

00347



# UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERIA DE MATERIALES  
INSTITUTO DE INVESTIGACIONES EN MATERIALES

ESTUDIO DE LA ESTRUCTURA DE LA FRONTERA  
DE GRANO EN ALUMINIO POR MICROSCOPIA DE  
LUZ, MET Y MEB CON DIFRACCION DE ELECTRONES  
RETRODISPERSADOS

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE:  
**MAESTRO EN CIENCIAS  
(CIENCIA DE MATERIALES)**

**P R E S E N T A :**

**RAFAEL VILLARRUTIA ARENAS**

DIRECTOR DE TESIS: DR. JOSE REYES GASGA

MEXICO, D. F.

JUNIO DEL 2004



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**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.

ESTA TESIS NO SALE  
DE LA BIBLIOTECA

## AGRADECIMIENTOS

Al Doctor José Reyes Gasga, por su invaluable dedicación y enseñanza. Por el tiempo que dedicó a esta tesis, por haberla dirigido, y por insistir y persistir en su realización.

A Pedro Mexía, Roberto Hernandez, del laboratorio 121 del IFUNAM, por el apoyo técnico en la preparación de muestras y en el uso del microscopio electrónico de transmisión.

A Carlos Flores del IIM UNAM, por el apoyo técnico en la preparación de las muestras y en el uso del microscopio electrónico de transmisión.

A Jesús Armando Lara del IFUNAM, por su apoyo en la preparación de muestras.

A Samuel Tehuacanero del IFUNAM, Hilda Esparza del CIMAV, por su apoyo en el microscopio de barrido y en la digitalización de imágenes.

Al Dr. David Dingley de los laboratorios TSL, por permitirnos utilizar su equipo de EBSD.

Al Instituto de Física de la U.N.A.M., por facilitarme... TODO.

Al Conacyt y Dgapa por el apoyo ofrecido en el proyecto In- 104902

Pedro, Robert, Carlos, Anita, Gaby, Ivette, Chus, por la ayuda, el apoyo, los consejos, y en general por el arte de la amistad.

Al Dr. David Romeu, por la primera oportunidad.

Muy especialmente a José Reyes Gasga, por creer en mí más que yo, por el apoyo, por sus enseñanzas, y sobre todo por la amistad que nos une.. siempre.

Autorizo a la Dirección General de Bibliotecas de la UNAM a difundir en formato electrónico e impreso el contenido de mi trabajo recepcional.

NOMBRE: Rafael Vilaurreta

Arenas

FECHA: 16/ Junio / 2004

FIRMA: [Firma]

## INDICE

RESUMEN	3
INTRODUCCIÓN	3
Definición e importancia de la frontera de grano	3
Medición y análisis de la frontera de grano	4
Difracción electrónica en el MEB y su uso en el estudio de la frontera de grano	6
Objetivo	7
Antecedentes	7
Sobre la presentación del presente trabajo de tesis	7
CAPÍTULO I	
TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE LA FRONTERA DE GRANO	9
I.1 Análisis Matemático de la Frontera de Grano	9
I.2 Técnicas experimentales para el estudio de la Frontera de Grano	13
CAPÍTULO II	
ALUMINIO, UN EJEMPLO DEL ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE LA FRONTERA DE GRANO	17
II.1 Procedimiento Experimental	17
CAPÍTULO III	
RESULTADOS	20
Microscopía de Luz	20
Microscopía Electrónica de Barrido	21

MEB, EBSD y estudio de textura	22
Microscopía de Transmisión	33

## CAPÍTULO IV

DISCUSIÓN	67
Sobre las técnicas comentadas en esta tesis	67
Sobre la estructura de la frontera de grano	68
Sobre el estudio experimental futuro de la frontera de grano	67
Conclusiones	71
BIBLIOGRAFÍA	72

## **RESUMEN**

En este trabajo se aplica la técnica de microscopía de orientación de imágenes (la cual se basa en el análisis de patrones de electrones retrodispersados EBSP) en muestras de aluminio, para obtener información cristalográfica de las fronteras de grano y los granos que la conforman que nos permita estudiar la geometría de la frontera de grano. Los resultados obtenidos con esta técnica nos ha permitido conocer el alcance que tiene, y se comparan con un estudio de frontera de grano realizado con MET. A partir de comparar los resultados obtenidos utilizando ambas técnicas, se puede ver el alcance y la ventaja que tiene el análisis de frontera de grano por OIM (en cuanto a rapidez y exactitud) sobre el análisis por MET. Sin embargo, se concluye que ambas técnicas son complementarias, ya que el estudio por MET nos permite analizar la estructura a nivel atómico.

## **INTRODUCCIÓN**

### **Definición e importancia de la frontera de grano**

La superficie donde dos cristales iguales (granos), pero de distinta orientación, se unen, constituye una frontera de grano (FG); así, una frontera de grano es una discontinuidad cristalográfica. El ancho de la frontera de grano es, en promedio, menor a dos diámetros atómicos. Sin embargo, las fronteras de grano están muy lejos de ser sólo superficies inertes que demarcan cambios de orientación. En otras palabras, las fronteras de grano son elementos estructurales activos en materiales cristalinos. Del reconocimiento de las fronteras

de grano como componentes estructurales se deduce que, en general, el comportamiento de los policristales depende tanto de las propiedades de los granos, como de las fronteras de grano.

El estudio de la frontera de grano requiere conocer el tipo de granos que la forman (su estructura y relaciones cristalográficas), la forma en que estos se unen en la frontera (la cristalografía del plano de la frontera que se forma), y su relación  $\theta/\langle hkl \rangle$ .

Recientemente se ha desarrollado una nueva técnica para el análisis cristalográfico de la estructura de los materiales en general, y del estudio de los granos en particular, y en este trabajo de tesis se ha aplicado esta técnica en el estudio de la geometría de la frontera de grano. La técnica es conocida como microscopía de imágenes orientacionales (OIM).

### **Medición y análisis de la geometría de la frontera de grano.**

El término “estructura de la frontera de grano” implica un conocimiento detallado de las posiciones atómicas en la frontera de grano, adicional a la descripción de los defectos estructurales, química, etc. Sin embargo, los estudios de la frontera de grano en policristales pueden ser considerados en términos de la geometría de toda la frontera, basados en las relaciones cristalográficas entre los granos, más que una descripción detallada de las posiciones atómicas en la interfase. Esta aproximación geométrica es justificable debido a que la relación cristalográfica entre los granos constituye la mayor parte de la estructura. Además, y este es un punto importante, si se generan cantidades estadísticamente significativas de datos, los

parámetros cristalográficos son experimentalmente más fáciles de obtener e interpretar que aquellos que requieren investigación a nivel atómico. Esto es particularmente cierto a la luz de las técnicas experimentales con las que contamos actualmente para hacer un análisis cristalográfico rápido; unas de estas técnicas son: la Difracción de Electrones Retrodispersados (EBSD) y la microscopía de imágenes orientacionales (OIM), en el microscopio de barrido electrónico (MEB). Otra es la difracción electrónica en MET.

Por lo tanto, en el presente trabajo de tesis nos proponemos presentar un análisis detallado de cómo una frontera de grano, en particular su geometría, puede ser estudiada a partir de las diferentes técnicas actuales, tales como el EBSD y el OIM.

La información requerida para el análisis y medición de la geometría de la frontera de grano es una combinación de datos cristalográficos y espaciales: necesitamos saber cómo se acoplan los granos en un policristal. Por lo tanto, los requerimientos mínimos de las técnicas de análisis de la frontera de grano son aquellos que sean capaces de dar información de difracción en regiones de áreas menores al tamaño de grano, y de presentar la estructura de éstas en imágenes.

Las investigaciones concernientes a la geometría de la FG fueron hechas hasta hace algunos años en el microscopio electrónico de transmisión (MET), pero usualmente se restringían a bicristales especialmente fabricados. Pocos experimentos fueron realizados con el objetivo de recoger cantidades significativas de información a partir de policristales debido a la ardua tarea que significaba la adquisición de los datos.

La técnica de análisis cristalográfico en el MEB, la cual se ha desarrollado durante la última década y está superando al SAC, es la Difracción de Electrones Retrodispersados (EBSD). Esta técnica tiene una resolución espacial de 200nm, y se aplica a muestras preparadas por técnicas simples de metalografía. Con ella se obtienen rápidamente una gran cantidad de datos para análisis.

### **Difracción electrónica en el MEB y su uso en el estudio de la frontera de grano.**

En esta tesis utilizamos EBSD y nos enfocaremos a su estudio y aplicación en la frontera de grano en aluminio.

La detección de la difracción EBSD fue desarrollada en la década de los 80's y es ahora una técnica importante para la medición de las orientaciones individuales, así como para la obtención de desorientaciones y otros parámetros de la frontera de grano. Debido a la importancia del EBSD en el contexto de la geometría de la frontera de grano, y a que sigue siendo una técnica relativamente nueva, incluimos en este trabajo de tesis una descripción general del EBSD y su operación.

Cuando el EBSD se complementa con otra nueva técnica, conocida como microscopía de imágenes orientacionales (OIM), se convierte para el MEB en una fuente rica en información para la descripción de la distribución espacial a escala submicrométrica. OIM es una técnica por medio de la cual se pueden mapear las características cristalográficas de una microestructura. Esta técnica utiliza el análisis de patrones de difracción EBSD para obtener datos cristalográficos

punto por punto sobre una sección de área selecta de la muestra. Las micrografías que se obtienen en el OIM nos permiten observar las regiones donde la orientación del cristal cambia abruptamente en más de  $1.5^\circ$ ; y, por ejemplo, nos ayuda a localizar las fronteras de grano de ángulo pequeño y grande.

## **OBJETIVO**

Nuestro objetivo es estudiar el alcance que tiene la técnica de OIM aplicada al problema de la geometría de la frontera de grano, así como las ventajas que tiene (hasta cierto punto) sobre las técnicas de análisis por MET.

No pretendemos afirmar que el OIM puede suplir al análisis por MET, pero sí queremos mostrar de qué forma y hasta qué punto son complementarias.

## **ANTECEDENTES**

El estudio de la frontera de grano es un campo sumamente complejo. Esta complejidad está muy bien reflejada en los trabajos de los Doctores: R. Pond, <sup>[1]</sup> David Romeu <sup>[2,3]</sup> y José Reyes Gasga. <sup>[4,5]</sup>. El Dr. David Romeu ha elaborado recientemente un modelo que trata de describir la frontera de grano desde un punto de vista de la geometría encontrada en los cuasicristales <sup>[6]</sup>. Ahora lo que se requiere es contar con una técnica o conjunto de técnicas, que permitan el estudio de la frontera de grano desde el punto de vista experimental, que produzca los elementos necesarios para apoyar o desaprobar este modelo. En este trabajo de tesis analizamos el uso de la técnica de OIM como

posible herramienta en la búsqueda de un desarrollo experimental para el estudio de la estructura de la frontera de grano.

### **Sobre la presentación del presente trabajo de tesis**

El presente trabajo escrito de la tesis se ha dividido en cuatro secciones. En la sección I se presenta el análisis matemático en el que se basa la técnica de OIM para calcular las texturas, orientaciones y desorientaciones, que sirven para calcular las parejas ángulo-eje para el análisis de la frontera de grano; con la idea de mostrar los conceptos en que se basa la técnica de OIM. También se presenta en esta sección los principios de la técnica de EBSD y de OIM. En la sección II se hace mención de la preparación de las muestras y de algunas de las características de las muestras. En la sección III se presentan los resultados que se obtuvieron al utilizar cada una de las técnicas de microscopía en el estudio de la frontera de grano. Por último, en la sección IV, se discuten las técnicas utilizadas y el futuro del estudio de la frontera de grano; después están las conclusiones y la bibliografía.

