\text{sen}^2(\pi M_x \underline{a} \cdot \underline{G})}{\text{sen}^2(\pi \underline{G} \cdot \underline{G})} \right] \left[ \frac{\text{sen}^2(\pi M_y \underline{b} \cdot \underline{G})}{\text{sen}^2(\pi \underline{a} \cdot \underline{G})} \right] \left[ \frac{\text{sen}^2(\pi M_z \underline{c} \cdot \underline{G})}{\text{sen}^2(\pi \underline{c} \cdot \underline{G})} \right] \quad (10)$$

Si queremos ver cómo se distribuye la intensidad del haz difractado alrededor del punto  $\underline{G}$ , desviémos un poco de él haciendo  $\underline{G}' = \underline{G} + \delta \underline{G}$  donde

$$\delta \underline{G} = \delta_x \underline{a}^* + \delta_y \underline{b}^* + \delta_z \underline{c}^*$$

siendo  $a^*, b^*, c^*$  los vectores de la red recíproca, entonces:

$$\underline{a} \cdot \underline{G}' = \underline{a} \cdot (\underline{G} + \delta \underline{G}) = \underline{a} \cdot \underline{G} + \underline{a} \cdot \delta \underline{G} = h + \delta_x$$

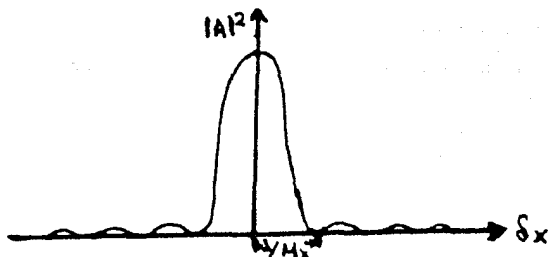
análogamente

$$\underline{b} \cdot \underline{G}' = k + \delta_y \quad \text{y} \quad \underline{c} \cdot \underline{G}' = l + \delta_z$$

ya que  $h, k, l$  son enteros la ecuación (10), cuando estamos en  $G'$ , nos dá:

$$|A|^2 = |F|^2 \left[ \frac{\text{sen}^2(\pi M_x \delta_x)}{\text{sen}^2(\pi \delta_x)} \right] \left[ \frac{\text{sen}^2(\pi M_y \delta_y)}{\text{sen}^2(\pi \delta_y)} \right] \left[ \frac{\text{sen}^2(\pi M_z \delta_z)}{\text{sen}^2(\pi \delta_z)} \right]$$

Si graficamos la componente  $x$  de esta ecuación, resulta:



Se tiene un máximo cuando  $\delta = 0$ , con lo cual se cumple la condición de Bragg, y el primer cero se encuentra en  $\delta_x = 1/M_x$ , es decir, la extensión del punto difractado en una dirección es inversamente proporcional al tamaño del cristal en esta dirección.

Esto quiere decir que la esfera de Ewald tocará a puntos de la red recíproca que no cumplen exactamente con la condición de Bragg, es decir que vamos a obtener haces difractados con intensidad apreciable aunque nos desviemos de la condición de Bragg exacta.

Una medida de esta desviación es el vector  $S_G$ , que se define como aquel que va desde el punto  $G$  de la red recíproca hasta la esfera de Ewald en la dirección perpendicular a la superficie de la muestra (fig. 18). Puede haber dos casos:



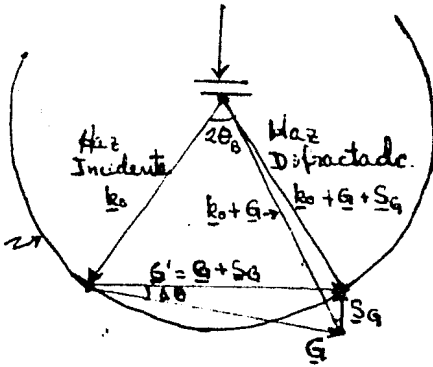


Figura 18

$S_G > 0$ , el punto nodal  $G$  cae dentro de la esfera de Ewald, y  $S_G < 0$ ,  $G$  está fuera de la esfera. Se observa además que la desviación del ángulo de Bragg es:

$$\Delta\theta = S_G/G$$

#### 2.3.4 Formación de un Patrón de Difracción

Un patrón de difracción contiene básicamente dos tipos de información:

- 1) El arreglo espacial, definido en función de los valores de las distancias que existan entre el punto central y cada uno de los otros puntos de difracción, y los ángulos que se forman entre las líneas que van del centro a cada uno de los puntos.
- 2) Las intensidades, dadas en valores comparativos a la correspondiente al punto central y los otros máximos que ocurren en la difracción.

Debido que para cada punto de la red recíproca  $hkl$  habrá un correspondiente punto opuesto  $\bar{h}\bar{k}\bar{l}$ , y ya que el plano de la muestra es normal al haz, el patrón de difracción se mostrará como un sistema de puntos simétricos a través de las líneas vertical y horizontal del centro. Esto puede ser explicado como sigue: si un eje de zona del cristal hace un pequeño ángulo con el haz, cuando es visto a lo largo del eje, los planos se verán sobre las orillas y aparecerán como líneas. Si el haz hace un conveniente ángulo con cualquiera de estos planos, habrá un punto correspondiente en el patrón. Esto ilustra el cambio de forma del patrón con un cambio en la orientación del cristal.

Los patrones mencionados son típicos para un cristal, si el haz electrónico es bastante ancho o la medida del cristal es muy pequeña, tal que la intersección de muchos cristales orientados aleatoriamente (muestra policristalina), el patrón de difracción está hecho de un sistema de puntos correspondientes a la orientación de cada cristal, tal que mergen una serie de anillos concéntricos cuyos diámetros corresponden a el espaciado de los planos reflectantes permitidos en el cristal.

#### 2.4 CONTRASTE EN EL MICROSCOPIO ELECTRONICO

El contraste de la imagen puede ser producido por varios mecanismos y puede dependen críticamente de las con-

diciones de operación del microscopio, tal como la orientación de la muestra o del desenfoque de las lentes objetivas.

Nuestro propósito es describir matemáticamente los hechos que ocurren cuando el haz electrónico interactúa con el cristal. En principio, el problema está resuelto si se encuentran las soluciones a la ecuación de Schrödinger. Para el tratamiento matemático de una onda electrónica que pasa a través de un cristal, existen dos aproximaciones: LA TEORIA CINEMATICA y LA TEORIA DINAMICA.

#### 2.4.1 La Teoría Cinemática

La primera aproximación, llamada teoría cinemática, fué propuesta en 1960 por Hirsch, Howie y Whelan (1), y es importante porque su relativa sencillez pone de manifiesto los hechos relevantes del fenómeno. Su región de validez, sin embargo, es reducida. La principal restricción la impone el hecho de no considerar la interacción entre el haz transmitido y el haz difractado, lo que dá origen a contradicciones que mencionaremos posteriormente.

Las suposiciones envueltas en la teoría cinemática son:

- 1) El haz incidente no está exactamente en la condición de Bragg para reflexiones así que la intensidad difractada es pequeña comparada con la intensidad del haz transmitido. La intensidad incidente es tomada como unidad, así que si  $I$  es la intensidad difractada, la intensidad del haz transmitido es  $I-1$ .

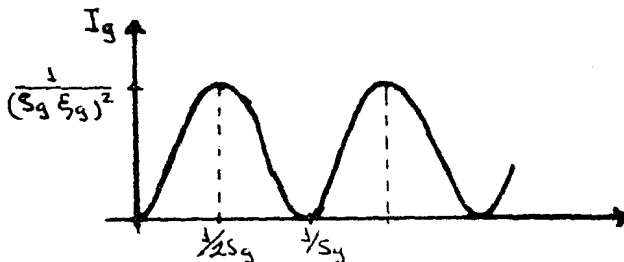
- 2) La aproximación de "dos haces" es usada, es decir se asume que únicamente un haz difractado (junto con el haz transmitido) es excitado en el cristal.
- 3) El cristal es muy delgado en la dirección del haz incidente, así que se desprecia la dispersión múltiple y la absorción.

De este modo, en esta teoría tenemos que considerar tres variables: la orientación de la muestra con respecto al haz incidente, el espesor de la muestra, y la desviación de la condición de Bragg.

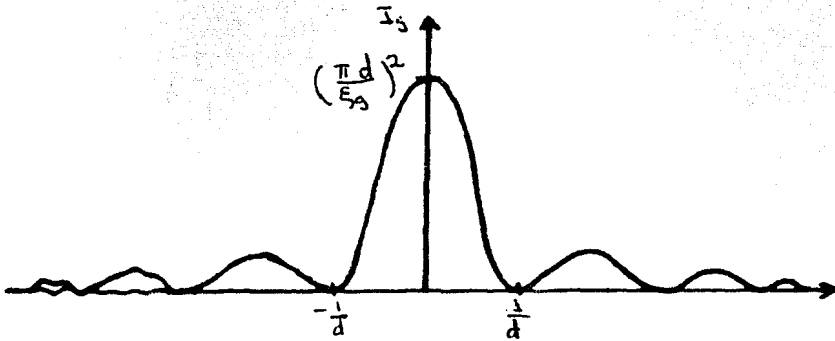
La intensidad del haz difractado que sale de la superficie inferior del cristal de espesor  $d$  es:

$$I_g = |\phi_g|^2 = \frac{\sin^2(\pi S_g d)}{S_g^2 \epsilon_g^2} \quad (29)$$

de la cual se ve que  $I_g$  depende de las variables  $S_g$  y  $d$ . El término  $S_g$  nos describe la orientación exacta del cristal con respecto al haz incidente y  $1/\epsilon_g$ , que tiene dimensiones de  $L^{-1}$ , se conoce como la DISTANCIA DE EXTINCIÓN. Si mantenemos constante  $S_g$  y hacemos variar  $d$  vemos que  $I_g$  se anula cuando  $d = n/S_g$ , con  $n$  entero, y es máxima si  $d = (n + 1/2)/S_g$  y tiene el valor  $I_{\max} = 1/(S_g \epsilon_g)^2$ .



Ahora, Si  $S_g$  es variable con  $d$  constante, graficamos  $I_g$  vs  $S_g$  y nos resulta:



Debido a las oscilaciones de la intensidad de las ondas a través del cristal, cualquier defecto plano inclinado,  $\theta$  en la superficie del cristal dará lugar a franjas de extinción, así que para fronteras de grano, fallas, hoyos y cuñas, las franjas serán observadas como muestra la figura 19. Esta figura es una representación esquemática del origen de las franjas de contraste en imágenes de cristales, mostrando la parte superior una sección transversal presentando las oscilaciones cinemáticas de la intensidad de los haces difractado y transmitido, la periodicidad de la profundidad  $d' = S_g^{-1}$ ; AB es una frontera de grano o falla de apilamiento, CD una cuña y E un hoyo. La parte inferior de la figura es una sección normal al haz, representando una imagen de campo claro en donde se pueden observar los contornos de extinción  $f$ .

Si  $n$  es el número de franjas, el espesor de la película delgada en la  $n$ -franja es  $d'n$ . Similarmente

$d' = (w/\tan\alpha)M$ , donde  $w$  es el espaciado entre las franjas medida de las fotografías,  $M$  es la amplificación y  $\alpha$  es el ángulo entre el defecto plano y la normal a la superficie de

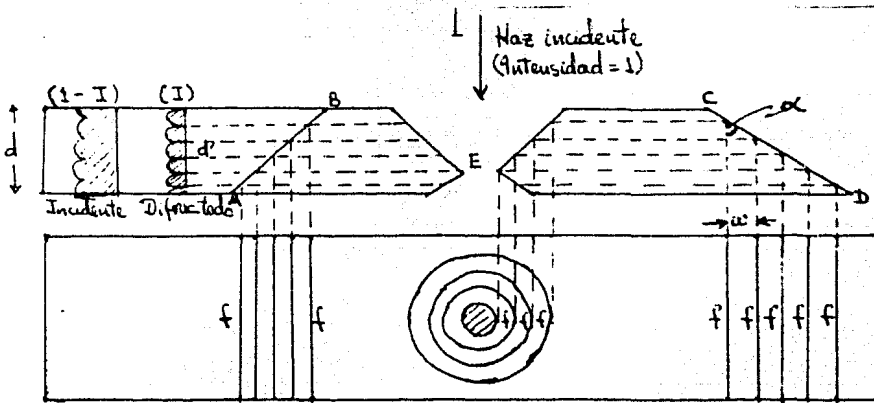


Figura 19

la muestra. Por supuesto, las franjas no son observadas cuando el defecto plano es perfectamente normal o paralelo a la superficie del cristal.

Cuando el cristal es de un espesor uniforme, a menudo puede ser doblado como resultado de un manejo descuidado de la muestra, contornos debido al doblamiento son observados. La orientación de estos contornos dependen de la orientación de la muestra y, por lo tanto, no son continuos a través de la frontera de grano. Cuando la muestra se inclina, estos contornos se desplazarán a través del campo de vista.

La falla más importante de la teoría cinemática la detectamos cuando se calcula la ecuación (24) cuando estamos exactamente en condición de Bragg ( $S_g = 0$ ) lo cual nos da la intensidad del haz difractado como  $I_g = (\pi d / \epsilon_g)^2$  que no es válida para  $d > \epsilon_g$  ya que nos daría una intensidad mayor que la inicial. Se tienen problemas cuando se utiliza la teoría para predecir la imagen de defectos cristalinos tales como dislocaciones.

#### 2.4.2 La Teoría Dinámica

La teoría dinámica fue propuesta por Howie y Whelan en 1961 y es usada actualmente como la base de todas las investigaciones en microscopía electrónica.

El hacer la aproximación de Born al solucionar la ecuación de Schrödinger, implica no considerar la interacción dinámica entre los haces. La base de la teoría dinámica es tomar en cuenta la interacción entre el haz incidente, la red y los haces difractados entre sí. Considerando la aproximación de dos haces se calculan las intensidades de los haces difractado y transmitido, resultando ser:

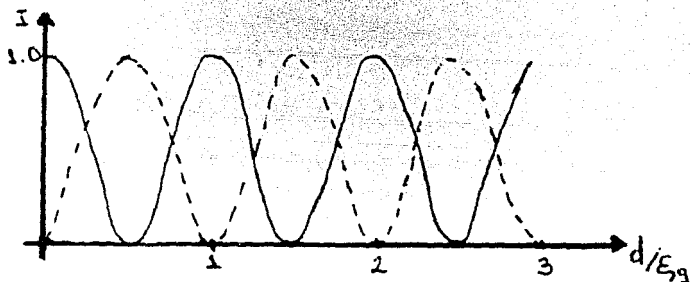
$$|\phi_g|^2 = \frac{\pi^2}{\xi^4} \frac{\text{sen}(\pi d \underline{s}_g)}{(\underline{s}_g \pi)^2}$$

$$|\phi_0| = 1 - |\phi_g|^2 \quad \text{con} \quad \underline{s}_g = \sqrt{\underline{s}_g^2 + \xi^{-2}}$$

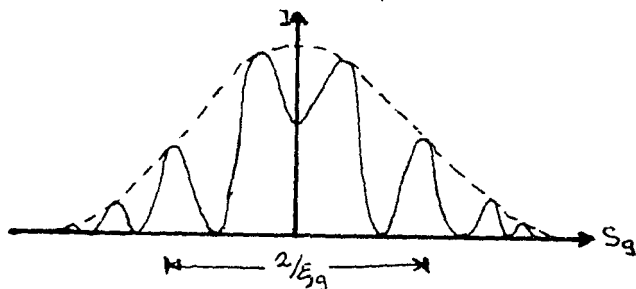
Este resultado es igual al cinemático cuando nos desviamos mucho de la condición de Bragg. Cuando  $\underline{s}_g = 0$ ,  $\underline{s}_g = \xi^{-1}$  con lo que se elimina las complicaciones cinemáti-

cas.