## TÉCNICAS DE ANÁLISIS DE LA FRONTERA DE GRANO

### I.1 ANÁLISIS MATEMÁTICOS DE LA FRONTERA DE GRANO

El OIM es una herramienta muy buena para encontrar las parejas eje-ángulo, las cuales son uno de los problemas centrales en el análisis de frontera de grano; esto lo hace el sistema por medio del cálculo de las matrices de rotación necesarias para calcular, tanto las texturas existentes en un policristal, como las relaciones de orientación entre los granos. Aquí presentamos el análisis en que se basa el sistema.

Partiendo de que la orientación de un cristal cúbico se define como la relación entre los ejes cristalinos (ortonormales) y los ejes de la muestra (ortonormales). Se representa matemáticamente por la rotación que realiza la muestra con respecto a los ejes cristalinos. Hay un número infinito de caminos para hacer coincidir 2 sistemas de coordenadas. Independientemente del camino utilizado, la rotación es matemáticamente formulada por la matriz de rotación  $g$ , la cual se define por:

$$r' = gr \quad \text{ec. 1}$$

donde  $r$  representa cualquier vector del sistema no rotado y  $r'$  es el vector correspondiente en el sistema rotado. Utilizando las bases de los dos sistemas para definir el vector  $r$  o  $r'$ , las columnas de la matriz  $g$  (3x3) corresponden a los cosenos direccionales de los vectores base del sistema rotado con respecto al sistema no rotado.

Existen tres métodos<sup>[7]</sup> para describir una relación de orientación (figura II.2):

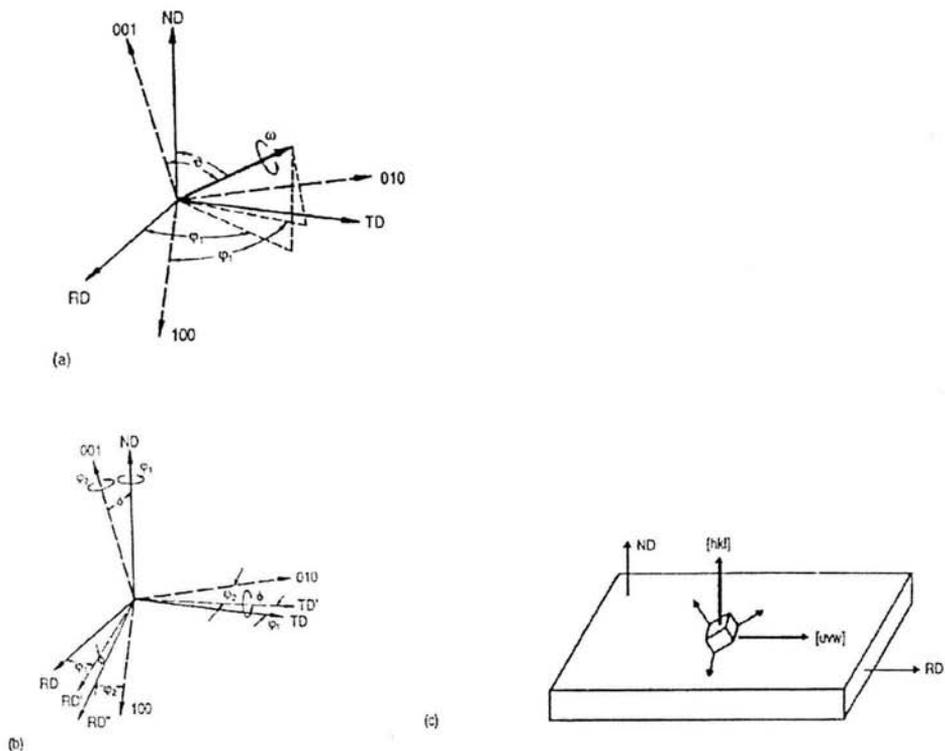


Figura II.2 Relación de orientación: (a) eje ángulo de rotación (b) ángulos de Euler. (c) Índices de Miller.<sup>[8]</sup>

- 1) Eje y ángulo de rotación:  $\omega$ [HKL] (figura II.2a). Es útil para describir la relación de orientación de la frontera de grano.
- 2) Los índices de Miller (figura II.2c)

3) Los ángulos de Euler (figura II.2b):  $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ . Es necesario para el cálculo y representación de texturas en términos de la función de distribución de orientación (ODF).

En un cristal cúbico existen 24 diferentes rotaciones  $S_i^c$  las cuales no cambian la posición de los puntos en la red [7]. Cada rotación  $g$  puede, por lo tanto, ser superimpuesta por cualquier combinación de  $S_i^c$  para dar una orientación equivalente de la red rotada. Cualquiera de las 24 diferentes orientaciones de un vector  $r_i$  en redes cúbicas, se obtiene por

$$r'_i = S_i^c g r_i \quad \text{ec. 2}$$

(  $i = 1, 2, 4$  ). La matriz de rotación es única, independientemente del camino por el cual se derive. Esta puede ser expresada en términos de los ángulos de Euler como se muestra a continuación:

$$g = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cos \varphi_2 - \text{sen} \varphi_1 \text{sen} \varphi_2 \cos \Phi & \text{sen} \varphi_1 \cos \varphi_2 + \cos \varphi_1 \text{sen} \varphi_2 \cos \Phi & \text{sen} \varphi_2 \text{sen} \Phi \\ -\cos \varphi_1 \text{sen} \varphi_2 - \text{sen} \varphi_1 \cos \varphi_2 \cos \Phi & -\text{sen} \varphi_1 \text{sen} \varphi_2 + \cos \varphi_2 \cos \varphi_1 \cos \Phi & \cos \varphi_2 \text{sen} \Phi \\ \text{sen} \varphi_1 \text{sen} \Phi & -\cos \varphi_1 \text{sen} \Phi & \cos \Phi \end{bmatrix}$$

ec.3

Y  $g$  en términos del eje y el ángulo de rotación  $g \{ \omega [a_1, a_2, a_3] \}$  es:

$$g = \begin{bmatrix} (1 - a_1^2) \cos \omega + a_1^2 & a_1 a_2 (1 - \cos \omega) + a_3 \text{sen} \omega & a_1 a_3 (1 - \cos \omega) - a_2 \text{sen} \omega \\ a_1 a_2 (1 - \cos \omega) - a_3 \text{sen} \omega & (1 - a_2^2) \cos \omega + a_2^2 & a_2 a_3 (1 - \cos \omega) - a_1 \text{sen} \omega \\ a_1 a_3 (1 - \cos \omega) + a_2 \text{sen} \omega & a_2 a_3 (1 - \cos \omega) - a_1 \text{sen} \omega & (1 - a_3^2) \cos \omega + a_3^2 \end{bmatrix}$$

ec. 4

Mientras que una orientación representa una rotación del sistema de coordenadas de una muestra con respecto al sistema de coordenadas de un cristal, una desorientación corresponde a la rotación que hace coincidir a dos orientaciones cristalinas. De ahí que una distribución de desorientación pueda ser representada, en principio, como una distribución de orientación.

El espacio comúnmente utilizado para representar una distribución de orientación es el espacio de Euler, ya que los ángulos de Euler pueden ser manejados como variables independientes de la función de distribución de orientación. A pesar de su uso estándar, el espacio de Euler tiene mayores desventajas debido a distorsiones, en particular en la rotación alrededor de la dirección z.

Una representación de desorientación más fácil de imaginar es la notación en términos del eje  $\mathbf{n}$  y ángulo de rotación  $\omega$ , la cual puede ser representada más convenientemente por el vector de Rodríguez <sup>[9]</sup>

$$\mathbf{R} = \mathbf{n} \tan (\omega/2) \quad \text{ec. 5}$$

En el espacio de Rodríguez el sistema de coordenadas del espacio coincide con el sistema de coordenadas del cristal, pero su celda unitaria es determinada por simetría cristalina. Cualquier desorientación puede ser representada por el vector de Rodríguez  $\mathbf{R}$ , el cual es paralelo al eje de rotación  $\mathbf{n}$  (el cual, por definición es común a ambas redes cristalinas) y la longitud del cual se determina por  $\tan (\omega/2)$ . Esta elección de vector resulta en una mínima distorsión de espacio de desorientación.

( $\omega/2$ ). Esta elección de vector resulta en una mínima distorsión de espacio de desorientación.

## **I.2 TÉCNICAS EXPERIMENTALES PARA EL ESTUDIO DE LA FG.**

### ***Imágenes de electrones secundarios y retrodispersados en el MEB.***

El haz de electrones produce múltiples interacciones elásticas de alto ángulo, y éstas son dispersadas hacia afuera de la muestra. Los electrones secundarios son producidos en toda el área de la interacción muestra-haz. Los electrones secundarios producidos contribuyen a la formación de la imagen de la superficie de la muestra. Los electrones retrodispersados producen una imagen menos sensible a las diferencias en la superficie topográfica que en el caso de los electrones secundarios, pero dependen fuertemente del número atómico de la muestra bajo observación. La imagen por electrones retrodispersados es una imagen “química”, y la imagen por electrones secundarios es una imagen de la superficie de la muestra.

### ***Difracción de electrones retrodispersados***

La difracción de electrones retrodispersados o “EBSD”, es una técnica que presenta los datos cristalográficos de una muestra. Las características esenciales del EBSD son su capacidad de difracción (para dar información cristalográfica) y su capacidad de formar imágenes en tiempo real con una resolución espacial de  $0.5\mu\text{m}$ , combinada con las capacidades regulares de un MEB. La técnica del

EBSD vino a revolucionar el análisis de textura, y ha generado toda una nueva área científica llamada “microtextura”, que es la conjunción del análisis de la microestructura con la cristalografía. Es esta capacidad del EBSD la que se utiliza para el análisis de la frontera de grano en policristales.

El patrón EBSP consiste en pares de líneas paralelas, las cuales se intersectan en varios puntos. Cada par de líneas, conocidas como “líneas de kikuchi”, representan un plano en el cristal, y el espaciamiento entre pares de líneas es inversamente proporcional al espaciamiento interplanar. Donde las líneas de Kikuchi se interceptan, representa una dirección cristalográfica.

El patrón tiene la simetría del sistema cristalino. El ángulo entre planos, el eje de zona específico y el parámetro de red del cristal, son factores utilizados para identificar las fases utilizando EBSD. Cuando la identidad de la fase es conocida, la orientación del patrón es equivalente a la orientación del cristal.

#### *Formación del patrón de EBSD*

Los patrones de difracción se forman cuando el haz electrónico, al interactuar con la muestra, provoca que los electrones viajen en todas direcciones. A algunos de estos electrones difractan cumpliendo la condición de Bragg (por ejemplo electrones fuertemente reflejados) en los planos de la red cristalina. La difracción de Bragg ocurre en 3 dimensiones, dando origen a conos de radiación. Cuando una pantalla (o detector) es colocada de tal manera que intersecte los conos, dos secciones cónicas son intersectadas, las cuales aparecen como un par

de líneas paralelas. Estas líneas son las líneas de kikuchi. La figura II.1 muestra los componentes del EBSD.

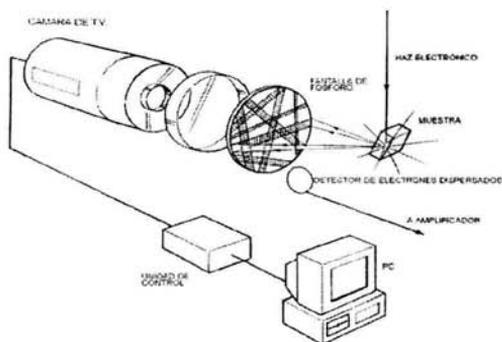


Figura II.1 Componentes de un sistema EBSD.

### **Análisis de la microtextura.**

Esta técnica utiliza los patrones de Kikuchi, se le adapta a un MEB, y consiste en un sistema de microscopía de imágenes orientacionales (OIM). La figura II.1 ilustra la configuración para obtener e indexar estos patrones de difracción: Un frente de electrones incide sobre una muestra que está inclinada  $70^\circ$  e impacta sobre una pantalla de fósforo, donde es capturada una imagen de difracción. Las imágenes son registradas por una cámara conectada a un monitor de televisión y a una computadora donde los patrones son analizados. La figura II.2a muestra un EBSP. La computadora analiza el EBSP e indexa automáticamente el patrón de difracción. Con el patrón indexado son calculados y almacenados los siguientes datos: tres ángulos que definen la orientación del cristal, las coordenadas (x,y) que dan la posición de donde los datos fueron obtenidos en la muestra, y el factor de calidad que define la intensidad del patrón de difracción. El índice de confiabilidad (IC), indica la exactitud de la indexación.

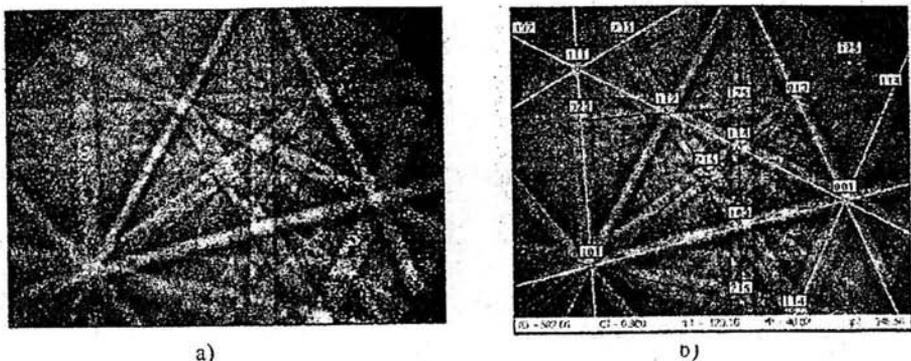


Figura II.2 Ilustración de los patrones de difracción a) EBSP, b) EBSP indexado.

Las bandas de difracción aparecen como puntos que son fácilmente detectables por el software.

Con las orientaciones obtenidas en cada barrido, es posible determinar algunas características de microestructura, tal como el parámetro sigma ( $\Sigma$ ), de coincidencia de la red. La figura II.3 representa un triángulo estereográfico donde los diferentes tonos muestran las posibles orientaciones (figura de polo).

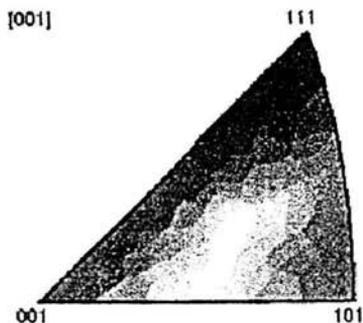


Figura II.3 Triángulo estereográfico, construido con los datos de EBSD.

## **II ALUMINIO, UN EJEMPLO DEL ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE LA FRONTERA DE GRANO**

### **II.1 Procedimiento Experimental**

Para este trabajo se utilizó un aluminio comercial al 99.9 % de pureza, el 0.1% restante es de silicio, magnesio, manganeso y cromo. El porcentaje de Si, Mg, Mn y Cr, es relativamente pequeño, y no se apreció la existencia de segregación alguna o algún otro tipo de influencia a la resolución manejada en los equipos de análisis utilizados en esta tesis. Este material resultó ideal para la preparación de muestras, ya que es un material muy maleable y de alta formabilidad, alta resistencia a la corrosión y gran conductividad térmica; además de su alta reflectividad a la luz y de no decoloración superficial. Todas éstas características son muy favorables para las técnicas de preparación de muestras para el MEB y el MET, utilizadas en este trabajo.

Una de las características más importantes de este aluminio es su maquinabilidad y su capacidad de trabajado; se puede fundir mediante cualquier método conocido, laminar a cualquier espesor deseado, estampado, enrolado, forjado y extruido a casi cualquier forma imaginable; lo cual fue de mucha utilidad para el trabajado en frío y los tratamientos térmicos que se dieron a la muestra.

El aluminio, en lámina, tenía un espesor de 330  $\mu\text{m}$ ; y lo que se pretendía era reducir al mínimo posible el tamaño de grano para poder observar el mayor número de fronteras, para lo cual se realizó la siguiente secuencia de tratamientos de la muestra:

1.- Se recoció la lámina a 550 °C durante 5 horas.

El recocido se hizo en un horno cilíndrico de aproximadamente 60 cm de alto, cuya temperatura se controló con una fuente de voltaje con ayuda de un termopar.

2.- Se deformó la lámina 30% (trabajo en frío).

La deformación se hizo en una laminadora de rodillos hasta llegar a un espesor de 200  $\mu\text{m}$ .

3.- Se obtuvieron las muestras para el microscopio (de 3mm de diámetro) con el sacabocados.

Aquí se metieron algunas dislocaciones más a la muestra pero estas están en las orillas, las cuales se removerán al volver a recocer.

4.- Se recoció nuevamente las muestras a 320 °C durante 30 minutos.

Este recocido es muy importante, ya que en las zonas de mayor concentración de esfuerzos, nuclearán nuevos granos. Se obtuvieron granos de tamaños entre 3 y 25  $\mu\text{m}$ , donde pudimos apreciar muchas fronteras.

Después de esto viene la preparación de las muestras para el microscopio electrónico tanto de transmisión como de barrido y óptico. Las muestras para el MEB y el microscopio óptico fueron (después del paso 4) pulidas con alúmina y un líquido para paño, hasta obtener un acabado espejo. Después se atacaron las muestras con ácido hidrofúrico (0.5% de ácido hidrofúrico y 99.5% de agua),<sup>[10]</sup> lavando la superficie de la muestra con acetona durante 15 segundos en el

ultrasonido y observándola con el microscopio de luz hasta que la estructura de los granos fue revelada.

Para el MEB y para el microscopio óptico no se necesita más que atacar la superficie pulida a espejo de la muestra con un ácido que revele las fronteras de grano. Para el caso del MET la preparación de muestras es un poco más elaborada y consiste en hacer una pequeñísima perforación en el centro de la muestra con el aparato de electropulido. Las muestras para MET fueron electropulidas con persulfato de amonio (10gr de persulfato de amonio y 90 ml de agua). El microscopio óptico utilizado en esta tesis fue un microscopio ZEISS. El MEB fue un microscopio JEOL 5600 y el microscopio MET fue un microscopio JEOL 100CX (ambos microscopios cuentan con el detector de rayos X característicos EDS). El detector EBSP utilizado fue de la marca TSL que se encuentra adaptado a un microscopio JEOL 5600 con filamento LaB6 en los laboratorios de la compañía TSL y el cual también contaba con el sistema OIM.

### III RESULTADOS

En esta sección se comentarán los resultados obtenidos al observar las muestras de aluminio con Microscopía de luz, MET y MEB con EBSD.

#### III.1 Microscopía de luz

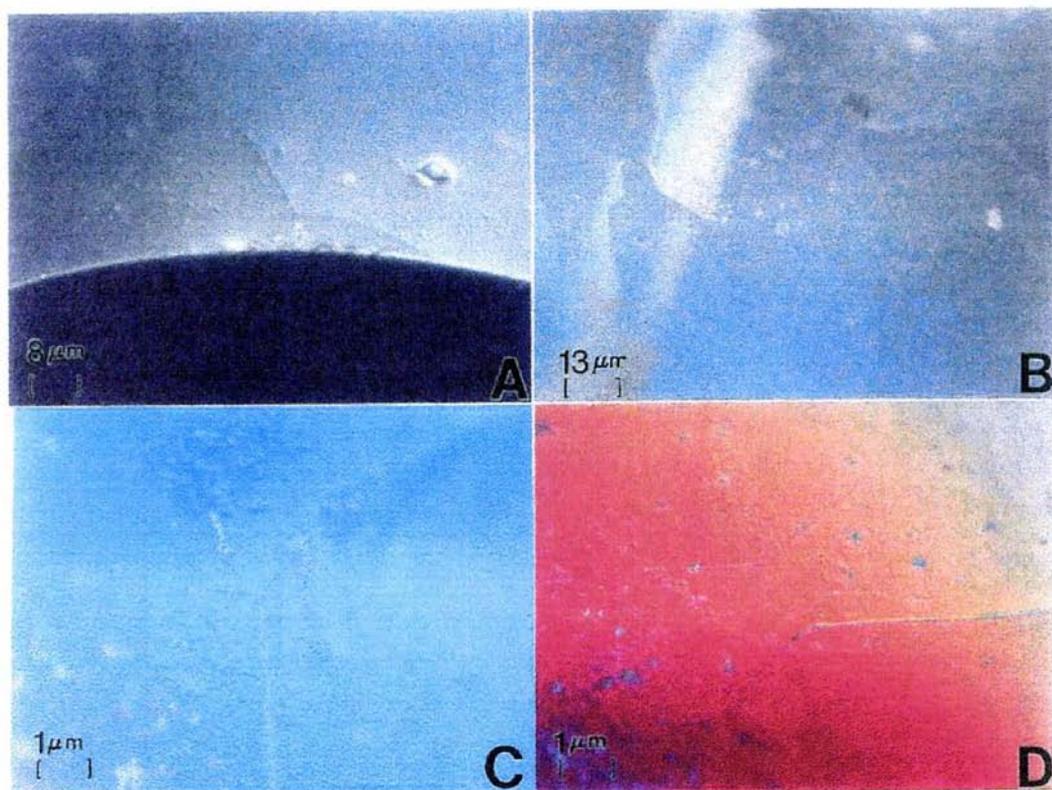
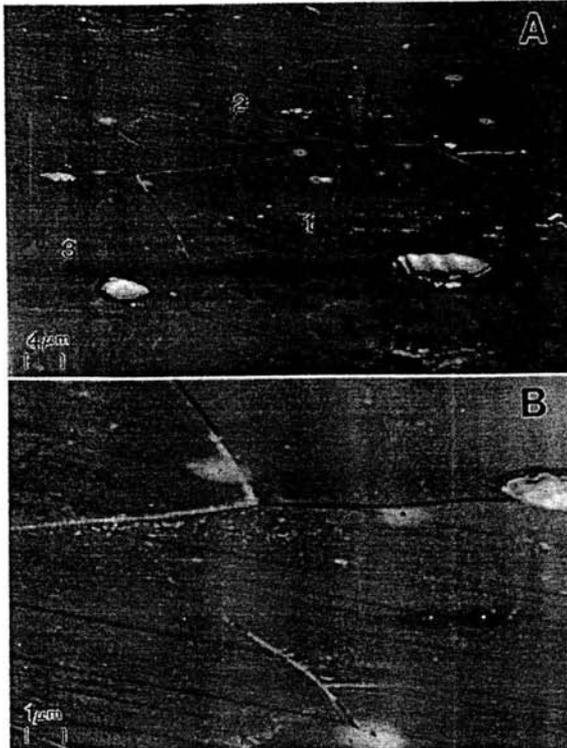


Figura III.1 Imágenes de microscopía de luz de una muestra de aluminio, atacada con ácido nítrico. A,B) Imágenes en campo oscuro. C,D) Imágenes en campo claro. Nótese el contraste presentado en cada caso por las fronteras de grano y los granos respectivos.

En la figura III.1 observamos las imágenes de microscopía de luz de un punto triple que forman las fronteras de grano (figura III.1c). Sin embargo, también observamos que en este tipo de imágenes la resolución que se maneja es muy limitada y la existencia de distintos tipos de contrastes los cuales no podríamos interpretarlos muy fácilmente. Por ejemplo, podríamos decir que los puntos que se ven en la figura IV.1 pueden ser provocados por una mala preparación de la muestra o por dislocaciones. Sin embargo la resolución de la fotografía y el modo de preparación de la imagen no nos permiten obtener inequívocamente ese tipo de información. Para eso tenemos que utilizar otro tipo de técnica de observación, tal que contenga mayor resolución, como lo es la MEB.