Graficando la variación de la intensidad de los haces en función del espesor tenemos:



De aquí podemos deducir que las intensidades de los haces transmitido y difractado son complementarias y el haz transmitido decae a cero cuando  $S_g = 0$  en una distancia  $g/2$ , por eso  $g$  se llama DISTANCIA DE EXTINCIÓN. La distribución de intensidad alrededor de un punto de la red recíproca es:



Vemos que la máxima intensidad corresponde para  $S_g$  diferente de cero y la envolvente tiene un semiancho de  $2/g$  independiente del espesor del cristal.

Las variaciones de la intensidad de los haces directos y difractados en la posición reflectante son mostrados esquemáticamente en la figura 20.



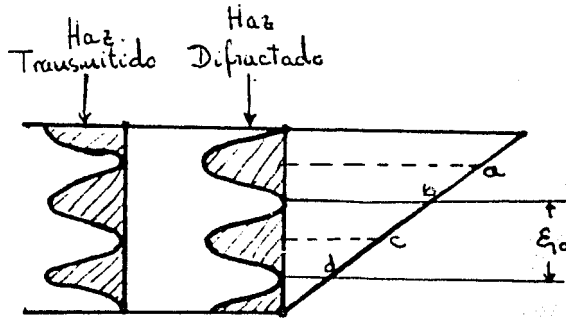


Figura 20

En este caso los cristales de espesor  $(m + 1/2)\xi_0$  tendrán intensidad transmitida igual a cero, mientras que los cristales de espesor  $m\xi_0$  tendrán intensidad máxima cuando el haz incide en ángulo de Bragg. Así para cristales en forma de cuña, horas, fronteras de grano y fallas a lo largo de un plano inclinado, franjas de igual espesor serán observadas en la imagen de campo claro tal como a lo largo del defecto plano ad (fig. 20) y profundidad ac, c, etc. las franjas se muestran blancas y, aunque los detalles de la teoría cinemática y dinámica son diferentes, el significado cualitativo son similares. Pero la teoría dinámica predice que las franjas se observan siempre iguales, independiente del espesor, cosa que no es así porque cuando el cristal es demasiado grueso, este efecto desaparece.

Esta falla se debe a que en nuestro tratamiento no se ha incluido eventos inelásticos que pudieran dar lugar a una disminución en las intensidades de los haces.

## 2.4.3 Absorción

H. Yoshioka (8) fué el primero en sugerir que el efecto de absorción se podría introducir sumando un término imaginario al potencial cristalino en forma análoga a lo que sucede a las ondas electromagnéticas cuando viajan en un medio con índice de refracción complejo.

Podemos explicar las observaciones si en la teoría de dos haces introducimos la absorción selectiva de las ondas de Bloch, lo que significa hacer las siguientes transformaciones:

$$\text{Factor de Dispersión Atómica: } f(\theta) \rightarrow f(\theta) + i f'(\theta)$$

$$\text{Potencial Cristalino: } U_g \rightarrow U_g + i U'_g$$

$$\text{Distancia de Extinción: } \xi_g \rightarrow \xi_g + i \xi'_g$$

Esto causa que la onda de Bloch, cuyos máximos estén entre los planos dispersores, pase con mayor facilidad que la otra (fig. 21: la onda 2 se absorbe más que la onda 1).

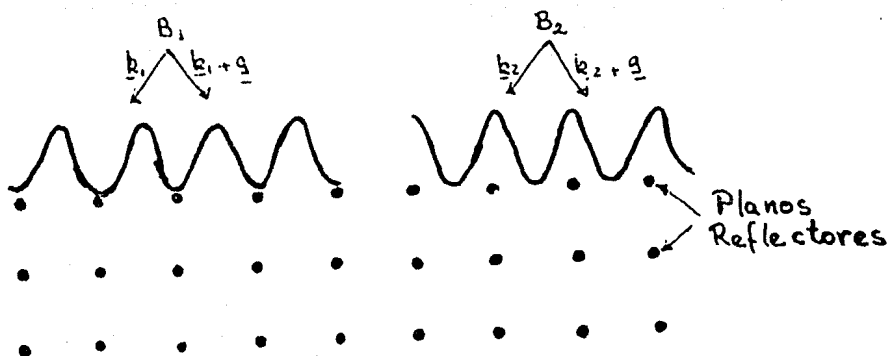


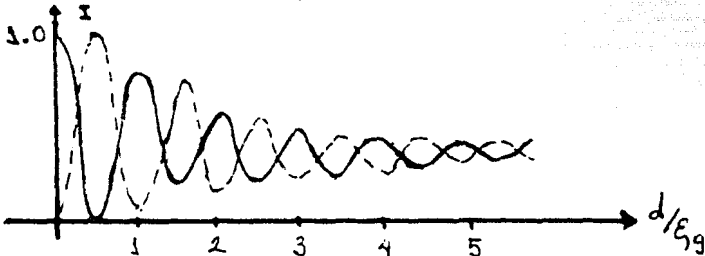
Figura 21

Procediendo en forma análoga para encontrar las amplitudes, llegamos a:

$$\begin{aligned} \phi_o(d) &= e^{\pi i d (s_o + i/\xi_o')} \left\{ \cos \chi - \frac{i\omega}{\sqrt{1+\omega^2}} \operatorname{sen} \chi \right\} \\ \phi_g(d) &= e^{-\pi i d (s_o - i/\xi_o')} \left\{ \frac{i \operatorname{sen} \chi}{\sqrt{1+\omega^2}} \right\} \end{aligned} \quad (33)$$

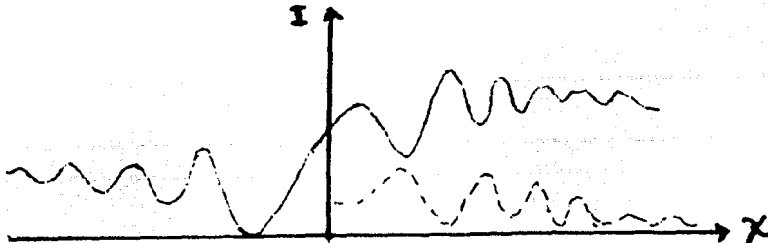
donde 
$$\chi = \frac{\pi d}{\xi_g} \sqrt{1+\omega^2} + \frac{i \pi d}{\xi_g' \sqrt{1+\omega^2}}$$

Partiendo de (33) podemos graficar la intensidad del haz, tanto transmitido como difractado en función del espesor del cristal, haciendo  $\xi_o' = \xi_g'$ , resultando:



Comparándola con la gráfica análoga de la teoría dinámica sin absorción se observa que la intensidad se amortigua, entonces los contornos de extinción son atenuados rápidamente en las regiones gruesas del cristal.

La distribución alrededor de un punto de la red recíproca para un cristal de espesor constante  $d = 4\xi_g$  es:



de donde se deduce que las amplitudes de las oscilaciones decrecen cuando se aumenta la absorción, efecto directo de la absorción preferencial de la onda 2. También se deduce que las imágenes de campo claro ya no son simétricas, pero las de campo oscuro si lo son. Esto tiene extraordinaria importancia en la práctica ya que nos asegura que el contraste será altamente dependiente tanto de la magnitud de  $S_g$  como su signo. Esto se presenta en imágenes mejor contrastadas cuando  $S_g > 0$ .

#### 2.4.4 Efecto de Inclinación de la Muestra

Ya tenemos bien claro que la mayor contribución al contraste de las imágenes de nuestras cristalinidades es debido a la difracción. La inclinación de la muestra, por lo tanto, puede producir contraste en una orientación y no en otra.

Un alto contraste se obtiene siempre que hay fuerte difracción de Bragg; por ejemplo, cerca de los contornos de extinción. Estas son las áreas que deben ser vistas con cuidado si se espera encontrar hechos de interés. Así, durante la inclinación, como los contornos de extinción se deslizan a través del campo de vista, efectos de contraste pueden mostrarse en las áreas donde previamente ellos eran invisibles.

Inclinando la muestra ayudará a producir una posición de difracción fuerte; entonces todas las áreas que aparecen opacas, inclinándolas unos pocos grados, aparecerán transparentes. Esto nos servirá para observar fronteras de grano, ya que si un grano está en condición de Bragg y sus vecinos no, éste aparecerá brillante mientras los demás serán oscuros. ..

### CAPITULO III

#### PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

La parte experimental de esta tesis comprendió de dos secciones distintas: la preparación de muestras para la investigación microscópica y la investigación microscópica misma.

#### 3.1 LA PREPARACION DE MUESTRAS

La preparación de muestras del material que se estudió utilizando microscopía electrónica consistió de tres pasos: la preparación del material, el corte y la producción de películas delgadas (thin foils) por pulido electroquímico.

En el área de metalurgia del Instituto de Física se ha diseñado y construido una máquina de termofluencia de esfuerzo  $\sigma$  constante para experimentar con aleaciones metálicas. La figura 22 muestra un dibujo esquemático del aparato; las variables que puede controlar son el esfuerzo, la temperatura y la atmósfera. En este aparato, la probeta es elongada a una carga constante y la variable dependiente es la deformación plástica la cual se registra como función del tiempo.

Actualmente se está estudiando el crecimiento difusivo de cavidades intergranulares en cobre. Se está trabajando con un método de implantación de cavidades utilizando únicamente termofluencia.

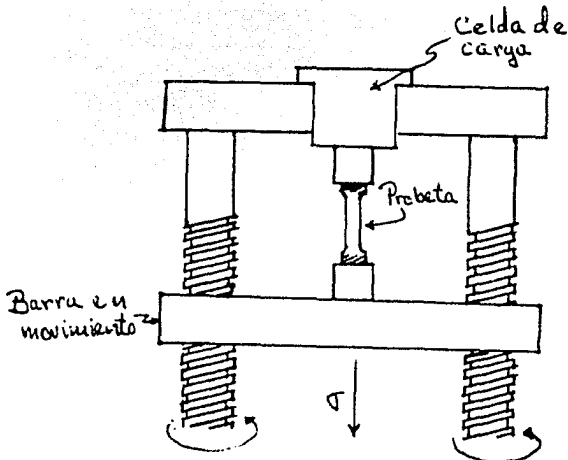


Figura 22

Antes de realizar la prueba de termofluencia por medio de la máquina arriba mencionada, la probeta se somete a un tratamiento térmico, el cual sirve para hacer crecer el tamaño de grano y eliminar la mayoría de los defectos cristalinos. Este tratamiento consiste en introducir la probeta en un tubo de cuarzo a  $1000^{\circ}\text{C}$  por espacio de dos horas, operación que se lleva a cabo en un vacío de  $10^{-4}\text{ atm}$  para evitar la oxidación de la probeta. La prueba de termofluencia se realiza en una atmósfera reductora de 90%  $\text{N}_2$  y 10%  $\text{H}_2$ , estabilizando la temperatura en  $730^{\circ}\text{C}$ , y se le aplica un esfuerzo de  $7\text{ MPa}$  hasta, por lo general, producir la fractura de la probeta.

Al final del proceso tenemos una probeta con microgrietas o cavidades. De esta probeta obtendremos la lá-

mina de donde producirémos muestras de 1 cm de largo por 0.5 cm de ancho (fig. 23), siempre conservando la dirección de la línea del esfuerzo, que someterémos al electropulido para terminar con una película delgada.

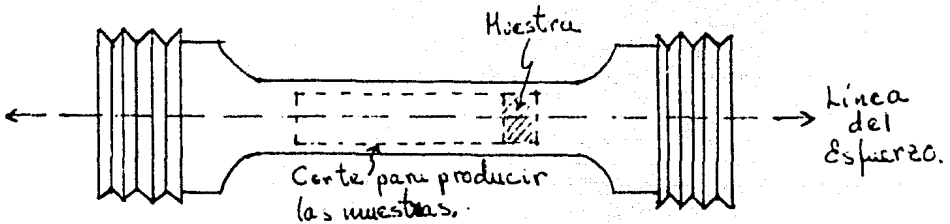


Figura 23

Al hacer estos cortes de la probeta, para obtener las muestras, se debe de producir el menor daño posible; por lo tanto no se deben de hacer cortes mecánicos ya que nos introducen dislocaciones en la muestra. El manejo descuidado del material da el mismo resultado. Para evitar ésto, utilizamos una cortadora de hilo AGIEPULS cuyo funcionamiento se basa sobre la tecnología de penetración por electroerosión.

El principio de la penetración por electroerosión es sencillo: la pieza a cortar y el hilo (electrodos) se colocan en posición de trabajo, de tal forma que no se toquen, llenando el espacio entre ellos con un líquido aislante. La pieza y el hilo están conectados, a través de cables, con una fuente de corriente continua de tal manera que al cerrar el circuito se produce una diferencia de potencial



entre ellos haciendo saltar una chispa. En el proceso se produce calor que causa la evaporación de la superficie de la muestra cerca del electrodo. Al sucederse descarga tras descarga se forma un cráter y el resultado es una remoción constante de material en la superficie de la pieza a cortar.

Producimos de este modo muestras con un espesor de aproximadamente 0.5 mm con un mínimo de daño.

Las muestras metálicas son transparentes a los electrones cuando tienen un espesor del orden de pocos angstroms. Para correlacionar las propiedades de las muestras volumétricas con las estructuras que pueden observarse en las películas delgadas es necesario adelgazar las muestras sin modificar o destruir su estructura. Esto puede obtenerse por varios métodos (1) (ataque químico, bombardeo iónico, etc.).

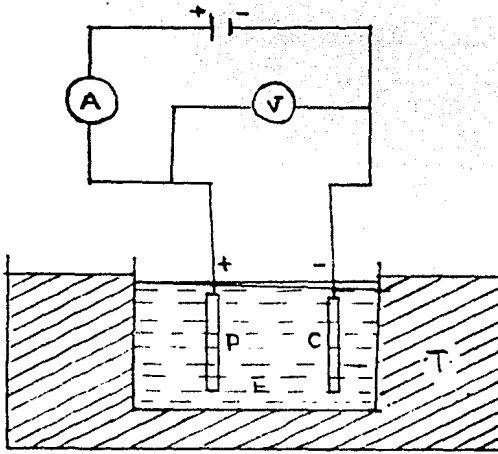
El electropulido causa una perforación sobre la muestra y las áreas cercanas a la perforación son transparentes al haz electrónico.