### **Microscopía electrónica de barrido.**

La resolución se puede mejorar si utilizamos un MEB, tal como se muestra en la figura III.2. Aquí ya vemos con mayores detalles lo que se presentaba en la figura III.1. Por ejemplo, vemos que los puntos que presenta la figura III.1 son en realidad orificios en la superficie de la muestra; por lo tanto podemos concluir que se picó la muestra durante su preparación. Podemos ver en la figura III.2 además del contraste de la frontera de grano, que hay un contraste adicional dentro de los granos, tal como se muestra la figura III.2b en la cual se observan líneas paralelas que probablemente revelan la existencia de maclas. Sin embargo seguimos teniendo problemas para la completa identificación de los contrastes, ahora con el MEB.



*Figura III.2 Imágenes de MEB, formada con electrones secundarios de una muestra de aluminio previamente deformada en frío. Nótese la presencia de maclas de deformación en varios de los granos (el conjunto de líneas paralelas).*

### **MEB, EBSD y estudio de Textura.**

Como se puede observar, la interpretación del plano de la frontera es algo realmente complejo si lo realizamos sólo con microscopía electrónica de barrido. Para un estudio mas eficiente debemos utilizar adicionalmente otro tipo de técnicas.

En la figura III.3 se muestran imágenes de microscopía óptica para una muestra de aluminio, en este caso es una muestra en la cual se pueden observar fácilmente los cambios de contraste presentados.

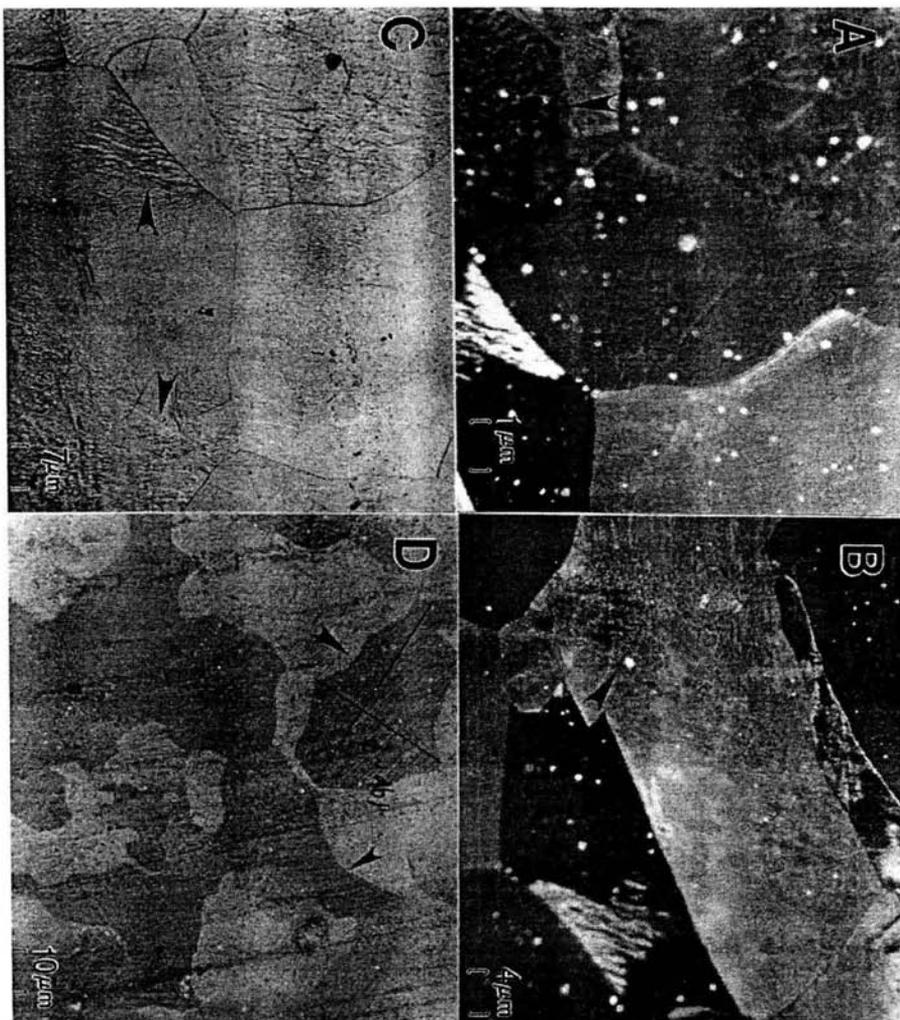


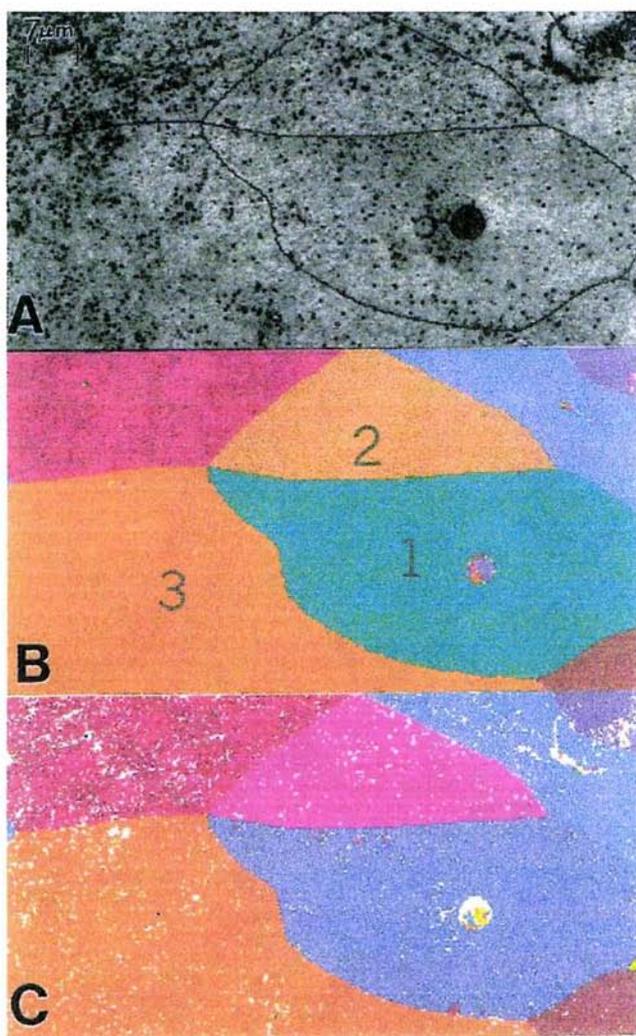
Figura III.3 Imágenes de microscopía de luz de una muestra de aluminio atacada con ácido nítrico. A,B,D) Imágenes con luz polarizada. C) Imágenes de campo claro. Las flechas indican la presencia de subgranos, cuyas características estructurales serán detalladas más adelante.

La figura III.3c es una imagen con luz reflejada normal en campo claro, mientras que el inciso (a) es con campo oscuro; el inciso (b), es con luz polarizada y así. Entonces podemos observar los diferentes tipos de contrastes que presentan cada uno de estos granos. Obsérvense las zonas indicadas por las flechas oscuras en las cuales se ve un tipo de contraste que no sabemos cómo interpretarlo a simple vista, pero vemos que es característico de la muestra. No podemos saber qué es lo que representa y por lo tanto tenemos que utilizar otra técnica. En este caso es la técnica de electrones retrodispersados.

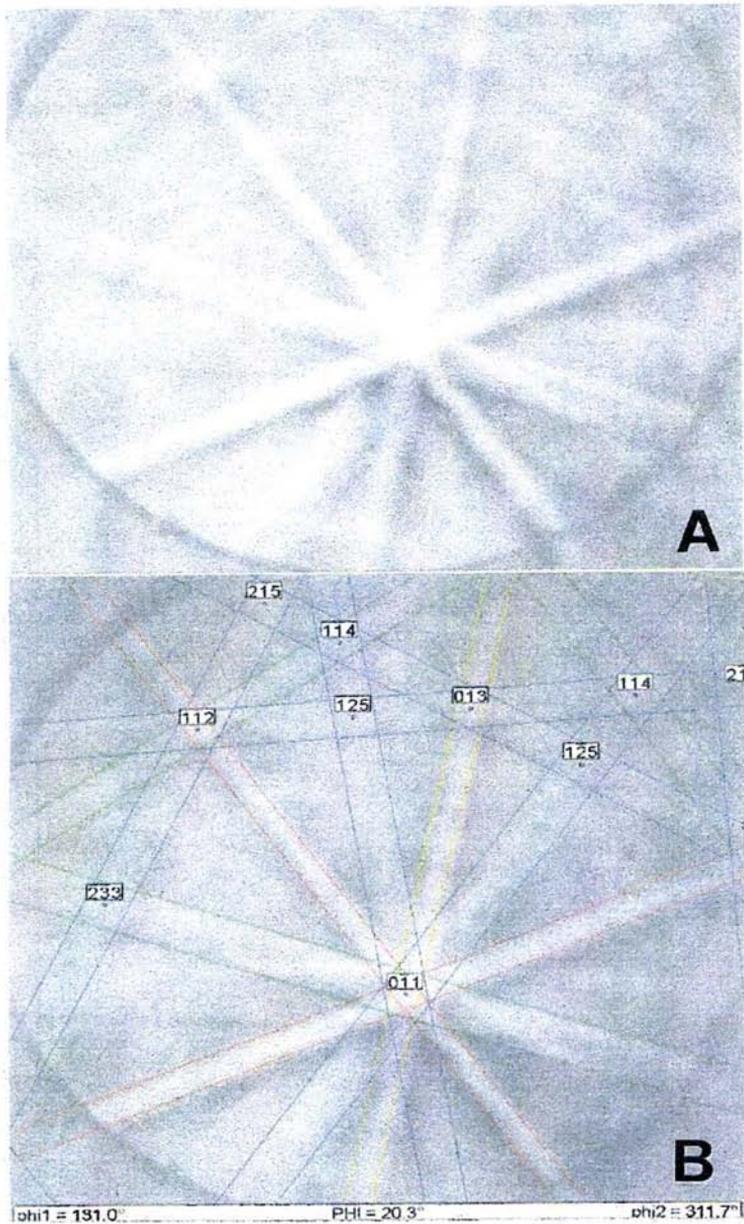
En la figura III.4 se observan imágenes de microscopía de imágenes de orientación (OIM), la cual tiene un detector de electrones retrodispersados que nos permite conocer en mayor detalle los tipos de fronteras de grano que se están presentando y los granos que se presentan. Por ejemplo, en la figura III.4b hay granos que podrían clasificarse de ángulo grande, los cuales son mostrados por diferentes colores. También presentan granos más pequeños o precipitados en la figura de la imagen de microscopía electrónica de barrido y que son resaltados en la figura III.4c. Estos resultaron ser hoyos de ataque que se formaron durante el proceso de preparación de la muestra.