La dificultad en producir películas delgadas de metales es generar un removimiento uniforme del metal de toda el área de la superficie de la muestra. Para lograr esto, la densidad de corriente en todos los puntos de la muestra debe ser la misma, ya que a densidades de corriente baja, las orillas de la muestra se pulen preferentemente, mientras que a altas densidades de corriente el pulido preferencial ocurre en el centro.

La decisión de cuando se debe parar el electropulido es usualmente obtenida con la experiencia ya que es difícil medir un espesor de 200 a 2000 Å. El criterio usualmente empleado es pararlo cuando aparecen pequeños hoyos, las áreas cercanas a los hoyos son bastante delgadas para ser observadas por transmisión. Si el electropulido continúa después de aparecer los hoyos, la distribución de densidad de corriente es modificada, los hoyos se agrandan y las regiones delgadas desaparecen.

Nosotros producimos ataque preferencial en el centro, rociando  $\text{HNO}_3$  en solución con alcohol metílico (en proporción de 6 a 4) utilizando una jeringa (método de la jeringa). Así se produce una "cazuela" y el electropulido genera película delgada con una perforación en el centro. El arreglo experimental para electropulir una muestra se presenta en la figura 24.

Para establecer las condiciones de electropulido es necesario obtener la relación corriente-voltaje para el electrolito y el material que serán usados. Existe una relación clásica, que se muestra en la figura 25. La zona plana de la curva da el rango de voltaje necesario para electropulir. Esta gráfica se obtiene a una cierta temperatura, al variar ésta se modifica la curva en la zona plana. Las condiciones usadas para electropulir las muestras de cobre fueron:



- B = Bateria  
 A = Amperímetro  
 V = Voltímetro  
 P = Muestra  
 C = Cátodo  
 R = Recipiente para el electrolito  
 E = Electrolito  
 T = Baño de temperatura controlada

Figura 24

ELECTROLITO: 90% Acido Fosfórico ( $H_3PO_4$ ) y 10%  $H_2O$

CATODO: Grafito

VOLTAJE: 2.5 v

DENSIDAD DE CORRIENTE: 0.1 amp/cm<sup>2</sup>

TEMPERATURA : 20°C

OBSERVACION: Al parar el electropulido se lava con agua pura.

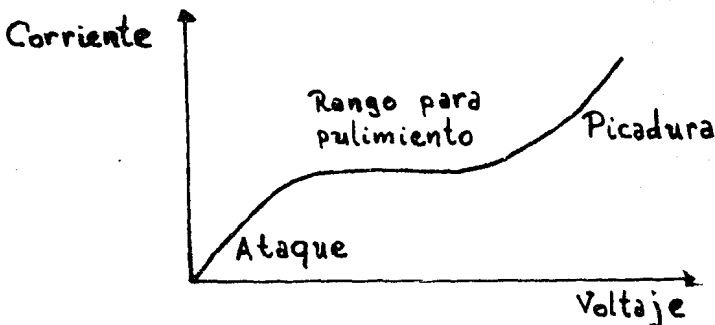


Figura 25

### 3.2 OBSERVACION CON EL MICROSCOPIO

En la realización de las observaciones se usó un microscopio electrónico JEOL-100CX equipado con un sistema de barrido EM-ASID4D y entrada de goniometro EM-SEG.

El sistema EM-ASID4D permite obtener diferentes tipos de imágenes: electrones secundarios, transmisión y barrido, retrodispersados y patrones de microdifracción y tunelaje.

El SEG (Entrada de Goniometro-Side Entry Goniometer) está diseñado para permitir que el eje de inclinación sea alineado con un eje en el plano de la muestra, la cual sube o baja de acuerdo con la inclinación. Esto nos asegura que el campo de visión permanezca estacionario cuando la muestra sea inclinada. Para permitir un rango grande de observaciones y medidas varios tipos de portamuestras son disponibles, p.ej: portamuestras de rotación, de inclinación, de elongación, etc. Se usó un goniometro de inclinación el cual nos permite inclinar la muestra  $\pm 60^\circ$  alrededor de un eje que se encuentra en el plano de la muestra.

#### 3.2.1 Calibración del Microscopio Electrónico

Después de que el patrón de difracción es indicado, tiene que ser orientado respecto a la imagen (2). Debido a los campos de las lentes electromagnéticas el haz

viaja a lo largo de una hélice vertical. Por lo tanto, la imagen y su patrón de difracción están rotados uno con respecto a otro por un cierto ángulo. Este ángulo de rotación es función de la amplificación y hace necesario encontrar la relación entre el ángulo de giro y la amplificación. Para hacer ésto, usamos pequeños cristales de MgO los cuales miden aproximadamente  $10^{-3} \mu\text{m}^3$  y cúbicos: sus superficies son paralelas a los planos  $\{001\}$  (3). Se tomaron el patrón de difracción y su imagen sobrepuestas en una placa y se midió el ángulo entre ellos. Se repitió el procedimiento para varios valores de la amplificación y se graficaron los resultados (fig. 26).

Para encontrar la dirección del esfuerzo de la muestra de termofluencia, utilizamos el sistema de barrido del microscopio. La dirección del esfuerzo es conocida hasta antes de meter la muestra al microscopio. La muestra se coloca de manera que la línea del esfuerzo sea paralela a la dirección de movimiento del portamuestras. Como el sistema de barrido no rota la muestra, podemos tomar una foto topográfica de la imagen y registrar la dirección del esfuerzo, tomando fotos en transmisión a baja amplificación, es posible determinar esta dirección en la muestra. De esta forma conocemos la dirección del esfuerzo en todo momento.

### 3.2.2 El Contraste en el Microscopio

El procedimiento de la condición de dos haces fué

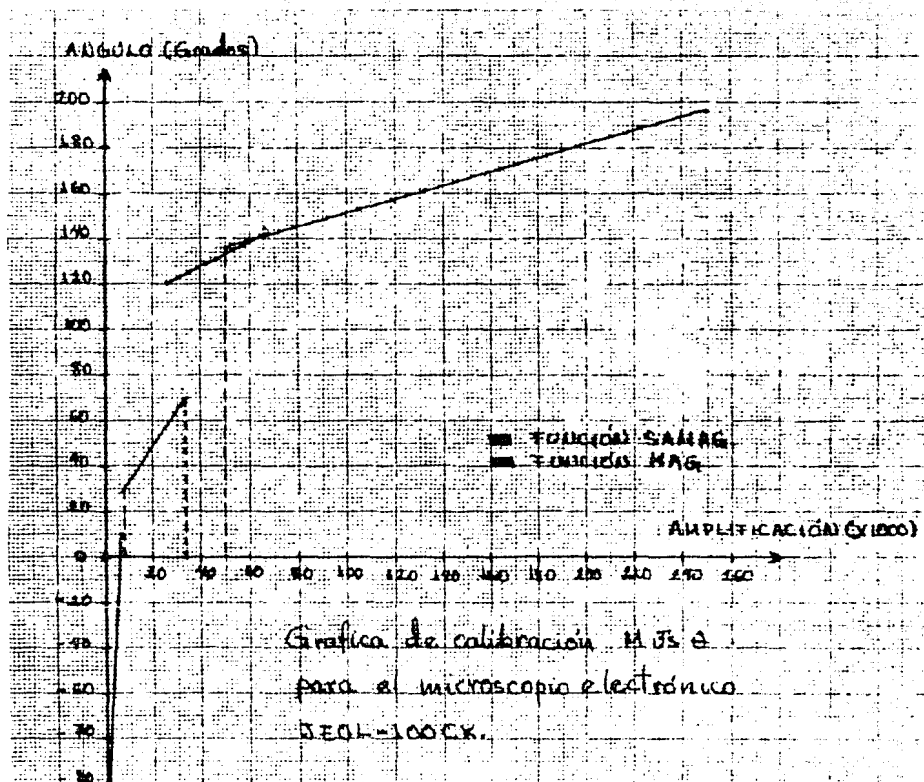


Figura 26

usada para estudiar los rasgos de contraste ya que es necesario asegurar que mientras un grano estaba en condición de dos haces los granos vecinos no difractan. Esto se realizó por observación alternada de área selecta y patrones de di-

fracción de ambos lados de la frontera. En esta condición, una frontera de grano fué efectivamente una frontera entre un cristal difractor y algún material el cual no tiene otra acción que extinguir ondas electrónicas.

Las franjas de espesor fueron observadas corriendo a lo largo del plano de la frontera, las cuales se van debilitando gradualmente hacia la parte más gruesa y terminando en la parte de la cuña donde la onda de Bloch es absorbida.

### 3.2.3 Determinación de la Orientación

La orientación de un grano puede ser encontrado a partir de un patrón de área selecta (SADIFF). Este modo de operar el microscopio es el siguiente: seleccionar cualquier porción de la imagen de la pantalla por medio de una apertura insertada en el plano de la imagen intermedia y pasar al modo difracción. El patrón de difracción resultante corresponde al área seleccionada.

Por lo tanto, la desorientación a través de la frontera de grano puede ser determinada fotografiando un patrón de difracción de cada grano mientras la muestra permanece fija en una orientación. De estos datos calculamos la pareja ángulo/(eje de rotación).

#### 3.2.3a Indización de los Patrones de Difracción

Para indizar los patrones de difracción procedemos de la siguiente manera. Sabemos que el cobre es f.c.c. y

que tiene un parámetro de red  $a=3.6153 \text{ \AA}$ . Por lo tanto, las reflexiones permitidas son:  $h, k, l$  todas pares o todas nones. Las primeras trece reflexiones se dan en la tabla II, donde se ha calculado  $d(\text{\AA})$  a partir de  $d(\text{\AA}) = a(\text{\AA})[h^2 + k^2 + l^2]^{-1/2}$

Del patrón de difracción, se miden las distancias que separan al punto central (haz transmitido) de los puntos no colineales y por medio de la constante de cámara ( $\lambda L$ ) se convierten en distancias interplanares. Para esto se usa la fórmula:  $d(\text{\AA}) = \lambda L/R$ , donde  $R$  es la distancia medida del patrón y  $L$  es la longitud de cámara, que en nuestro caso  $L = 70.55 \pm 0.33 \text{ cm}$ . y  $\lambda$  la longitud de onda, su valor es  $0.037 \text{ \AA}$ , por lo que  $\lambda L = 2.61 \text{ \AA cm}$ .

A partir de la tabla II y del valor calculado de  $d(\text{\AA})$  es posible asignar tentativamente índices de Miller a cada punto. Una forma de checar que los índices han sido correctamente asignados es medir los ángulos entre puntos y compararlos con los obtenidos mediante la relación:

$$\cos \theta = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{[(h_1^2 + k_1^2 + l_1^2)(h_2^2 + k_2^2 + l_2^2)]^{1/2}}$$

Todos los demás puntos que parecen en el patrón se pueden etiquetar sumando vectorialmente los ya indicados.

Para conocer el eje de zona se efectúa el producto vectorial entre dos puntos del patrón, ya que la dirección perpendicular al plano de la red recíproca es casi paralelo a la dirección del haz, por lo tanto, encontramos la orientación del grano con respecto a la dirección del haz y



TABLA II

Reflexión	$h^2+k^2+l^2$	$(h^2+k^2+l^2)^{1/2}$	$d(\text{Å})$
111	3	1.732	2.087
200	4	2.000	1.808
200	8	2.828	1.278
311	11	3.317	1.090
222	12	3.464	1.044
400	16	4.000	0.904
313	19	4.359	0.829
420	20	4.472	0.808
422	24	4.899	0.738
333	27	5.196	0.696
440	32	5.657	0.639
442	36	6.000	0.603
444	48	6.928	0.522

el plano del grano ya que el eje de zona es perpendicular al plano que tiene los mismos índices de Miller.

Esta orientación es solamente aproximada dentro de un rango de  $\pm 5^\circ$  ya que si el grano estuviese exactamente en el plano calculado, se obtendría un patrón de difracción simétrico alrededor de las líneas horizontal y vertical dibujadas a partir del centro (2).

## 3.2.3b Cálculo de las Parejas Angulo/(Eje de Rotación)

El cálculo de las parejas ángulo/(eje de rotación) de cada frontera de grano comprende la construcción de la matriz de transformación que nos lleva de un cristal al otro (4). A partir de ésta se obtiene el ángulo y el eje de rotación. Entonces tenemos que encontrar:

- a) La matriz del cristal al patrón de difracción.
- b) La matriz del microscopio al patrón de difracción.
- c) La matriz del cristal al microscopio
- d) La matriz de un cristal al otro.

a) La matriz del cristal al patrón de difracción.

Ya que el patrón de difracción obtenido en el microscopio no es más que la proyección de un plano

de la red recíproca, entonces si determinamos a qué familia de planos cristalino pertenece cada punto aparecido en el patrón de difracción se puede determinar la orientación del cristal con respecto al haz de electrones; es decir, se puede saber cual es la dirección cristalográfica paralela a la dirección del haz de electrones. Entonces, la matriz que va del patrón del patrón de difracción al cristal es:

$$A_1 = \begin{pmatrix} h_1 & h_2 & h_3 \\ k_1 & k_2 & k_3 \\ l_1 & l_2 & l_3 \end{pmatrix}$$

Por lo tanto, la matriz que va del cristal al patrón de difracción es:  $A_1^{-1}$ . Calculemos  $A_1^{-1}$ : Tenemos que

$$A = \begin{pmatrix} a_{11} & a_{12} & a_{13} \\ a_{21} & a_{22} & a_{23} \\ a_{31} & a_{32} & a_{33} \end{pmatrix} \quad \text{con} \quad \begin{matrix} a_{1i} = h_i \\ a_{2i} = k_i \\ a_{3i} = l_i \end{matrix} \quad i = 1, 2, 3$$

y que  $A^{-1} = \frac{1}{\det A} \text{Adj} A$  donde  $\text{Adj} B = [B_{ij}]^T$ ,  $B_{ij} = \text{cofactor } b_{ij}$

$$\Rightarrow \det A = D = a_{11}(a_{22}a_{33} - a_{32}a_{23}) + a_{12}(a_{21}a_{23} - a_{22}a_{33}) + a_{13}(a_{21}a_{32} - a_{22}a_{31})$$

$$A^{-1} = \frac{1}{D} \begin{pmatrix} a_{22}a_{33} - a_{23}a_{32} & a_{23}a_{31} - a_{21}a_{33} & a_{21}a_{32} - a_{22}a_{31} \\ a_{13}a_{32} - a_{12}a_{33} & a_{11}a_{23} - a_{13}a_{31} & a_{12}a_{31} - a_{11}a_{32} \\ a_{12}a_{23} - a_{22}a_{13} & a_{13}a_{21} - a_{11}a_{23} & a_{11}a_{22} - a_{12}a_{21} \end{pmatrix}$$

b) La matriz que va del patrón de difracción al microscopio.