Una cosa importante de esta técnica es que se puede obtener el patrón de difracción de cada uno de los granos de forma inmediata, y eso se muestra en las figuras III.5 y III.6 donde se muestra el patrón de difracción de electrones retrodispersados para uno de los granos que se presentan en la figura III.4. Se puede notar que en la figura III.5, el grano se encuentra orientado en la dirección [011] mientras que en la figura III.6 el grano se encuentra en la dirección [112]. Entonces, de forma muy rápida y sencilla se obtienen estos patrones y el mismo

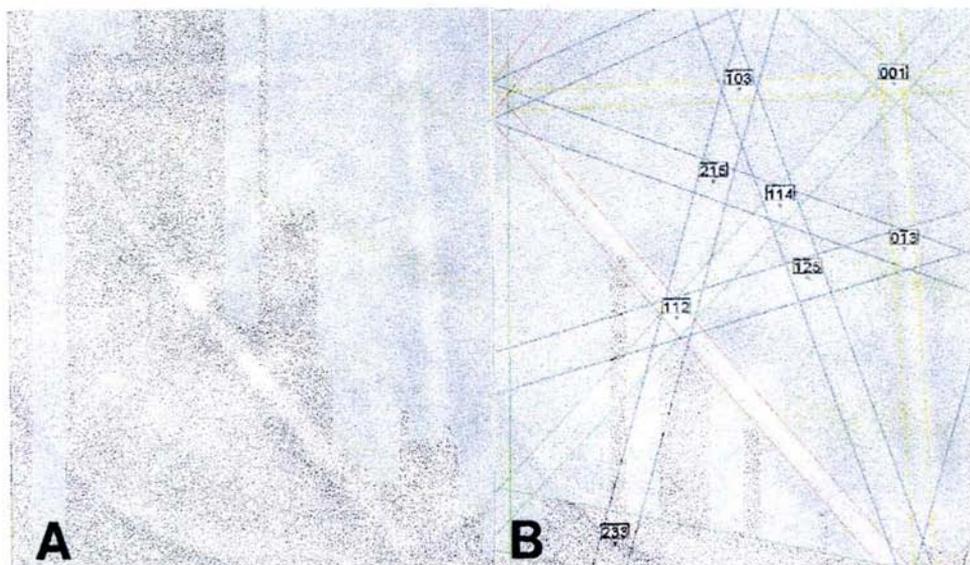
software del equipo lo indexa inmediatamente. Como se conocen los parámetros cristalográficos del aluminio, no hay ningún problema en la indexación.



*Figura III.4 A) Imagen de MEB con electrones secundarios. B) OIM. Esta es una imagen típica de "procesamiento de información de orientación". C) OIM a mayor resolución de detección donde se muestran granos de diferentes colores y diferentes orientaciones.*



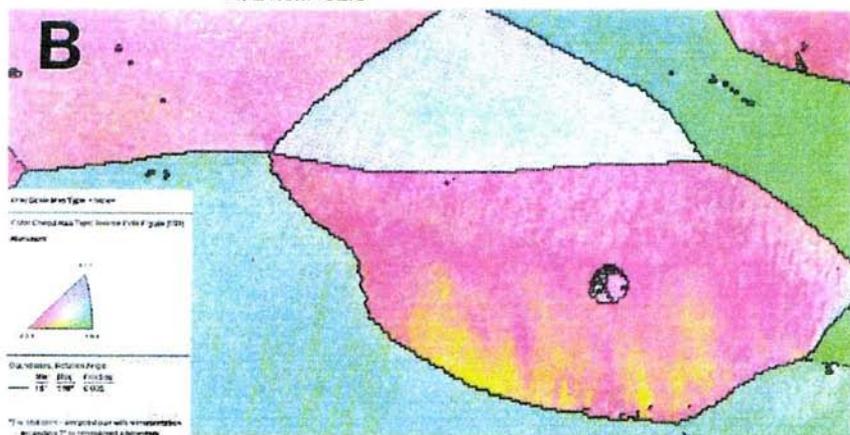
*Figura III.5 EBSP del grano 1 mostrado en la figura IV.4. B) Indexación del patrón mostrado en (A): éste corresponde al eje de zona [011]. Nótese la nitidez que presenta este patrón.*



**Figura III.6** A) EBSP del grano 3 mostrado en la figura III.4. B) Indexación del patrón mostrado en (A): éste corresponde al eje de zona  $[112]$ .



Boundary levels: 1° 5° 10°  
IQ 21.3...182.3

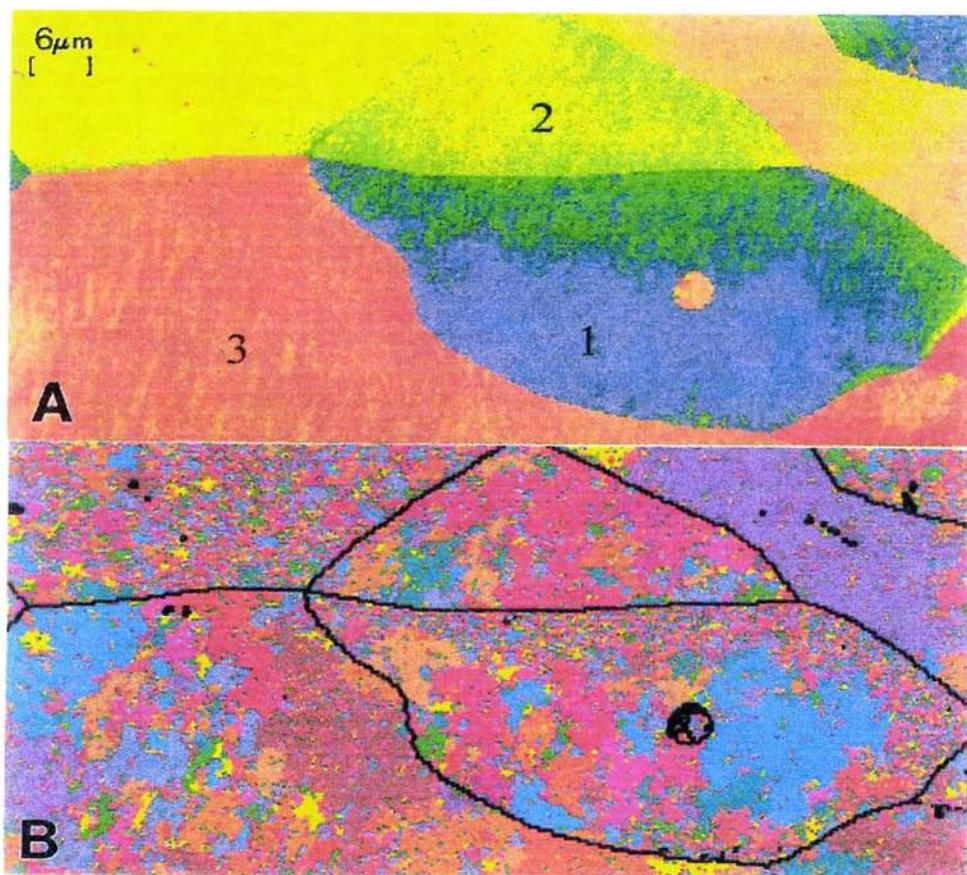


Boundary levels: 15°  
IPF [001]

*Figura III.7 La subestructura interna de los granos es revelada por los pequeños granos de diferente color, los cuales muestran fronteras de ángulo pequeño. Las fronteras negras son fronteras de ángulos mayores a 215°. Nótese las áreas con fronteras menores a 5°.*

Nótese que la figura III.5 muestra la dirección [011], en este caso, la frontera de grano formada por los granos 1 y 2 tiene una orientación

relativamente baja entre uno y otro grano, mientras que es diferente al grano 3.



*Figura III.8 Imagen de OIM mostrando los subgranos que conforman la muestra. El subgrano, en este caso, se define como una región donde la orientación de píxel a píxel, varía en menos de 1.5°.*

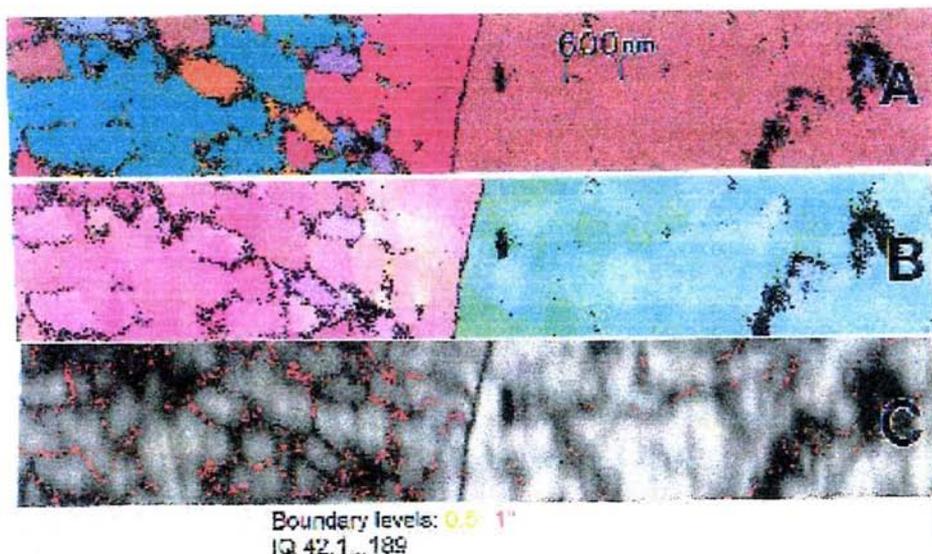
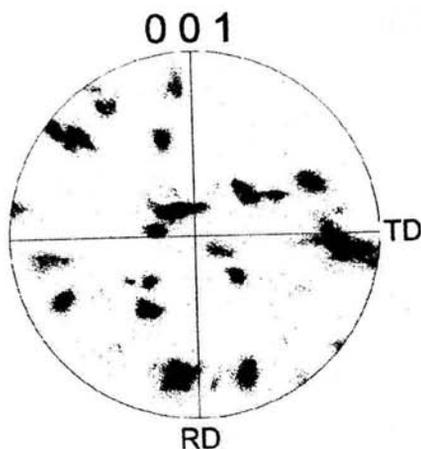


Figura III.9 A) Imagen ampliada de OIM que muestra algunos de los subgranos observados en el grano 1 con fronteras de  $1^\circ$ . B) Imagen con mayor resolución. C) Imagen de mayor resolución, con fronteras menores a  $0.5^\circ$

Las relaciones de orientación que forman los granos se pueden conocer a través del estudio de los patrones de electrones retrodispersados, tal y como se observa en la figura III.7. En esta figura se observa la figura de polo en la cual los colores representan diferentes direcciones (un triángulo en la dirección  $[101]$  y  $[111]$ ). Estos colores forman un código que nos ayuda a clasificar más fácilmente el tipo de granos, y su orientación relativa dentro de un rango de orientación dado. Vemos que las imágenes con color rosa por ejemplo, se encuentran entre la orientación  $[111]$  y la  $[001]$ , los azules se encuentran en la dirección  $[111]$  y los verdes se encuentran en la dirección  $[101]$ ; entonces de manera muy rápida podemos saber qué tipo de frontera es el que presenta cada uno de los granos. En esta

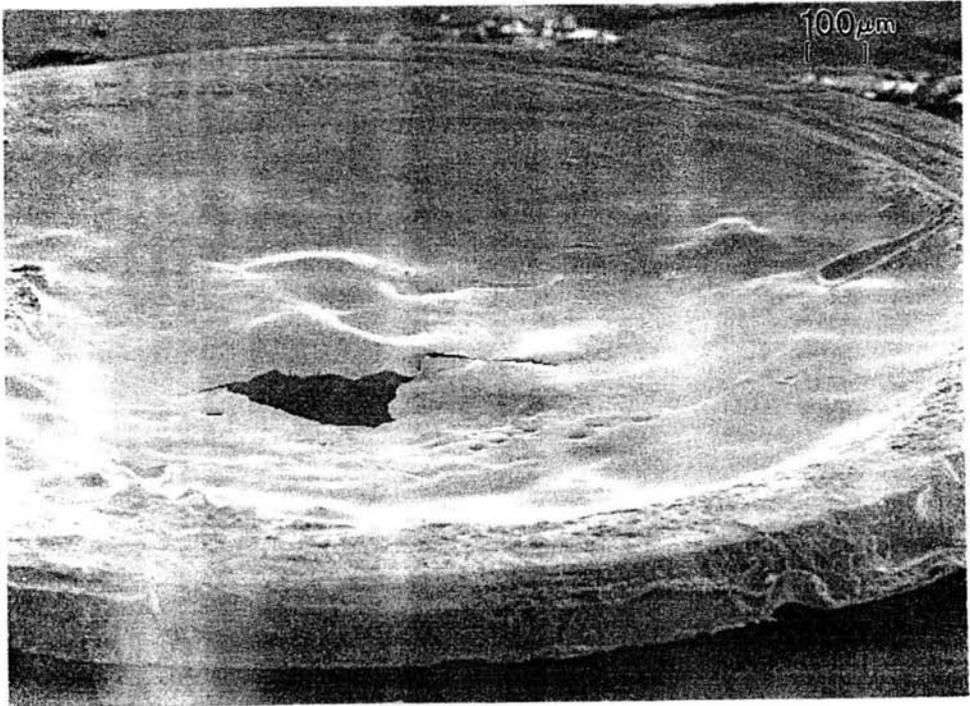
figura y en la figura III.8 se observa que entre los granos 1 y 2, existen muchos pequeños sub-granos. De hecho se observa que toda la muestra está formada de sub-granos, con diferentes orientaciones. De acuerdo con el color, nótese que muchos de los sub-granos presentan una relación de orientación muy cercana a la del grano 2 pero están incluidos dentro del grano 1. Es decir, esta técnica nos permite conocer inmediatamente cual es la relación de orientación entre los granos y podemos saber si las fronteras que conforman la muestra son de ángulo grande o pequeño (dentro de los límites de resolución del equipo). En la figura III.10 podemos ver el grano 2 (que está ahora en otro color), el grano 1 y la frontera que forman. Podemos ver con mayor definición los subgranos antes mencionados y que presentan una orientación muy cercana al grano 2. La figura de polo mostrada en la figura III.10 presenta la densidad de orientación de los granos que conforman las muestras estudiadas.