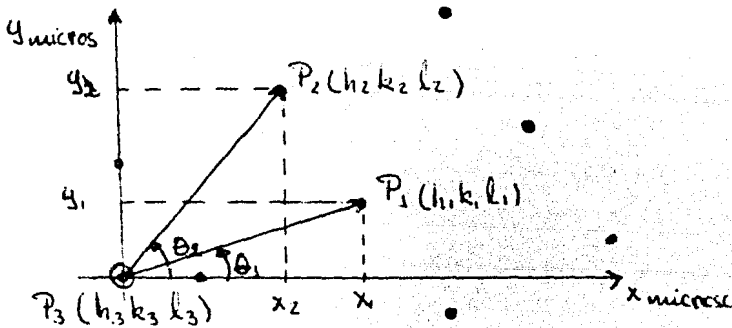


Figura 27

De la figura 27 obtenemos

$$\begin{aligned} x_1 &= |(h_1, k_1, l_1)| \cos \theta_1 & x_2 &= |(h_2, k_2, l_2)| \cos \theta_2 & x_3 &= 0 \\ y_1 &= |(h_1, k_1, l_1)| \sin \theta_1 & y_2 &= |(h_2, k_2, l_2)| \sin \theta_2 & y_3 &= 0 \\ z_1 &= 0 & z_2 &= 0 & z_3 &= |(h_3, k_3, l_3)| \end{aligned}$$

Entonces

$$P_1 = (x_1, y_1, z_1); \quad P_2 = (x_2, y_2, z_2); \quad P_3 = (x_3, y_3, z_3).$$

Por lo tanto, la matriz que va del patrón de difracción al microscopio es:

$$B_1 = \begin{pmatrix} x_1 & x_2 & 0 \\ y_1 & y_2 & 0 \\ 0 & 0 & R_3 \end{pmatrix}$$

c) La matriz del cristal al microscopio.

Ya que:  $A_1^{-1}$ : matriz que va del cristal al patrón de difracción

$B_1$ : matriz que va del patrón de difracción al microscopio

entonces, la matriz que va del cristal al microscopio es:

$$B_1 A_1^{-1}$$

d) La matriz que va de un cristal al otro.

Realizando el mismo procedimiento para el patrón de difracción del otro cristal, pero obteniendo la matriz que va del microscopio al cristal, obtenemos:

$$A_2 B_2^{-1}$$

Por lo tanto, la matriz que va de un cristal al otro es:

$$R = A_2 B_2^{-1} B_1 A_1^{-1}$$

Ya que tenemos a la matriz que va de un cristal al otro,  $R$ , hay que calcular su eigenvector con eigenvalor uno, el cual nos dará el eje de rotación, es decir:

$$R U_t = \lambda U_t = \lambda I_3 U_t \quad ; \quad \lambda = 1$$

$$I_3 = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad U_t = \begin{pmatrix} x_1 \\ x_2 \\ x_3 \end{pmatrix}$$

por lo que tendremos el sistema de ecuaciones:

$$(a_{11} - 1) x_1 + a_{12} x_2 + a_{13} x_3 = 0$$

$$a_{21} x_1 + (a_{22} - 1) x_2 + a_{23} x_3 = 0$$

$$a_{31} x_1 + a_{32} x_2 + (a_{33} - 1) x_3 = 0$$

(#)

$$\begin{aligned} \text{Sea } n_1 &= [ (a_{11} - 1), a_{12}, a_{13} ] \\ n_2 &= [ a_{21}, (a_{22} - 1), a_{23} ] \\ n_3 &= [ a_{31}, a_{32}, (a_{33} - 1) ] \\ v_t &= (x_1, x_2, x_3) \end{aligned}$$

entonces el sistema (#) equivale a:

$$v_t \cdot n_1 = 0 ; v_t \cdot n_2 = 0 ; v_t \cdot n_3 = 0$$

Si escogemos una pareja de n's, p. ej.  $n_2$  y  $n_3$ , y si  $n_2 \times n_3 = v_t$  por lo tanto  $v_t$  es el eje de zona, pero si  $n_2 \times n_3 = 0$  escogamos  $n_1$ . Entonces tendremos que  $v_t = (x_1, x_2, x_3)$  es el eje de rotación.

Además:

$$\text{tr } R = a_{11} + a_{22} + a_{33} = 1 + 2 \cos \theta.$$

$$\therefore \theta = \arccos \left\{ \frac{a_{11} + a_{22} + a_{33} - 1}{2} \right\}$$

con lo que hemos obtenido la pareja ANGULO/(EJE DE ROTACION) de la frontera.

Como son varias fronteras, se diseñó un programa para la computadora el cual nos dá los valores del eje de rotación y el ángulo. (Ver apéndice I).

## CAPITULO IV

## RESULTADOS, DISCUSION Y CONCLUSIONES

En este capítulo presentaremos los resultados obtenidos y realizaremos el análisis y discusión de ellos. Para este propósito dividiremos esta sección en dos partes: una sección descriptiva de las fronteras de grano estudiadas y una sección analítica de tales fronteras.

Utilizaremos el término "muestra" para llamar al conjunto de fronteras que forman las regiones del policristal estudiado.

Un total de 34 fronteras de grano fueron estudiadas en la realización de esta tesis.

## 4.1 CARACTERISTICAS GENERALES

## MUESTRA 1.

Está compuesta de una frontera cuya relación de orientación es  $115^\circ$  alrededor de  $\langle 011 \rangle$ . No es frontera de coincidencia, pero es recta y forma esquina (fig. 28). Una parte de la frontera es perpendicular a la línea de tensión y otra parte paralela. Se observa que los hoyos están cerca de la frontera.

Observando la parte de la frontera perpendicular a la línea de tensión a alta amplificación (fig. 29) notamos

que ésta es altamente rugosa, existen hoyos cerca a la frontera (posiblemente cavidades por el contraste que presentan, lo cual discutiremos en la siguiente sección). Se observa también pequeñas protuberancias en A. Al llevar la frontera a una condición donde se observan contornos de espesor, las líneas se doblan alrededor de los hoyos como esquivando los (fig. 30). En la figura 31 se observa por la gran cantidad de rugosidad y protuberancias en la región altamente deformada N, el "nacimiento" de un hoyo.

En la parte de la frontera que es paralela a la línea de tensión se observan hoyos en regiones cerca de la frontera (fig. 32) en H, es menos rugosa y se tienen dislocaciones en la frontera (D) observandose campos de alta deformación elástica (C).

De lo anterior podemos concluir lo siguiente: la frontera no es de coincidencia, sin embargo existen planos donde su energía es mínima, lo que explica que la frontera sea recta. Los hoyos se presentan a un lado de ella. Estos hoyos se producen por cavitación y se deben a un proceso de difusión durante el desarrollo de la prueba de termofluencia. La frontera presenta dislocaciones indicando que tiene estructura periódica que las mantiene ahí. La forma rugosa de la frontera nos revela la existencia de migración segmentada (en regiones localizadas) la cual es inducida por la distribución inhomogénea del esfuerzo resuelto en el plano de la frontera.

## MUESTRA 2.

Es un punto triple (fig. 33) cuyos granos tienen las siguientes relaciones de orientación.

- a) Grano 1 y grano 2:  $77.1^\circ / \langle 011 \rangle$ , es la coincidencia
- b) Grano 2 y grano 3:  $58^\circ / \langle 121 \rangle$ , no coincidencia.
- d) Grano 3 y grano 1:  $63^\circ / \langle 100 \rangle$ , es de coincidencia.

Veamos las fronteras en su aspecto geométrico:

- a) La densidad de dislocaciones cristalinas es alta. Presentan dislocaciones de frontera de grano. No tiene hoyos.
- b) Presentan rugosidad pero no hoyos. La densidad de dislocaciones cristalinas es mayor en el cristal G2. Se notan pequeñas protuberancias.
- c) La densidad de dislocaciones cristalinas es mayor en el cristal G1, no presenta hoyos y muestra pequeñas protuberancias.

Todas las fronteras se presentan rectas. La frontera de coincidencia presentan dislocaciones lo que implica una estructura periódica estable. La frontera de no coincidencia presenta alta rugosidad lo cual indica migración segmentada a nivel microscópico.

La falta de dislocaciones cristalinas en el grano 3 parece deberse a fenómenos de recuperación durante el proceso de termofluencia.

## MUESTRA 3.

Es un punto triple cuyos granos no guardan relación de orientación de coincidencia (fig. 34). Las relaciones entre ellos son:



- a) Grano 1 y grano 2:  $46^\circ / \langle 112 \rangle$ .
- b) Grano 2 y grano 3:  $116^\circ / \langle 012 \rangle$ .
- c) Grano 3 y grano 1:  $75^\circ / \langle 011 \rangle$ .

cuyas características físicas son:

- a) La frontera es altamente rugosa (fig. 35) presentando alta densidad de dislocaciones. En la parte cercano al punto triple se forma un rectángulo R (fig. 34 y 35). Esta frontera es casi paralela a la línea de tensión.
- b) Se observa movilidad de la frontera de grano en forma segmentada por la protuberancia en M y no presenta dislocaciones. Esta frontera es casi perpendicular a la línea de tensión. No hay hoyos (figs. 34, 35, 36, 37 y 38).
- c) Se tiene movilidad de la frontera de grano en igual forma que en el caso anterior sólo que el "radio de curvatura" es mayor. No presenta dislocaciones y es lisa (figs. 38 y 39) de sus protuberancias. N.

Deducimos de lo anterior que:

- a) La frontera tiene estructura periódica ya que las dislocaciones no se disuelven. Con lo que respecta al rectángulo R, parece ser que hay un plano en donde la energía es mínima o una zona de alta deformación y lo que observamos es el apilamiento de dislocaciones.
- b) Tenemos migración segmentada, que como se dijo anteriormente, produce fronteras con protuberancias como ésta.
- c) Mismas consideraciones del inciso (b).

**MUESTRA 4.**

Es una frontera cuyos granos tienen una relación de orientación de  $51^\circ/\langle 011 \rangle$ . Es de coincidencia (fig.40).

La muestra presenta dislocaciones cristalinarias y en la frontera. Se nota movilidad segmentada. Note que dentro de la protuberancia C (fig. 40) se encuentra una dislocación cristalina. La frontera se muestra altamente rugosa.

Se presenta un hoyo cerca de la frontera (fig.41) el cual, por el contraste que presenta, parece ser un túnel (esto lo discutiremos en la siguiente sección).

**MUESTRA 5.**

Es un grano que se encuentra dentro de otro grano. La frontera presenta una relación de orientación de  $18^\circ/\langle 012 \rangle$  que no es de coincidencia (fig. 42).

Las partes de la frontera que son perpendiculares a la línea de tensión presentan alta densidad de dislocaciones y son muy rugosas. No presentan hoyos. El cristal que encierra la frontera no presenta dislocaciones cristalinarias (figs. 43 y 44). En la parte paralela a la línea de tensión se observan dislocaciones de frontera de grano y hoyos que tienen el mismo contraste que los que llamamos túneles; hay un hoyo en la frontera pero los demás están cerca de ella (fig. 44).

**MUESTRA 6.**

Es un punto triple cuyas relaciones de orientación entre los granos que lo forman es: (Figs. 45 y 46)

- a) Grano 1 y grano 2:  $22^\circ/\langle 111 \rangle$ . No es de coincidencia.
- b) Grano 2 y grano 3:  $24^\circ/\langle 120 \rangle$ . No es de coincidencia.
- c) Grano 3 y grano 1:  $37.5^\circ/\langle 110 \rangle$ . Si es de coincidencia

En las fotografías se observa:

- a) Tiene dislocaciones cristalinas, aunque la densidad en el cristal 1 es menor que la del cristal 2. La frontera es recta y lisa ya que no se notan dislocaciones de frontera de grano.
- b) La frontera tiene una alta densidad de dislocaciones y es más recta que la anterior. El ancho de la proyección de la frontera parece no variar, es estable.
- c) La frontera tiene dislocaciones y es rugosa.

En el punto triple se tienen hoyos de electropulido H (la diferencia entre un hoyo de electropulido y uno de cavitación, tunel, se daña en la siguiente sección).

Concluimos que:

Las fronteras que tienen dislocaciones están fuertemente estructuradas. La frontera (b) está en un plano de energía mínima porque es muy recta. La frontera (c) que es de coincidencia también tiene estructura.

#### MUESTRA 7

Es una frontera de grano cuyos cristales guardan una relación de coincidencia:  $56^\circ/\langle 001 \rangle$  (fig. 47).

La frontera presenta alta densidad de dislocaciones por lo que la estructura de la frontera es periódica. Es además muy rugosa y presenta un hoyo en la zona marcada con H.

## MUESTRA 8

Es una frontera de grano cuya relación de orientación es  $16^\circ/\langle 011 \rangle$ , que no es de coincidencia (fig. 48).

La frontera es perpendicular a la línea de tensión y no muestra ningún tipo de dislocaciones pero sí protuberancias en P y M.

## MUESTRA 9.

La frontera de grano no es de coincidencia ya que su relación de orientación es  $77^\circ/\langle 011 \rangle$  (figs. 49 y 50). Tiene dislocaciones de frontera de grano que indican que esta frontera tiene estructura periódica. Se tienen protuberancias en M y P.

## MUESTRA 10.

Es un punto triple cuyas fronteras que lo constituyen tienen las relaciones de orientación:

- a) Grano 1 y grano 2:  $81^\circ/\langle 011 \rangle$ ; no es de coincidencia.
- b) Grano 2 y grano 3:  $5.4^\circ/\langle 011 \rangle$ ; no es de coincidencia.
- c) Grano 3 y grano 1:  $107^\circ/\langle 110 \rangle$ ; sí es de coincidencia.

Observamos que (fig. 51):

- a) Presenta migración segmentada en M y P.
- b) Es una frontera de bajo ángulo, presenta una alta densidad de dislocaciones en la frontera de grano y es muy recta.

## MUESTRA 11.

Es una frontera en la cual los cristales presentan una relación de orientación de  $74^\circ/\langle 101 \rangle$ . No es de coincidencia. Presenta protuberancias muy grandes. (fig. 52).

## MUESTRA 12.

Esta frontera está formada por dos cristales que tienen una relación relativa de orientación de  $66^\circ/\langle 111 \rangle$  la cual no es relación de coincidencia (fig. 53).

Se observan hoyos en H que están cerca de la frontera de grano la cual, aparte de ser recta, es muy rugosa (alta densidad de dislocaciones). Tiene protuberancias en P. La presencia de dislocaciones indican que la frontera tiene estructura periódica.

## MUESTRA 13.

Es un punto triple (fig. 54) cuyos granos tienen las siguientes relaciones de orientación:

- a) Grano 1 y grano 2:  $88.5^\circ/\langle 101 \rangle$  ; es de coincidencia.
- b) Grano 2 y grano 3:  $6.7^\circ/\langle 101 \rangle$ ; no es de coincidencia
- c) Grano 3 y grano 1:  $93^\circ/\langle 101 \rangle$ ; es de coincidencia.

Se observa que los tres cristales tienen una alta densidad de dislocaciones cristalinas las cuales, en las fronteras (a) y (b), interactúan con la frontera exactamente a la orilla de las partes donde hay migración segmentada (letras M y N).

## MUESTRA 14.

Está formada por dos fronteras diferentes con un grano en común (fig. 55), sus relaciones de orientación son:

- a) Grano 1 y grano 2:  $48^\circ/\langle 011 \rangle$ ; es de coincidencia.
- b) Grano 2 y grano 3:  $50^\circ/\langle 011 \rangle$ ; es de coincidencia.

Esta frontera parece ser un twin, pero  $\Sigma = 11$ .