*Figura III.10 Figura de polo [001] que resume la orientación de los granos de las muestras estudiadas por esta técnica. La dispersión de los puntos indican la densidad de orientación de los granos.*

Para la obtención de la figura de polo de OIM usó aproximadamente 11,000 mediciones tomadas en pasos de  $0.4\ \mu\text{m}$ . Los granos en la imagen han sido sombreados de acuerdo con la orientación de la red cristalina. Como se puede ver en la figura III.10, la textura de la muestra es completamente cuasi-aleatoria.

Ahora, con estos datos en mente, observemos la muestra con el microscopio electrónico de transmisión.



*Figura III.11 Imagen de MEB de electrones secundarios de una muestra de aluminio, preparada por electropulido para ser observada con el MET. Las zonas de observación se encuentran alrededor del pequeño orificio central.*

## Microscopía electrónica de Transmisión.

Para observar las fronteras de grano con el MET se debe preparar la muestra de tal forma que tenga un espesor menor a 100 nm y de 3mm de diámetro, tal y como se muestra en la figura III.11, y cuyo procedimiento se comentó en el capítulo anterior. Las regiones transparentes a los electrones (p.ej. zonas con espesores menores a 100 nm) son las que están alrededor del orificio. El contraste que presenta el material en el MET se muestra en la figura III.12, en donde podemos ver el conjunto de granos que forman el material, y los límites de grano que los forman.

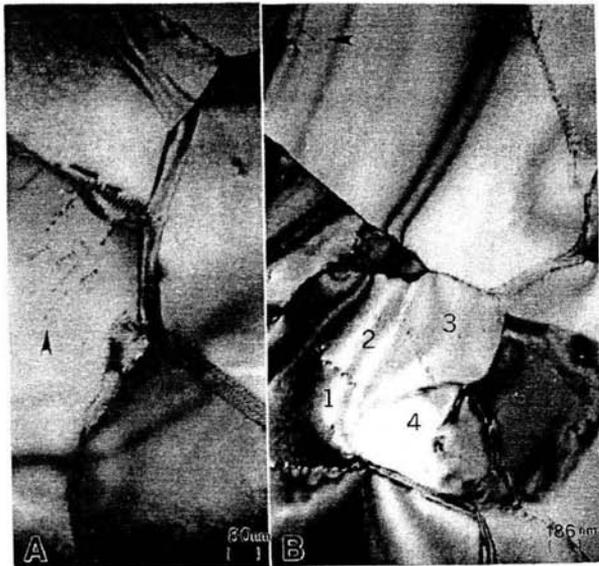


Figura III.12 Imágenes de MET en campo claro de una muestra policristalina de aluminio. Obsérvese los distintos tipos de contraste mostrados por las fronteras de grano y las dislocaciones presentes en el cristal (como las mostradas por las flechas). En (B) se muestran los 3 granos cuyo análisis se comenta en el texto.

También podemos observar franjas de doblez (figura III.12b) las cuales nos ayudan a definir muy bien el tamaño del grano: el contorno de doblez termina en el límite del grano. La figura III.13 muestra que estos granos presentan diferentes orientaciones con respecto a la dirección del haz electrónico. Aquí se han tomado los patrones de difracción electrónico de área selecta correspondientes a los diferentes granos y se puede ver cómo varía su orientación. Si se toma el patrón de difracción en la zona de la frontera de grano, éste se formará de la superposición de las reflexiones correspondientes a los granos que la forman y de algunas reflexiones producidas por el plano de la frontera.

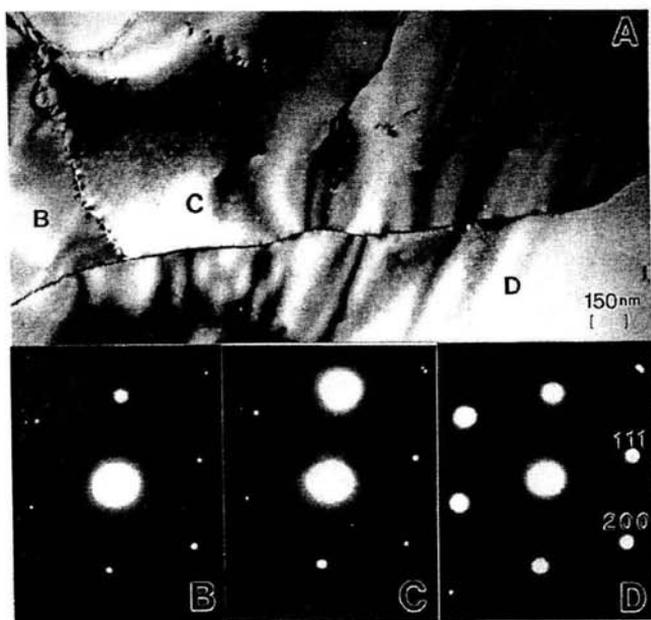


Figura III.13 Diferentes granos con sus respectivos patrones de difracción de área selecta. Los patrones mostrados en (B), (C) y (D) corresponden a los granos identificados con las letras B, C y D en (A). Nótese que todos los patrones corresponden al eje de zona  $[110]$ ; la diferencia entre estos, es sólo la intensidad de los puntos.

Los patrones de difracción mostrados en la figura III.13 corresponden al eje de zona [110]; la única diferencia cristalográfica entre los granos es una ligera desviación en la orientación, la cual produce la variación de intensidad en las reflexiones del patrón de difracción (como las presentadas por la reflexión (111) y la reflexión (200)). Esto nos indica que la relación de orientación entre un grano y otro, es de ángulo muy pequeño.

Para analizar con cuidado las desviaciones que se presentan en la figura III.13, la muestra de la figura III.12 fue observada en diferentes direcciones con respecto al haz electrónico, de tal manera que podemos estudiar la diferencia en orientación de los granos 1, 2 y 3 que se presentan en la fig. III.12B. Para esto se utilizó un portamuestras de doble inclinación. En la figura III.14 se muestra el estereograma donde se han identificado los valores de inclinación que se observaron. El análisis de estos valores nos indica que la muestra fue inclinada de acuerdo al triángulo representado en la figura III.15. Es decir, que la muestra se inclinó entre los ejes de zona [011] y [001].

De la dirección [011] en la posición 1, se inclinó  $4^\circ$  para mejorar la simetría en intensidad que presenta el patrón de difracción; eso nos da la posición 2 de la dirección [011], y de la posición 2 pasamos a la posición 3 que corresponde al eje de zona [001] tal como lo muestra el estereograma del sistema cristalino cúbico a lo largo del eje de proyección [100] (figura III.16). Ambas figuras concuerdan muy bien.

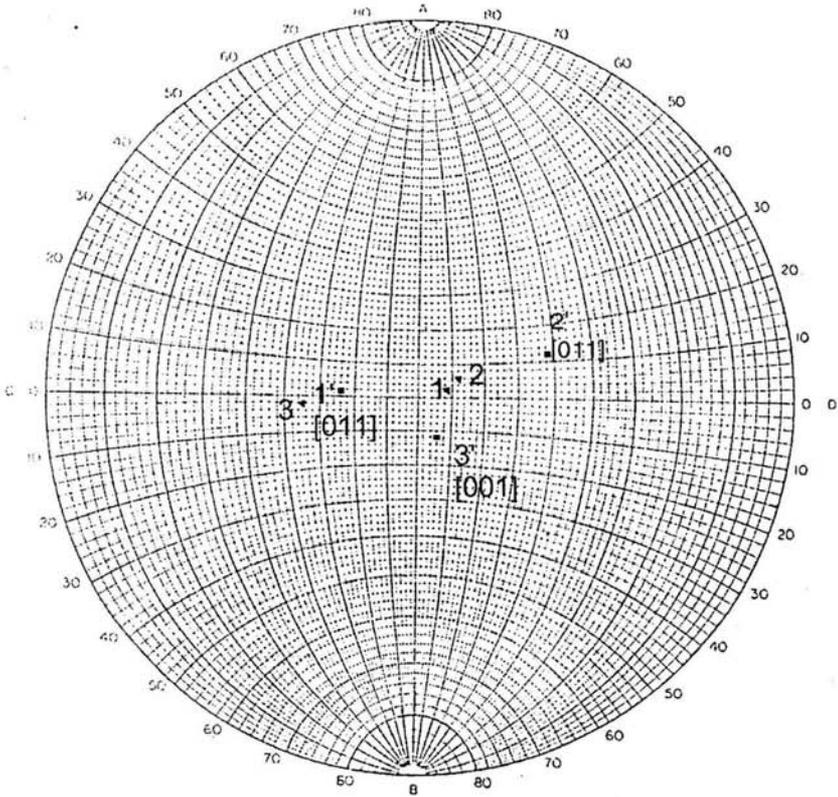
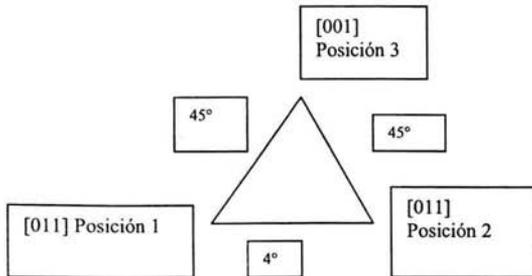


Figura III.14 Estereograma donde se presentan las diferentes posiciones de inclinación de la muestra de la figura IV.12 y tabuladas en la tabla III.1. Los números en prima indican las posiciones para las rotaciones aplicadas en la figura III.20.



*Figura III.15 Representación esquemática del proceso de inclinación de la muestra de la figura III.12 de acuerdo a las posiciones indicadas en la figura III.14. Compárense estos valores de inclinación con los mostrados en el estereograma de la figura III.16.*

Las tres posiciones que observamos en el estereograma (figura III.14), presentan los patrones mostrados en la figura III.17 para los diferentes granos que conforman las fronteras de la figura III.12. En esta figura se ha dibujado en cada caso, el círculo que corresponde a la intersección de la esfera de Ewald con el plano de proyección (la pantalla del MET). Debemos hacer notar aquí que el centro del círculo tiene que coincidir con el punto que corresponde al haz transmitido para obtener la mayor simetría en intensidad en el patrón de difracción.

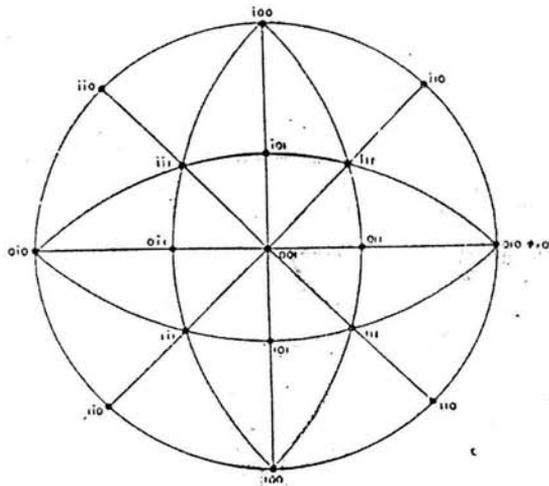
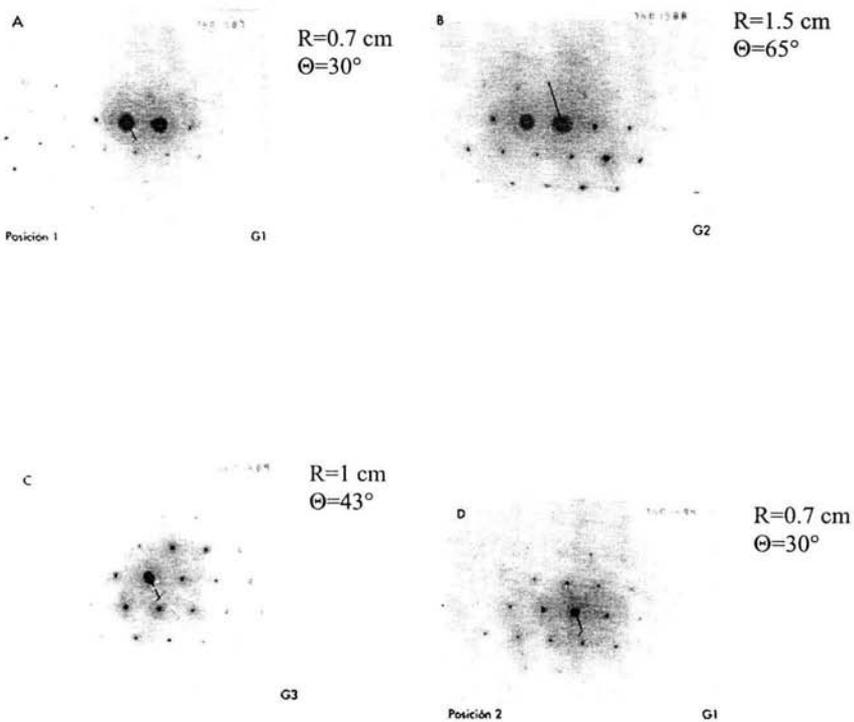


Figura III.16 Figura del estereograma de la simetría de un sistema cúbico a lo largo del eje de proyección [100].

Cuando el haz transmitido y el centro del círculo coinciden (caso en el que la simetría en intensidades alrededor del haz transmitido es máxima), obtendríamos una desviación de  $0^\circ$ . Como podemos apreciar en la figura III.17, los diferentes granos que conforman las fronteras de los granos que se presentan en la fig. III.12, se salen de la simetría. Así, hemos calculado, utilizando la ecuación:  $\tan\theta = R/L$ , la inclinación con respecto al haz incidente de cada grano. Con estos datos se obtuvo la tabla III.1. En esta tabla presentamos las posiciones de acuerdo con el estereograma (figura III.14), y la desorientación que hemos calculado a partir de los patrones de difracción de la figura III.17. Podemos así encontrar la desorientación relativa del grano en

cada caso, e indicar cual es la dirección en la que se encuentra esa desorientación.



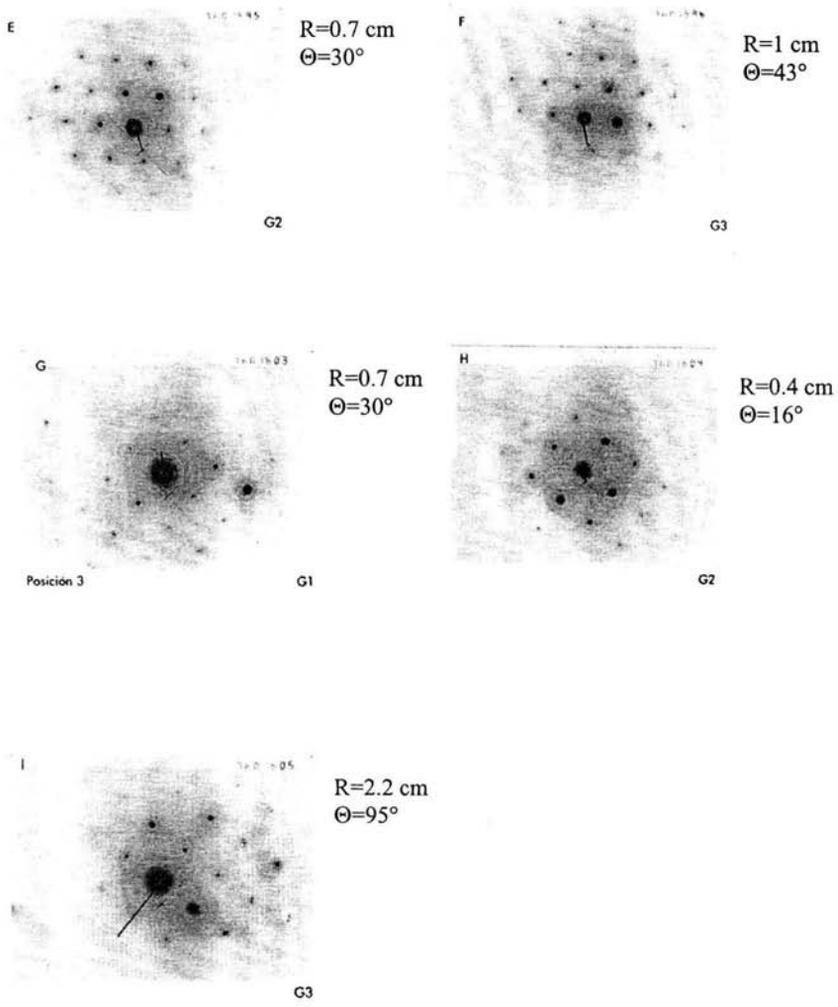


Figura III.17 Patrones de difracción de la figura III.14. aquí se indica la intersección de la esfera de Ewald con el plano de proyección y la desviación de esta esfera con la exacta posición del eje de zona.

Posición	Figura IV.18	Grano	Dirección	Desorientación
1 (x=23-; y=12°40'N)	A	1		1.20°/[111]
	B	2	[011]	1.20°/[200]
	C	3		0.6°/[-11-1]
2 (x=37+; y=12°40'N)	D	1		1°/[-11-1]
	E	2	[011]	0.2°/[-11-1]
	F	3		0.52°/[-3-11]
3 (x=6+; y=13°3'R)	G	1		1°/[220]
	H	2	[001]	0°/0
	I	3		0.45°/[-220]

*Tabla III.1 Valores de orientación obtenidos a partir de las posiciones indicadas en las figuras III.14 y III.15 para los granos presentados en la figura III.12 y los ejes de zona de sus correspondientes patrones de difracción.*

Como vemos, las desorientaciones relativas de los granos con respecto a la exacta posición del eje de zona [011] son entre 0.5 y 1 grado. Esto concuerda muy bien con la imagen obtenida en el OIM que se muestra en la figura III.9, en la cual se han registrado fronteras con desorientaciones entre 0.5° y 1° con respecto al eje de zona [011]. De esta tabla vemos que la desorientación se puede graficar en el patrón de difracción del aluminio en el eje de zona [011], tal y como se muestra en la figura III.18, en donde se grafican las posiciones de los granos 1, 2, y 3 en las 3 diferentes posiciones.



De acuerdo con lo arriba mencionado, se observa que los granos 1 y 2 en la posición 2 presentan una desorientación relativa de aproximadamente  $0.3^\circ$  y se obtiene la figura de la imagen III.19A. Haciendo el cálculo utilizando la ecuación 3, se encuentra que la  $D=12\text{ nm}$  (que es la distancia entre dislocaciones), lo cual concuerda con la figura III.19A.

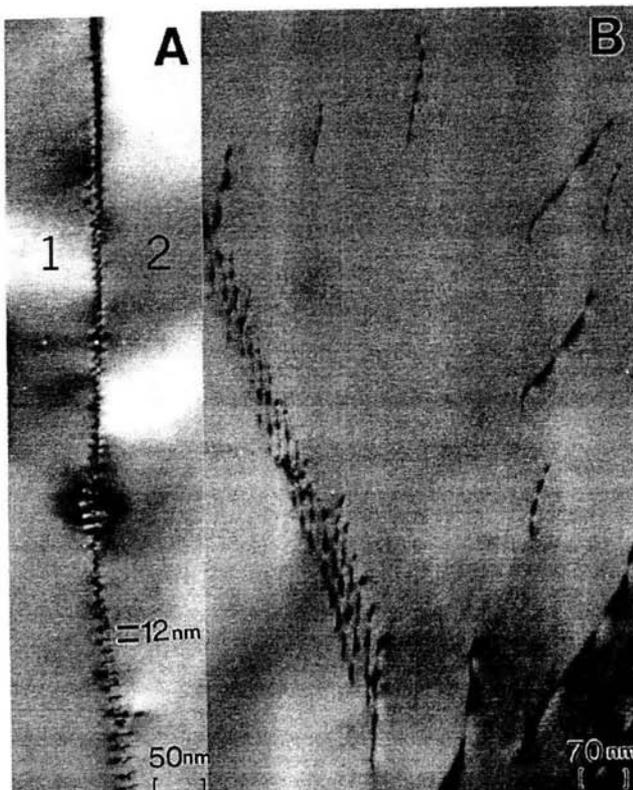


Figura III.19 Imágenes de MET en campo claro de dos fronteras de grano cuyos planos presentan diferente orientación con respecto a la dirección del haz electrónico. En (A) el plano de la frontera es casi paralelo al haz electrónico. Nótese el contraste que presentan las dislocaciones en ambos casos, y el contraste que presentan éstas con respecto a las dislocaciones del cristal.

Podemos ver en la figura III.19a que el plano de la frontera de grano es casi paralelo al haz electrónico y, por lo tanto, presenta un espesor muy “delgado”, mientras que en la figura III.19b se muestra un espesor “más grueso”. De aquí que el contraste que presente la frontera de grano depende mucho de su orientación con respecto al haz electrónico.

La figura III.20a muestra una frontera de grano, cuando la orientación relativa en el microscopio electrónico es de:  $x=8^\circ$  y  $y=1^\circ 33'$ . Cuando cambiamos de inclinación (por ejemplo,  $x=11^\circ$  y  $y=40^\circ$ ), el contraste de la frontera de grano cambia drásticamente. Eso lo podemos observar en detalle en la región de la figura III.20 que se indica con la flecha vacía: los cambios en los campos de esfuerzo que se presentan alrededor de la frontera de grano inclusive llega a desaparecer en la orientación que indica la figura III.20c.

Otra cosa que nos muestra ésta figura es la variación en el contraste de las dislocaciones cristalinas indicadas por las letras a, b y c. Nótese, por ejemplo, que en la figura III.20b la dislocación “a” ha desaparecido, mientras que en la III.20c la dislocación “a” y “b” ya no están presentes. La dislocación indicada por la letra “c”, pasa de un contraste tipo “mariposa” a un contraste “zurcido de tela”. En el caso de la dislocación indicada por la letra “b” desaparece en la figura III.19c y es visible en la figura III.20b.