Se observa que el grano 2 tiene fronteras muy rectas y con

alta densidad de dislocaciones en la frontera de grano. Las fronteras son rugosas. Hay un hoyo H en la mitad de la frontera.

Concluimos que la frontera muestra ser una zona con migración segmentada a nivel microscópico y que tiene estructura periódica.

#### MUESTRA 15.

La relación de orientación de la frontera es  $92^\circ/\langle 122 \rangle$  que es una relación de coincidencia (fig. 56).

En la foto se observa que la frontera es bastante rugosa lo cual indica la presencia de dislocaciones.

#### MUESTRA 16.

Al igual que la muestra 14, son fronteras con un grano en común (fig. 57). Sus relaciones de orientación son:

- a) Grano 1 y grano 2:  $90^\circ/\langle 011 \rangle$ , es de coincidencia.
- b) grano 2 y grano 3:  $180^\circ/\langle 011 \rangle$ , no es de coincidencia.

Las fronteras muestran alta densidad de dislocaciones y parece ser que el grano 3 y 1 tienen la misma orientación.

#### MUESTRA 17.

Es un punto triple cuyos granos tienen las siguientes relaciones de orientación: (fig. 58).

- a) Grano 1 y grano 2:  $55^\circ/\langle 100 \rangle$ ; es de coincidencia.
- b) Grano 2 y grano 3:  $121^\circ/\langle 012 \rangle$ ; no es de coincidencia.
- c) Grano 3 y grano 1:  $61^\circ/\langle 001 \rangle$ ; es de coincidencia.

La frontera (c) presenta un hoyo en H cercano a la frontera. Las fracturas (a) y (b) están migrando ya que presentan pequeñas protuberancias.

Hacemos un resumen de las principales características presentadas por las diecisiete muestras en la tabla III. Se ha utilizado las siguientes abreviaciones:

M = Muestra número:

F = Frontera de grano número:

$\theta / hkl$  = Relación de orientación.  $\theta$  = ángulo y  $\langle hkl \rangle$  el eje de rotación.

C = Coincidencia

$\Sigma$  = Razón de área de coincidencia

D = Dislocaciones en la frontera de grano.

H = Hoyos

M.S. = Migración segmentada.

P.P. = Pequeñas protuberancias.

G.P. = Grandes protuberancias.

R = Rugosidad



Figure 10. The face of the subject.

Figure 10. The face of the subject. (Continued from page 10)



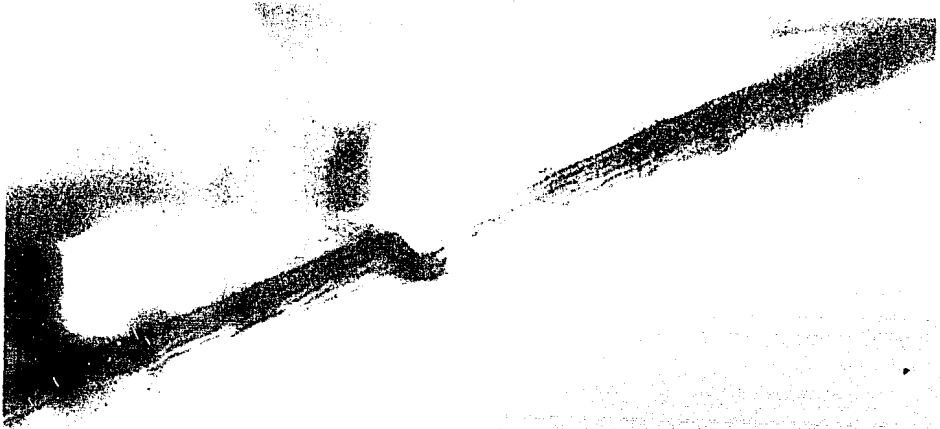


Figura 30. Muestra 1 (130,000x).



Figura 31. Muestra 1 (130,000x).

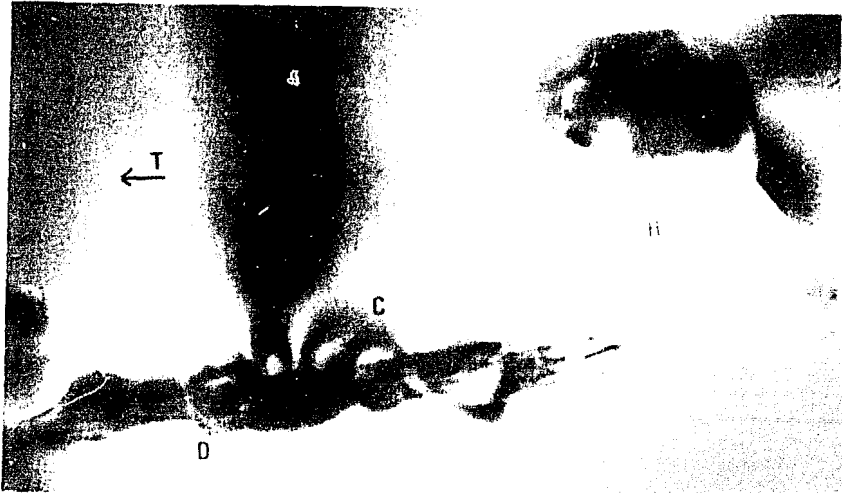


Figura 32. Muestra 1 (160,000x).



Figura 33. Muestra 2 (50,000x).

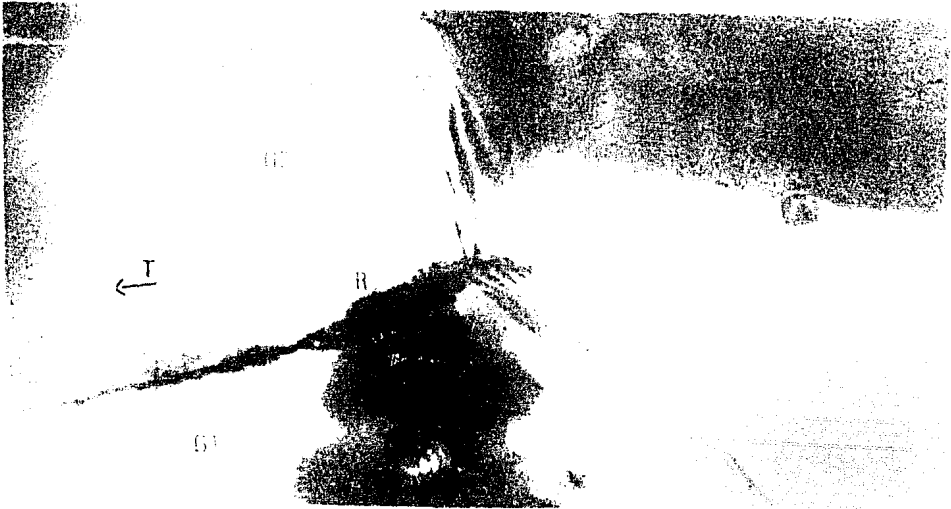


Figura 34. Muestra 3 (66,000x).

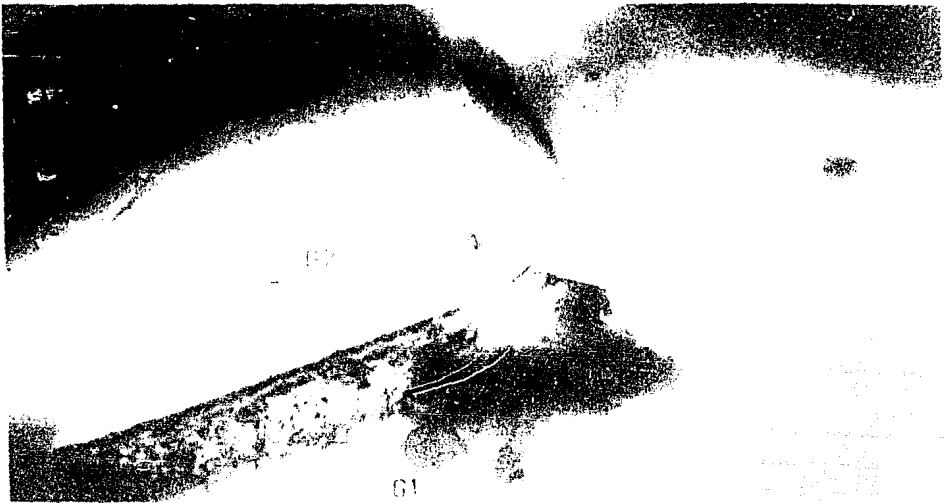


Figura 35. Muestra 3. (66,000x).



Figura 36. Muestra 3 (66,000x)

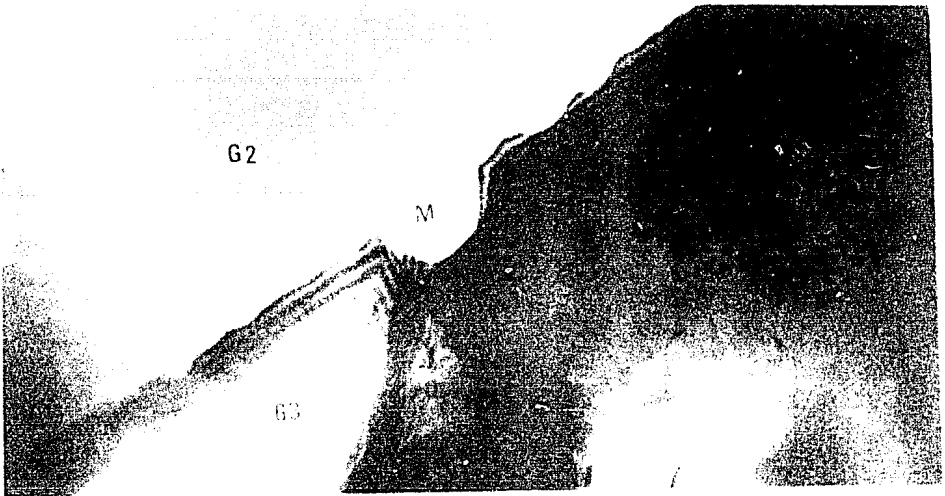


Figura 37. muestra 3 (50,000x).

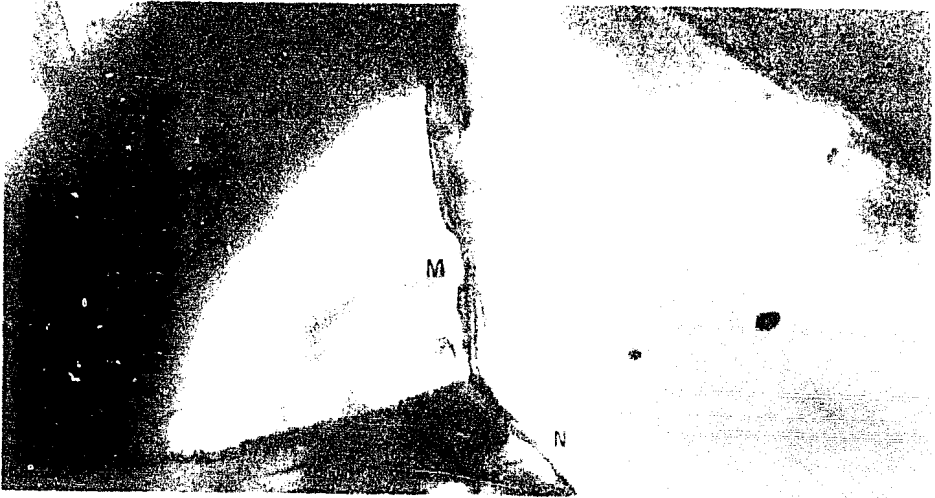


Figura 38. Muestra 3 (33,000x).

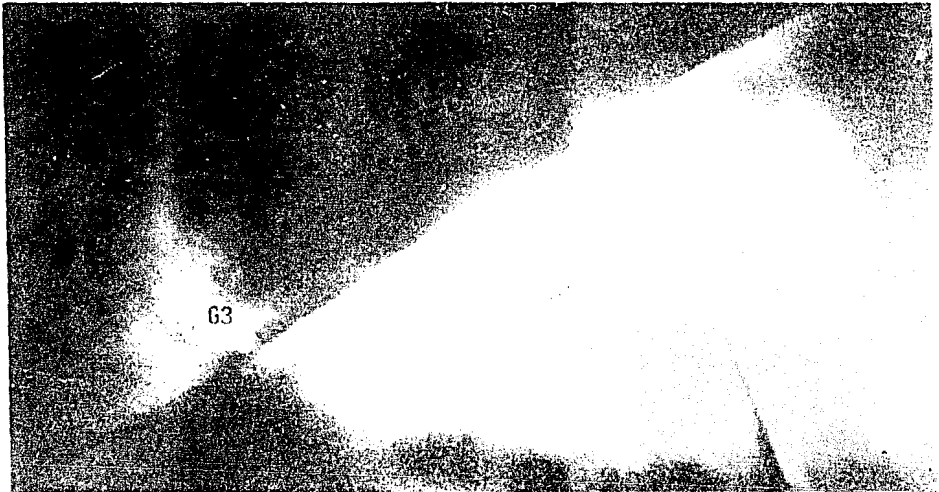


Figura 39. Muestra 3 (100,000x).

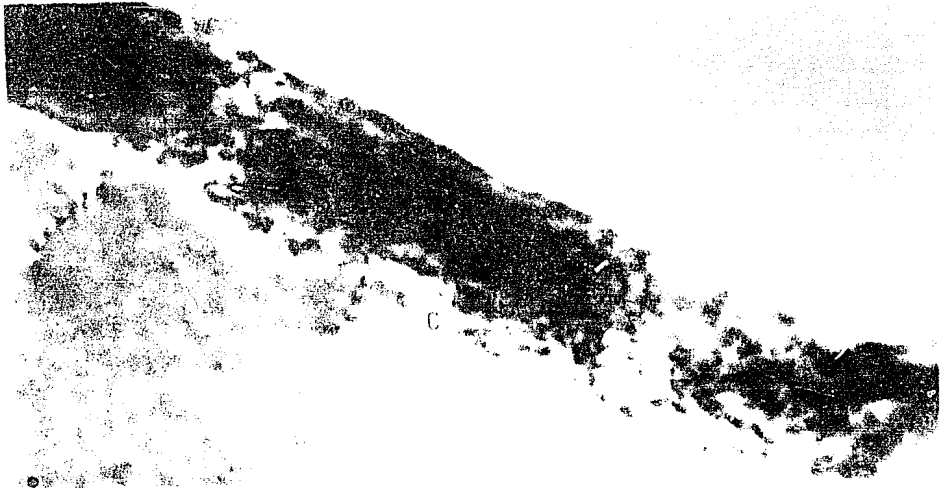


Figura 40. Muestra 4 (33,000x).



Figura 41. Muestra 4 (130,000x).



Figura 42. Muestra 5 (25,000x).



Figura 43. Muestra 5 (26,000x).

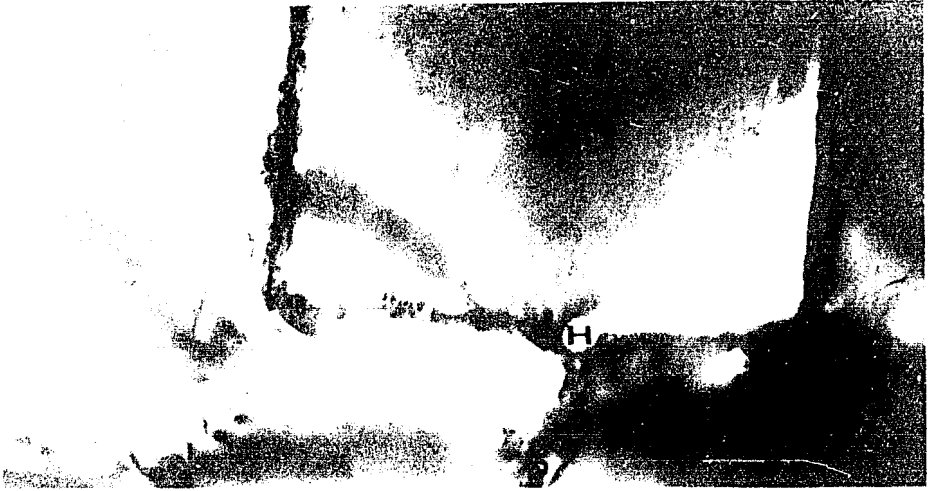


Figura 44. Muestra 5 (33,000x).

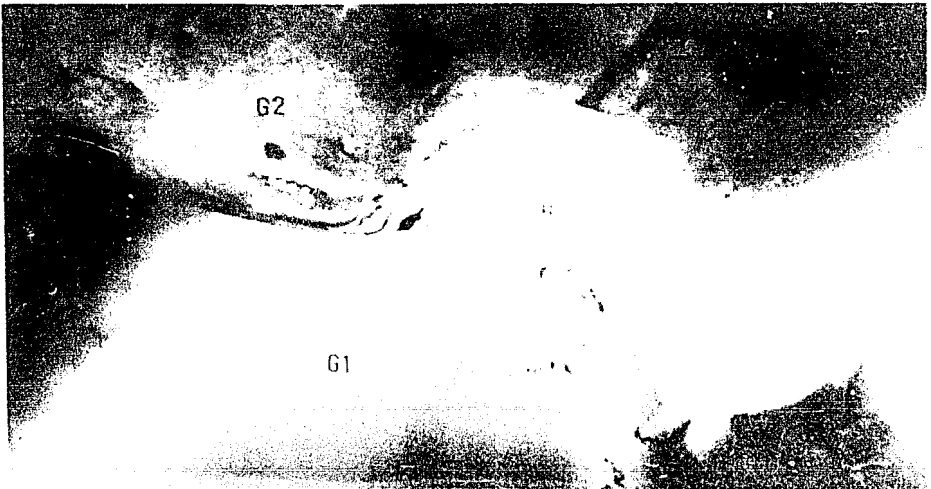


Figura 45. Muestra 6 (75,000x)





Figura 46. Muestra 6 (30,000x).

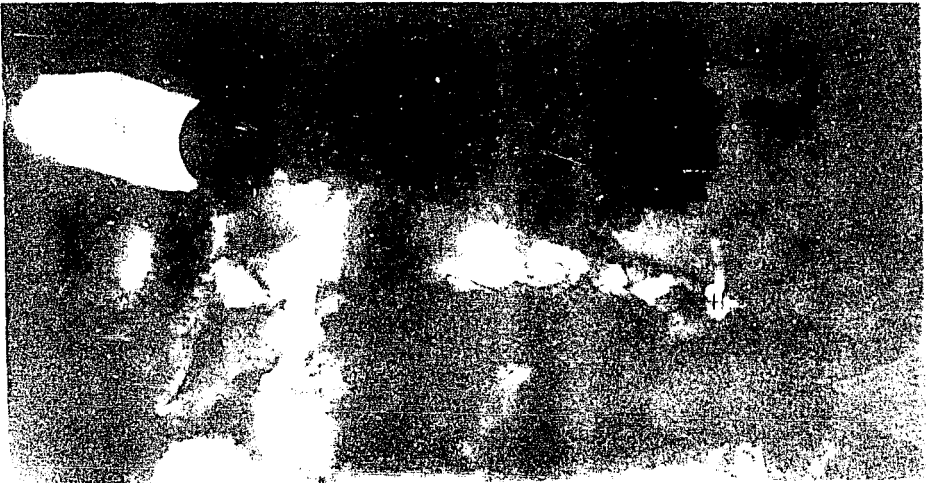


Figura 47. Muestra 7 (50,000x).



Figura 48. Muestra 8 (150,000x).

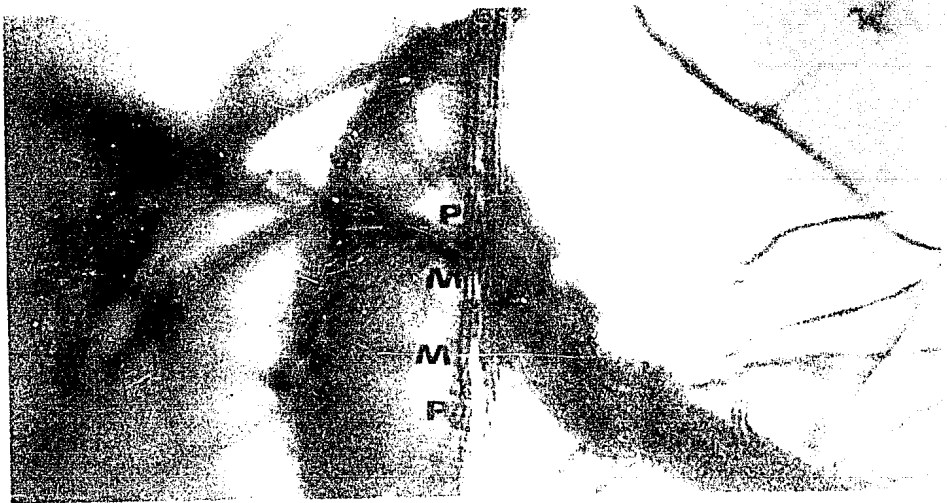


Figura 49. Muestra 9 (100,000x).

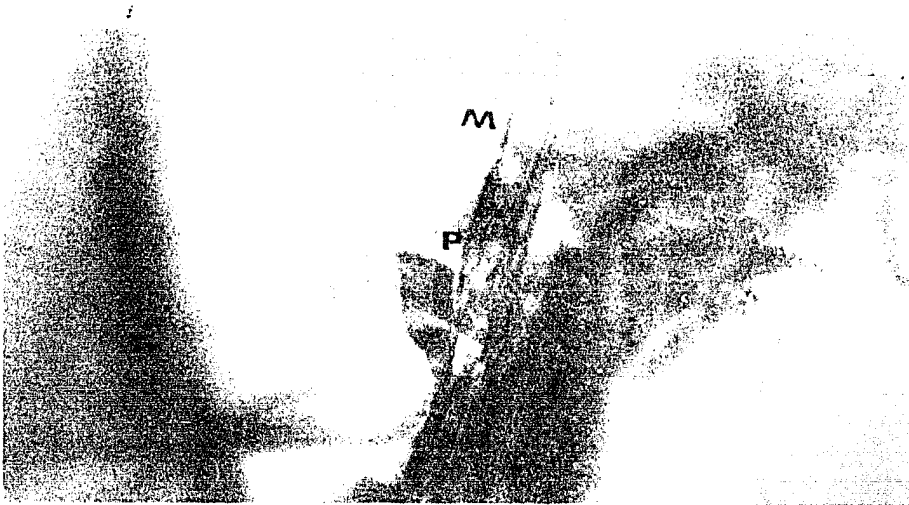


Figura 50. Muestra 9 (150,000x).

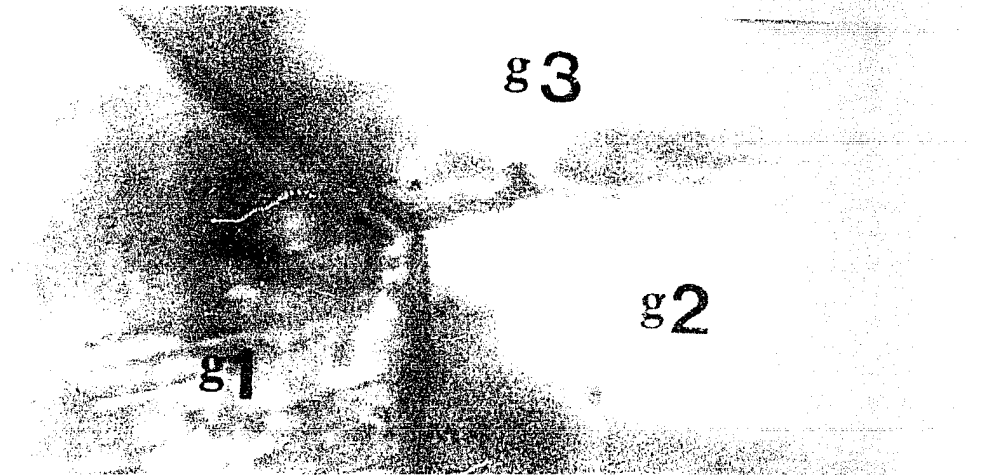


Figura 51. Muestra 10 (100,000x).



Figura 52. Muestra 11 (10,000x).

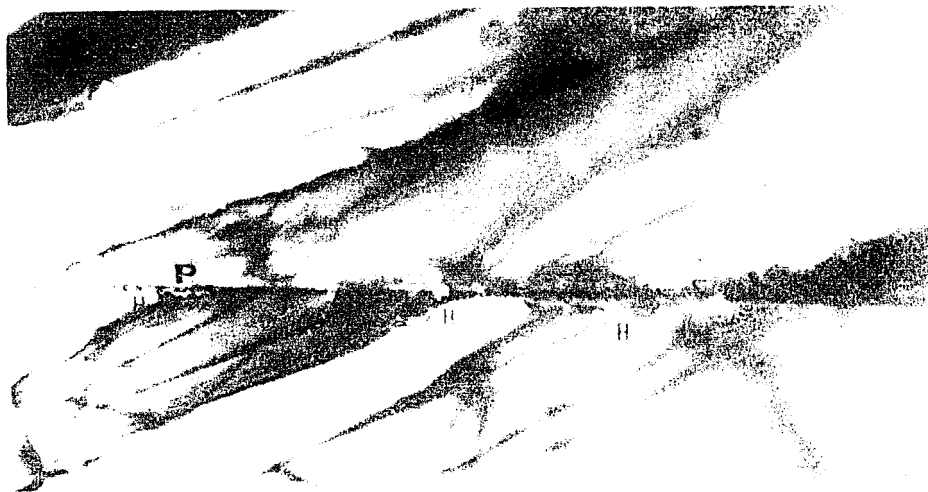


Figura 53. Muestra 12 (50,000x).

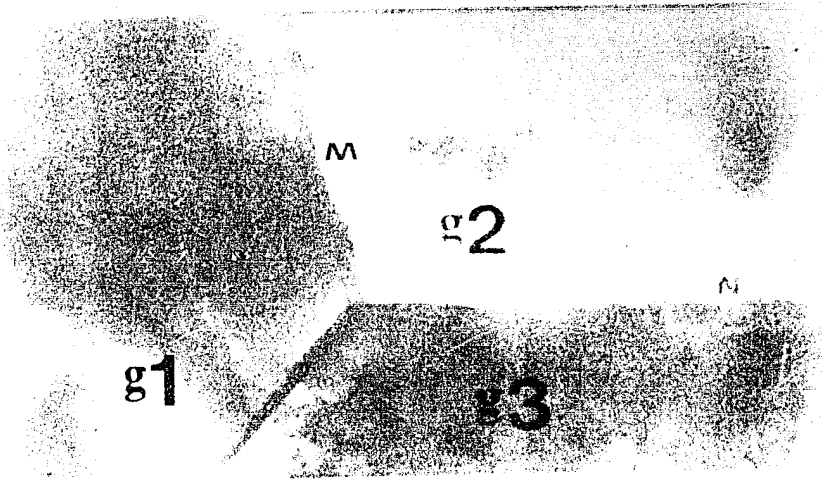


Figura 54. Muestra 13 (13,000x).

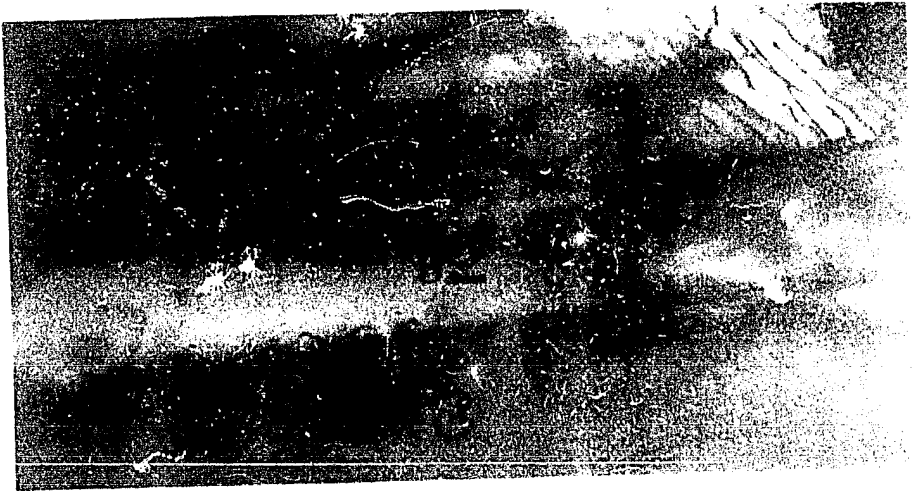


Figura 55. Muestra 14 (14,000x)



Figura 56. Muestra 15 (33,000x).

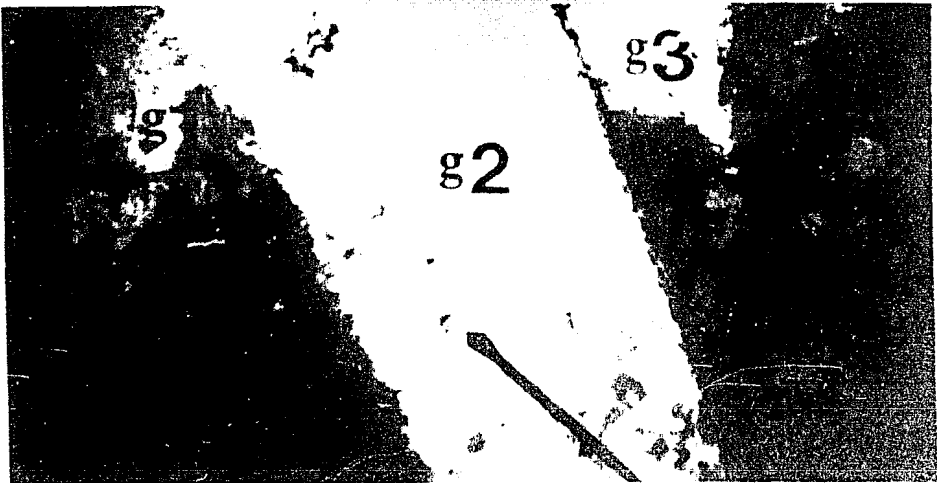


Figura 57. Muestra 16 (13,000x).

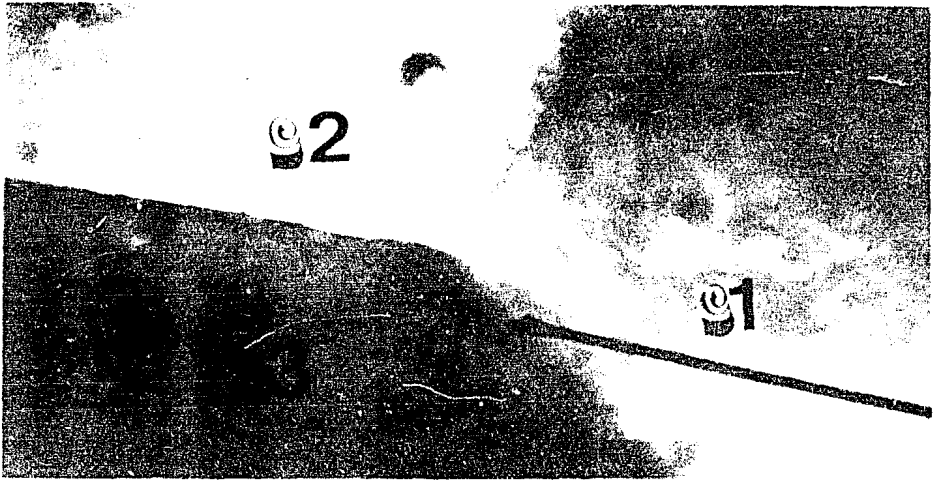


Figura 58. Muestra 17 (50,000x).

TABLA III

M	F	$\theta / \langle hkl \rangle$	C	D	H	OBSERVACIONES
1	1	$115^\circ / \langle 011 \rangle$	NO		SI CERCA	R y MS
	2	$111^\circ / \langle 011 \rangle$	SI	3	SI NO	R y MS
2	3	$77^\circ / \langle 171 \rangle$	NO		SI NO	R y MS
	4	$63^\circ / \langle 100 \rangle$	SI	17a	SI NO	P y MS
	5	$46^\circ / \langle 112 \rangle$	NO		SI NO	R
3	6	$116^\circ / \langle 012 \rangle$	NO		NO NO	M.S. Recta
	7	$75^\circ / \langle 011 \rangle$	NO		NO NO	M.S. Recta
4	8	$51^\circ / \langle 011 \rangle$	SI	11	SI Cerca	R y MS
5	9 <sub>..</sub>	$18^\circ / \langle 012 \rangle$	NO		SI Cerca	R y Recta
	10	$22^\circ / \langle 111 \rangle$	NO		NO NO	Recta
6	11	$24^\circ / \langle 120 \rangle$	NO		SI NO	Recta
	12	$37^\circ / \langle 110 \rangle$	SI	9	SI NO	R
7	13	$55^\circ / \langle 001 \rangle$	SI	5	SI EnF	R
8	14	$16^\circ / \langle 011 \rangle$	NO		NO NO	R y Recta
9	15	$77^\circ / \langle 011 \rangle$	NO		SI NO	P y MS
	16	$81^\circ / \langle 010 \rangle$	NO		NO NO	
10	17	$5^\circ / \langle 001 \rangle$	NO		SI NO	Bajo ángulo
	18	$107^\circ / \langle 110 \rangle$	SI	3	NO NO	Recta y R
11	19	$74^\circ / \langle 101 \rangle$	NO		NO NO	M.S.
12	20	$66^\circ / \langle 111 \rangle$	NO		SI Cerca	R y Recta
	21	$88^\circ / \langle 101 \rangle$	SI	17b	SI NO	M.S.
13	22	$7^\circ / \langle 101 \rangle$	NO		NO NO	M.S.
	23	$93^\circ / \langle 101 \rangle$	SI	17b	SI NO	
	24	$48^\circ / \langle 011 \rangle$	SI	11	SI EnF	R y Recta
14	25	$50^\circ / \langle 011 \rangle$	SI	11	SI NO	R y Recta
	26	$92^\circ / \langle 122 \rangle$	SI	9	SI NO	R y Recta
15	27	$92^\circ / \langle 122 \rangle$	SI	9	SI NO	R y Recta
	28	$90^\circ / \langle 011 \rangle$	SI	17b	SI NO	R y Recta
16	29	$178^\circ / \langle 011 \rangle$	NO		SI NO	R y Recta
	30	$92^\circ / \langle 011 \rangle$	SI	17b	SI NO	R y Recta
	31	$55^\circ / \langle 011 \rangle$	SI	11	SI NO	P
17	32	$121^\circ / \langle 012 \rangle$	NO		NO NO	M.S.
	33	$61^\circ / \langle 001 \rangle$	SI	17a	SI Cerca	R y P.



## 4.2 DISCUSION

Podemos resumir los resultados de la sección anterior en el siguiente cuadro:

FRONTERAS	OBSERVACIONES
	RUGOSAS
COINCIDENCIA	PEQUEÑAS PROTUBERANCIAS
	DISLOCACIONES
	DISLOCACIONES { HOYOS
	{ RUGOSAS
NO COINCIDENCIA	{ PEQUEÑAS PROTUBERANCIAS
	{ NO RUGOSAS (LISAS)
	NO DISLOCACIONES { PROTUBERANCIAS GRANDES
	{ ("RADIO DE CURVATURA "GRANDE Y LISAS)

El término de migración segmentada es usada para describir la migración de la frontera de grano que toma lugar en regiones localizadas de la frontera produciendo protuberancias en ésta. El término rugosidad se usa para referirse a desviaciones microscópicas de la línea recta que presenta la frontera de grano y está asociado a la presencia de dislocaciones de frontera.

Un modelo dinámico de la frontera de grano que explica los resultados obtenidos fué propuesto por el Dr. David Romeu en su tesis doctoral (1 y 2).

Este modelo está basado en el movimiento de dislocaciones en la frontera de grano, en la facilidad con la cual las dislocaciones cristalinas pueden entrar a la frontera y en la interacción entre dislocaciones y dislocaciones con obstáculos presentes en ella.

Una dislocación cristalina se mueve dentro de la red cuando aplicamos un esfuerzo o por activación térmica (ascenso o descenso). En un material policristalino, cuando la dislocación llega a encontrarse con una frontera de grano es frenada ya que del otro lado de la frontera la orientación cristalina es distinta y experimenta una fuerza de resulsión. Si continuamos aplicando el esfuerzo, la microscopía electrónica de transmisión ha mostrado que, las dislocaciones entran a la frontera.

Al entrar en la frontera, la dislocación cristalina puede disociarse en un número de dislocaciones parciales con vectores de Burgers en general no cristalinos.

Si la frontera de grano carece de estructura periódica la dislocación se disociará en un gran número de parciales con vectores de desplazamiento muy pequeños que no pueden ser resueltos. En este caso se dice que la dislocación se disuelve en la frontera.

En caso contrario, si la frontera tiene estructura en alguna medida, la dislocación no se disocia o lo hace con vectores de desplazamiento grandes.

En general, una dislocación en la frontera tendrá su vector de Burgers no paralelo al plano de la misma, y

por lo tanto habrá una componente no cero paralela al plano frontera y otro componente perpendicular. Al moverse las dislocaciones en la frontera como proeucto del esfuerzo aplicado, la componente paralela producirá el deslizamiento relativo de los granos que componen la frontera (esto se muestra en la fig. 59 en D) y la componente normal producirá migración de la misma (fig. 38 en M). Se sigue de aquí que la cantidad de migración es proporcional a la cantidad de deslizamiento.

Al principio de la prueba de termofluencia, la entrada de dislocaciones cristalinas a la frontera, la disociación de estas en parciales y el movimiento en la frontera es relativamente fácil. Al ir avanzando la prueba, las interacciones entre dislocaciones de frontera crean obstáculos que hacen que las dislocaciones se apilen en contra de ellas. Esto impide el movimiento y disociación de más dislocaciones en la frontera. La entrada de dislocaciones cristalinas se inhibe por el esfuerzo que generan las dislocaciones (fig. 32) y en consecuencia, la migración y deslizamiento son cada vez menores hasta llegar a detenerse del todo.

El proceso sólo continua cuando la frontera se deshace de los obstáculos mediante migración. Cuando esto sucede, la frontera migra violentamente en la zona del obstáculo bajo el efecto del esfuerzo producido por las dislocaciones cristalinas y de frontera apiladas en ésta.

Cuando el obstáculo ha sido removido, las dislocaciones apiladas pueden pasar entonces libremente produciendo migración y deslizamiento dando lugar a la rugosidad observada en las fronteras que tienen dislocaciones.

Como el vector de Burgers de las dislocaciones de frontera es, en general, no paralelo al plano de la misma, su movimiento es no conservativo, de tal suerte que en el proceso se generan vacancias. Si la razón de generación de vacancias no es demasiado rápido, el cristal las disuelve manteniendo la concentración de éstas en equilibrio a la temperatura de la prueba.

En aquellas fronteras que sean de coincidencia (tabla I) (entre cero y cinco grados de la orientación exacta) la densidad de dislocaciones es grande y, por ende, también lo es, la densidad de obstáculos. Por esta razón, estas fronteras no se deslizan o migran apreciablemente en este tipo de prueba y la generación de vacancias es limitada.

Por otra parte, en aquellas fronteras que sin ser de coincidencia tienen la suficiente estructura para sostener dislocaciones se observa un efecto más dramático que conduce a la formación de cavidades. En este caso, la distribución de obstáculos es menos densa y más errática que en el caso de fronteras de coincidencia. En estas condiciones, si un obstáculo se encuentra relativamente aislado, cuando este se remueve por el proceso indicado anteriormente, la cantidad de dislocaciones que fluyen por esta zona

es grande pues no existe obstáculo próximo que impida su movimiento. Como el coeficiente de difusión en la frontera de grano es mayor que en el cristal, se generan vacancias a una velocidad mayor de la que el cristal se deshace de ellas y acaban coalesciendo formando una cavidad en el grano opuesto al que migra. Esto da lugar a cavidades en los granos adyacentes a la frontera en las zonas que muestran protuberancias.

La figura 60 muestra "el nacimiento" de un hoyo en V y en la figura 61 tenemos un hoyo en H cerca de la frontera y el "nacimiento" de otro en V.

Finalmente tenemos el caso de aquellas fronteras que no presentan dislocaciones. En estas fronteras las dislocaciones cristalinas penetran con facilidad a la frontera y se disocian totalmente en ellas generando migración y deslizamiento. La figura 54 muestra este hecho: en ella puede verse que las fronteras G1, G2 y G3 se han desplazado hacia el interior del grano G2 precisamente en las regiones adyacentes a zonas cristalinas con alta densidad de dislocaciones.

En las figuras 62 y 63 se observan fronteras de grano de experimentos donde las muestras fueron sometidas a tensión pero tomadas con diferentes técnicas, y en diferentes metales, indicando la repetitividad del fenómeno.

Es necesario demostrar que los hoyos observados adyacentes a las fronteras de grano tienen su origen en el proceso de cavitación antes descrito y no son debidos a un

proceso de erosión local durante el tratamiento de electropulido.

Es posible diferenciar entre un hoyo que es producido durante el electropulido y uno proveniente de una cavidad a partir del contraste que presentan.

Los hoyos de cavitación se presentan como "tuneles" que nos comunican la superficie superior con la superficie inferior. El "tunel" se produjo porque ya existía una "burbuja" en el interior del cristal, de modo que al encontrarla el electropulido retiró la parte superior e inferior de ella presentando el contraste de la figura 64a al observarla en el microscopio. Este contraste se observó en los hoyos cercanos a las fronteras de grano (fig. 65).

Un hoyo producido por electropulido terminará con una forma de cuña a las orillas, presentando el contraste de la figura 64b. Este contraste se observó en el microscopio (fig. 66) lo que nos permitió diferenciarlos de un hoyo de cavitación.



Figura 59. Micrografía tomada con el S.E.M. Bicristal de Al después de 20% de deformación por termofluencia. Cortesía de David Romeu (1 y 2). (2,000x).



Figura 60. Micrografía tomada con el S.E.M. Bicristal de Al después de 5% de deformación por termofluencia. Cortesía de David Romeu (1 y 2). (2,000x).



Figura 61. Micrografía tomada con el S.E.M. Bicristal de Al después de 15% de deformación por termofluencia. Cortesía de David Romeu (1 y 2). (2,000x).





Figura 63. Micrografía tomada con el S.E.M. Bicristal de  
Al después de deformarlo 20% por termofluencia.  
Cortesía de David Romeu (1,000x). (1 y 2).

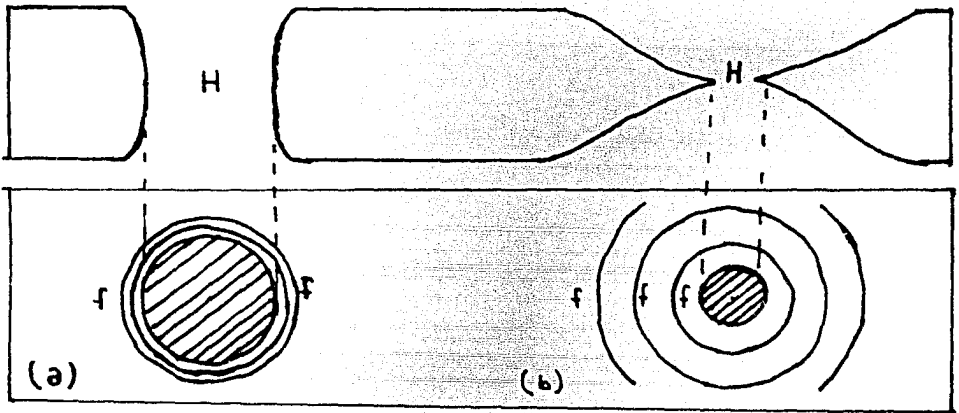


Figura 64. (a) hoyo de cavitación, (b) hoyo de electropulido.  
H = hoyo, f = franjas de espesor.



Figura 65. Hoyo producido por cavitación

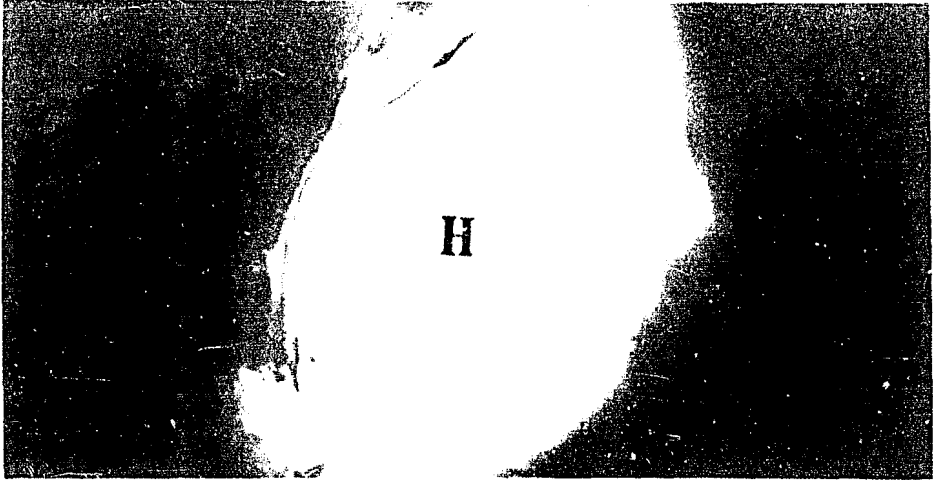


Figura 66. Hoyo producido por electropulido.

### 4.3 CONCLUSION

Se estudiaron 34 fronteras de grano, 16 de las cuales resultaron ser de coincidencia (41%). Las fronteras de coincidencia presentan dislocaciones en la frontera de grano lo cual muestra que tienen estructura periódica, no presentan hoyos en/o cerca de la frontera de grano.

Todas las fronteras de coincidencia son rugosas y presentan protuberancias, lo que indican que estaban migrando en forma segmentada durante el proceso de termofluencia.

Las fronteras que presentan hoyos son también rugosas y presentan protuberancias. Sin embargo no son de coincidencia.

Las fronteras de grano de no coincidencia pueden o no presentar dislocaciones de frontera de grano. Las que no tienen dislocaciones de frontera se caracterizan por presentar grandes protuberancias indicando una alta velocidad de migración en zonas localizadas.

Finalmente, en este trabajo se demuestra que el fenómeno de cavitación puede deberse a un fenómeno intrínsecamente diferente al reconocido hasta ahora. De acuerdo al modelo sugerido, las cavidades observadas en la frontera de grano pueden aparecer como una burbuja, no en la frontera de grano sino más bien en una zona adyacente a ésta, en uno de los cristales componentes.

La escasa resolución del microscopio óptico generalmente usado en observación de cavidades puede ser la causa de que hasta ahora este mecanismo no haya sido detectado.

Claramente mayor investigación se requiere en este punto.

```

1000000 1 SERVICIO CONSULTIVO TECNICO, S.A. - BOGOTÁ - COLOMBIA - 11-11-1980
1000000 2 1000000 1000000 1000000 1000000 1000000 1000000 1000000 1000000 1000000
1000000 3 DOUBLE PRECISION A(3,3),B(3,3),C(3,3),D(3,3),E(3,3),F(3,3),G(3,3),H(3,3)
1000000 4 DIMENSION A(3,3),B(3,3),C(3,3),D(3,3),E(3,3),F(3,3),G(3,3),H(3,3)
1000000 5 DIMENSION MAT(3,3),R1(3,3),R2(3,3),R3(3,3),R4(3,3)
1000000 6 DIMENSION T(1,3)
1000000 7 DO 10 I=1,3
1000000 8 READ(1,7)(A1(I,J),J=1,3)
1000000 9 CONTINUE
1000000 10 DO 11 I=1,3
1000000 11 READ(1,7)(A2(I,J),J=1,3)
1000000 12 CONTINUE
1000000 13 DO 12 I=1,3
1000000 14 READ(1,7)(B1(I,J),J=1,3)
1000000 15 CONTINUE
1000000 16 DO 13 I=1,3
1000000 17 READ(1,7)(B2(I,J),J=1,3)
1000000 18 .PAGE.
1000000 19 CONTINUE
1000000 20 DO 20 I=1,3
1000000 21 DO 20 J=1,3
1000000 22 MAT(I,J)=A1(I,J)
1000000 23 CONTINUE
1000000 24 CALL INVER(MAT)
1000000 25 DO 21 I=1,3
1000000 26 DO 21 J=1,3
1000000 27 A1(I,J)=MAT(I,J)
1000000 28 CONTINUE
1000000 29 DO 22 I=1,3
1000000 30 DO 22 J=1,3
1000000 31 MAT(I,J)=B2(I,J)
1000000 32 CONTINUE
1000000 33 CALL INVER(MAT)
1000000 34 DO 23 I=1,3
1000000 35 DO 23 J=1,3
1000000 36 B2(I,J)=MAT(I,J)
1000000 37 CONTINUE
1000000 38 DO 40 I=1,3
1000000 39 DO 40 J=1,3
1000000 40 M1(I,J)=B1(I,J)
1000000 41 M2(I,J)=A1(I,J)
1000000 42 CONTINUE
1000000 43 CALL MULT(M1,M2,R1)
1000000 44 DO 42 I=1,3
1000000 45 DO 42 J=1,3
1000000 46 R(I,J)=R1(I,J)
1000000 47 M1(I,J)=A2(I,J)
1000000 48 M2(I,J)=B2(I,J)
1000000 49 CONTINUE
1000000 50 CALL MULT(M1,M2,R1)
1000000 51 DO 45 I=1,3
1000000 52 DO 45 J=1,3
1000000 53 M1(I,J)=R1(I,J)
1000000 54 M2(I,J)=R(I,J)
1000000 55 CONTINUE
1000000 56 CALL MULT(M1,M2,R1)
1000000 57 DO 46 I=1,3
1000000 58 DO 46 J=1,3

```

Programador: Victor Castaño

```

.PAGE.
5800
5900      46  R(I,J)=R1(I,J)
          CONTINUE
6000      N1(1,1)=R(1,1)-1
6100      N1(1,2)=R(1,2)
6200      N1(1,3)=R(1,3)
6300      N2(1,1)=R(2,1)
6400      N2(1,2)=R(2,2)-1
6500      N2(1,3)=R(2,3)
6600      N3(1,1)=R(3,1)
6700      N3(1,2)=R(3,2)
6800      N3(1,3)=R(3,3)-1
6900      100  VT(1,1)=N1(1,2)*N2(1,3)-N1(1,3)*N2(1,2)
7000      VT(1,2)=N1(1,3)*N2(1,1)-N1(1,1)*N2(1,3)
7100      VT(1,3)=N1(1,1)*N2(1,2)-N1(1,2)*N2(1,1)
7200      102  WRITE(6,200)
7300      200  FORMAT(10X,'EL EJE DE ROTACION ES : ',F3.2,F3.2,F3.2)
7400      WRITE(6,/)VT(1,1),VT(1,2),VT(1,3)
7500      F=F+1
7600      IF(F.EQ.3)GO TO 86
7700      IF(F.EQ.2) GO TO 34
.PAGE.
7914      DO 5 I=1,3
7915      T(1,I)=N2(1,I)
7916      N2(1,I)=N3(1,I)
7917      5    CONTINUE
7918      GO TO 100
7920      34  DO 6 I=1,3
7921      N1(1,I)=T(1,I)
7922      N2(1,I)=N3(1,I)
7923      6    CONTINUE
7924      GO TO 100
8000      86  TETA=R(1,1)+R(2,2)+R(3,3)-1
8010      TETA=TETA/2
8020      TETA=ARCOS(TETA)
8021      TETA=TETA/3.14159268*180
8100      WRITE(6,300)
8200      300  FORMAT(10X,'EL ANGULO DE ROTACION, EN GRADOS, ES :')
8210      WRITE(6,/)TETA
8300      STOP
8400      END
8500      SUBROUTINE INVER(MAT)

```

```

PAGE.
7510      DOUBLE PRECISION M(1,3)
7520      DIMENSION MAT(3,3),ACC(3,3)
7530      DET=MAT(1,1)*MAT(2,2)*MAT(3,3)-MAT(2,1)*MAT(3,2)*MAT(1,3)-
7540      MAT(1,2)*MAT(3,1)*MAT(2,3)-MAT(1,3)*MAT(2,2)*MAT(3,1)
7550      DET=DET+MAT(1,3)*MAT(2,1)*MAT(3,2)-MAT(1,2)*MAT(3,1)*MAT(2,3)
7560      ACC(1,1)=MAT(2,2)*MAT(3,2)-MAT(2,3)*MAT(3,2)
7570      ACC(1,2)=MAT(1,3)*MAT(3,2)-MAT(1,2)*MAT(3,3)
7580      ACC(1,3)=MAT(1,2)*MAT(2,3)-MAT(2,2)*MAT(1,3)
7590      ACC(2,1)=MAT(2,3)*MAT(3,1)-MAT(2,1)*MAT(3,3)
7600      ACC(2,2)=MAT(1,1)*MAT(3,3)-MAT(1,3)*MAT(3,1)
7610      ACC(2,3)=MAT(1,3)*MAT(2,1)-MAT(1,1)*MAT(2,3)
7620      ACC(3,1)=MAT(2,1)*MAT(3,2)-MAT(2,2)*MAT(3,1)
7630      ACC(3,2)=MAT(1,2)*MAT(3,1)-MAT(1,1)*MAT(3,2)
7640      ACC(3,3)=MAT(1,1)*MAT(2,2)-MAT(1,2)*MAT(2,1)
7650      DO 33 I=1,3
10000         DO 33 J=1,3
10100            MAT(I,J)=A(I,J)/DET
10200      33  CONTINUE
10300      RETURN
10400      END
PAGE.
10500      SUBROUTINE MULT(M1,M2,R1)
10510      DOUBLE PRECISION M1,M2,R
10600      DIMENSION M1(3,3),M2(3,3),R1(3,3)
10700      DO 10 I=1,3
10800         DO 10 J=1,3
10900            R1(I,J)=M1(I,1)*M2(1,J)+M1(I,2)*M2(2,J)
10910            R1(I,J)=R1(I,J)+M1(I,3)*M2(3,J)
11000      10  CONTINUE
11100      RETURN
11200      END

```

\*  
 [REDACTED]  
 7.8.81.13 7624

EL EJE DE ROTACION ES :  
 -2.159277170842560402395660-12, 1.40280766472465460586147, 1.4028976-  
 EL EJE DE ROTACION ES :  
 -2.159277170842560402395660-12, -1.40280766471956066511552, -1.40289-  
 EL EJE DE ROTACION ES :  
 -5.26343226119562342904960-12, -2.389780661202977487633620-12, 2.389-  
 EL ANGULO DE ROTACION, EN GRADOS, ES :

115.056175754,  
 [REDACTED]

[REDACTED]  
 100 -1.1,1.1  
 200 -1.1,-1.1,1.  
 300 1.1,1.1.  
 400 -1.1,1.0  
 500 -1.1,-1.1,1.  
 600 1.1,1  
 700 -1.1,1,-1.11,0  
 800 .59,-1.32,0  
 900 0.0,1.41  
 1000 1.31,-.81,0  
 1100 1.1,1.53,0  
 1200 0.0,1.41



## REFERENCIAS

## CAPITULO I

1. M. Brillouin, Ann. Chem. Phys. 13, 77 (1898).
2. G. Quincke, Proc. Roy. Soc. A76, 431 (1905).
3. W. Rosenhain and D. Ewen, J. Inst. Metal 10, 125 (1913).
4. N. F. Mott, Proc. Roy. Soc. 60, 391 (1948).
5. T. S. Ke, J. Appl. Phys. 20, 274 (1949).
6. R. C. Gifkins, Mater. Sci. Engng. 2, 181 (1967).
7. W. L. Bragg, Proc. Roy. Soc. 52, 54 (1940).
8. J. M. Burgers, Proc. Roy. Soc. 52, 52 (1940).
9. W. T. Read and W. Shockley, Phys. Rev. 78, 275 (1950).
10. J. C. M. Li, J. Appl. Phys. 32, 525 (1961).
11. J. H. Van der Merwe, Proc. Phys. Soc. A63, 616 (1950).
12. C. G. Dunn, Annual AIME Meeting, S. Francisco, Febr. 10, 1959.
13. S. Ranganathan, Acta Cryst. 21, 197 (1966).
14. W. Bollmann, Phil. Mag. 16, 363 (1967); 16, 383 (1967).
15. F. C. Frank, Conf. Plastic Deformation of Cryst Solids, Mellon Inst., Pittsburgh 1950 (p. 150).
16. D. G. Brandon, B. Ralph, S. Ranganathan, and M. S. Wald, Acta Metall. 12, 813 (1964).
17. M. L. Kronberg and F.H. Wilson, Trans. AIME 185, 501 (1949).
18. D. G. Brandon, Acta Metall. 14, 1479 (1966).
19. T. Schober and W. Balluffi, Phil. Mag. 21, 109 (1970).
20. W. Bollmann, Phil. Mag. 16, 363 (1967).

21. J. Levi, Phys. Stat. Sol. 31, 193 (1969).
22. H. Gleiter, Acta Metall. 17, 565 (1969).
23. J. H. Westbrook, Metals Rev. 9, 415 (1964).
24. I. A. Grindin and Y. D. Starodubov, Soviet. Phys-Solid State 1, 1642 (1959).
25. G. Y. Chin, W. F. Hosford and W. A. Backofen, Trans. MSAIME 240, 437 (1954).
26. F. E. Hauser, P. R. Landon and J. E. Dorn, Trans. ASM 48, 986 (1956).
27. H. Gleiter, G. Bäro, and E. Horbogen, Acta Metall. 16, 1053 (1968).
28. A. Mascanzoni and G. Buzzichelli, 7e Congrès International de Microscopie Electronique, Grenoble 1970 (p.651).
29. Y. Ishida and M. H. Brown, Acta Metall. 15, 857 (1967).
30. M. McLean and H. Mykurs, Phil. Mag. 14, 1191 (1966).
31. G. A. Chadwick and D. A. Smith, "Grain Boundary Structure and Properties". Materials Science and Technology. Academic Press. 1976.
32. G. Friedel, "Lecons de Cristallographie", Paris (1926).
33. M. Weins, H. Gleiter, B. Chalmers and M. Ashby, Scripta Metall. 3, 60 (1969).

## CAPITULO II

1. P. B. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley, and M. J. Whelan "Electron Microscopy of Thin Crystals". Butterworths, London (1965).

2. D. K. Bowen and C. R. Hall. "Microscopy of Materials".  
MacMillan, London (1975).
3. J. W. Edington. "Practical Electron Microscopy in Materials Science". McMillan Philips Technical Library Edinoven (1976).
4. M. Cowley. "Diffraction Physics". North Holland Publishers Co. (1970).
5. Ch. Kittel. "Introduction to Solid State Physics".  
John Wiley and Sons, New York (1971).
6. R. A. Barrios Paredes. "Formación de Imágenes en el Microscopio Electrónico". UNAM, México (1982).
7. G. Thomas. "Transmission Electron Microscopy of Metals". Johns Wiley and Sons, Inc. (1964).
8. H. Yoshioka, J. Phys. Soc., Japan 12, 628 (1957).

### CAPITULO III

1. G. Thomas. "Transmission Electron Microscopy of Metals".  
John Wiley and Sons, Inc. (1964).
2. Hirsch, A. Howie, R. B. Nicholson, D. W. Pashley, N. J. Shelan. "Electron Microscopy of Thin Crystals".  
Butterworths, London (1965).
3. P. Chaudhari and J. W. Matthews, J. Appl. Phys. 42,  
3063 (1971).
4. M. Marcus y H. Minc. "Elementos de Algebra Lineal".  
Ed. Limusa, México (1978).

## CAPITULO IV

1. L. D. F. Romeu, Tesis Doctoral: "GBS and its relation internal structure". Dic. 1977.
2. L. D. F. Romeu and D. J. Dingley, Inst. of Phys. "Electron Microscopy and Analysis". Conference Series 52, 193 (1979).