Ahora analicemos el punto triple de la figura III.21. Las inclinaciones realizadas en este caso se presentan con números “primas” en el diagrama de Wulff de la figura III.15. La inclinación se ha hecho aproximadamente alrededor de la frontera 1-2 (el espesor de la frontera de grano 1-2 no cambia considerablemente cuando pasamos

de una inclinación a otra). Vemos aquí que es posible conocer el espesor de la muestra en la posición de la frontera de grano y el espesor del plano frontera, ya que tenemos dos imágenes con diferentes valores de inclinación. Esto se muestra más adelante.

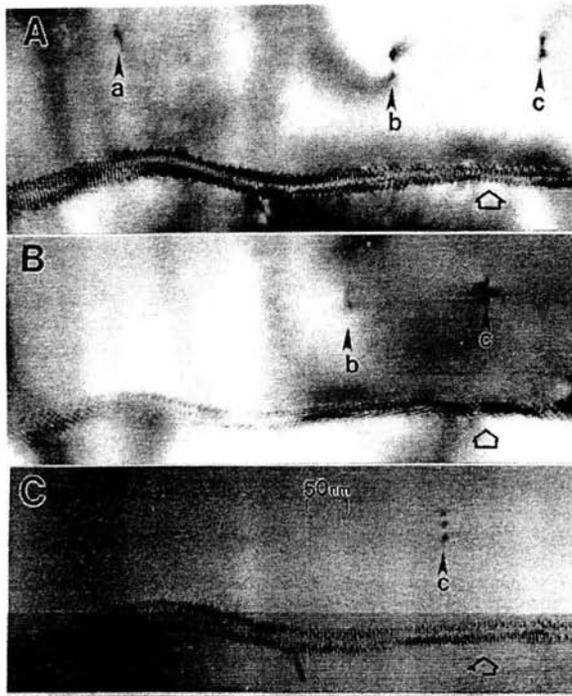


Figura III.201 Imagen de MET en campo claro de una frontera de grano en diferentes inclinaciones con respecto al haz electrónico. A)  $x = +8^\circ$ ,  $y = +1^\circ 33'$ , B)  $x = +11^\circ$ ,  $y = +40'$ , C)  $x = -35^\circ$ ,  $y = 9^\circ 3'$ . Nótese el cambio en el contraste de las dislocaciones que conforman la frontera (principalmente la zona marcada con la flecha), y de las dislocaciones cristalinas (indicadas con las letras "a", "b" y "c").

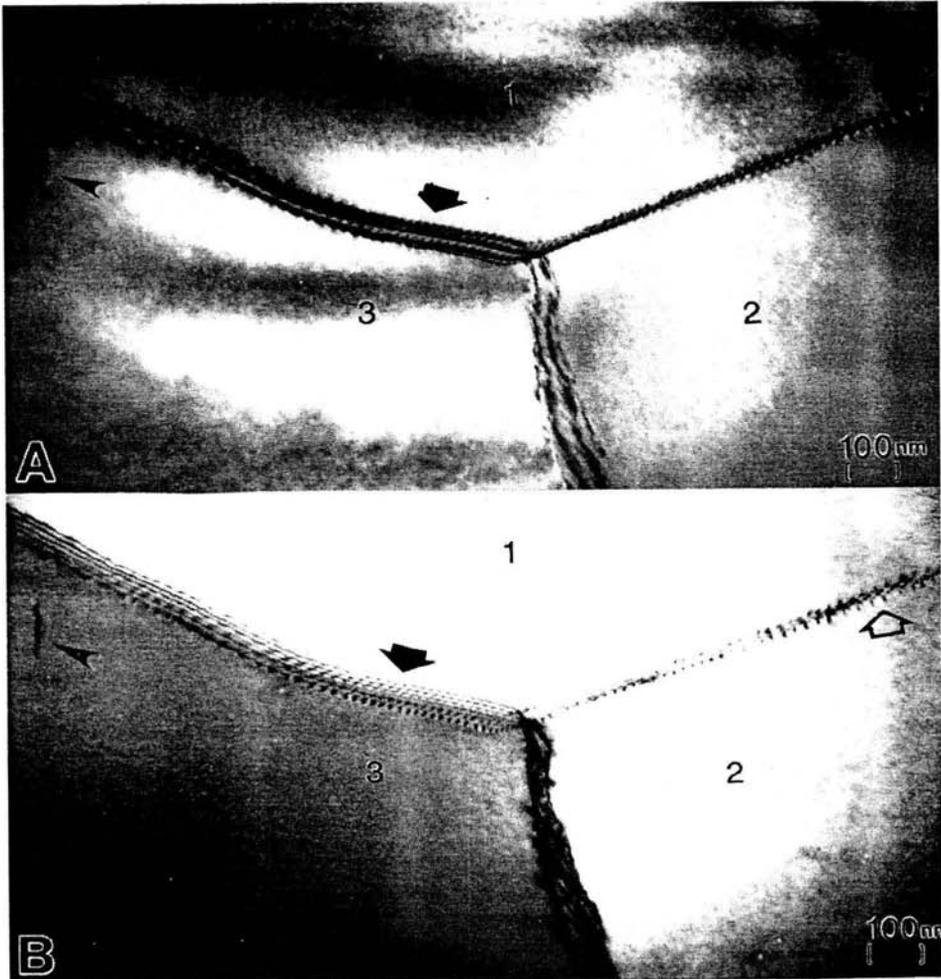


Figura III.21 (A) Imagen de campo claro de un punto. (B) Su imagen de campo oscuro. Obsérvese el cambio de contraste indicado por la flecha gruesa sólida; nótese también el contraste mostrado por la dislocación del cristal (indicada por la flecha delgada).

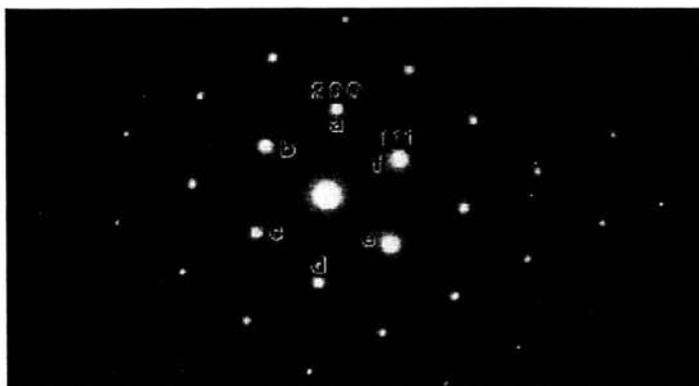
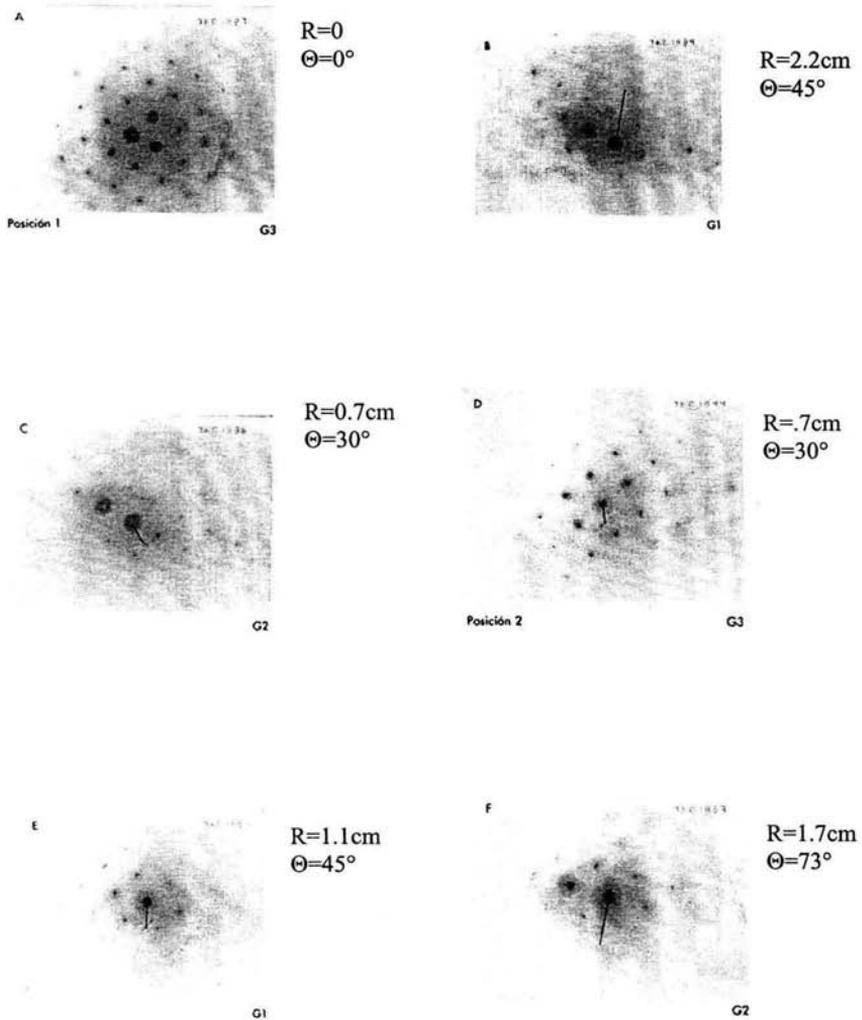


Figura III.22 Patrón de difracción electrónica del aluminio en la dirección  $[110]$ . Las letras indican los puntos con los que se obtuvieron los campos oscuros de las figuras III.23 a 28.

Los cambios que presentan los patrones de difracción de los 3 granos se presentan en la figura III.23 respectivamente. Estas 3 posiciones nos van a permitir conocer los cambios de contraste que presentan al momento de ir de una posición a otra con respecto a las 3 diferentes fronteras. Así, en la figura III.21a tenemos lo que corresponde al campo claro en la posición 1' de la figura III.14, y en la figura III.21b hemos hecho un campo oscuro con la reflexión  $[11\bar{1}]$ . Como podemos ver, en este caso el campo claro y el campo oscuro que se muestran en la figura. III.21 son muy parecidos. De hecho se pueden comparar los contrastes mostrados por la frontera 1-3 (indicada por la flecha sólida). También se puede observar el cambio de contraste mostrado por la flecha abierta en la frontera 1-2.



*Figura III.23 Patrones de difracción de la figura III.20. Aquí se indica la intersección de la esfera de Ewald con el plano de proyección y la desviación de esta esfera con la exacta posición del eje de zona. A-C) Posición 1', D-F) Posición 2'.*

Posición	Figura IV.24	Grano	Dirección	Desorientación
1' (x=23-; y=12°40'N)	A	1	[011]	2°/[-31-1]
	B	2		2°/[-11-1]
	C	3		0.37°/[11-1]
2' (x=37+; y=12°40'N)	D	1	[011]	1°/[-11-1]
	E	2		2.3°/[02-2]
	F	3		0.6°/[1-11]
3' (x=6+; y=13°3'R)	G	1	[001]	
	H	2		
	I	3		

Tabla III.2 Valores de orientación obtenidos a partir de las posiciones indicadas en las figuras III.14 y III.15 para los granos presentados en la figura III.21 y los ejes de zona de sus correspondientes patrones de difracción.

En la figura III.21 vemos las imágenes del punto triple en campo oscuro en el cual uno de los granos difracta fuertemente. En el caso de la figura III.24b, los granos 1 y 2 están difractando fuertemente mientras que el grano 3 sale de la condición de Bragg, y nos permite observar de nuevo las características de las 3 fronteras de grano. En particular podemos observar los cambios de contraste que se presentan entre los granos 1-2 y 1-3, indicándonos una vez mas que la relación de orientación de los granos con respecto al haz electrónico es crucial para el contraste que se observa.

Realizando los campos oscuros con diferentes reflexiones, podemos ver los cambios que se producen. Por ejemplo en la figura III.24a tenemos el campo oscuro con la reflexión  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  y en la figura III.24b tenemos el caso del campo oscuro con la reflexión  $[1\bar{1}\bar{1}]$ .

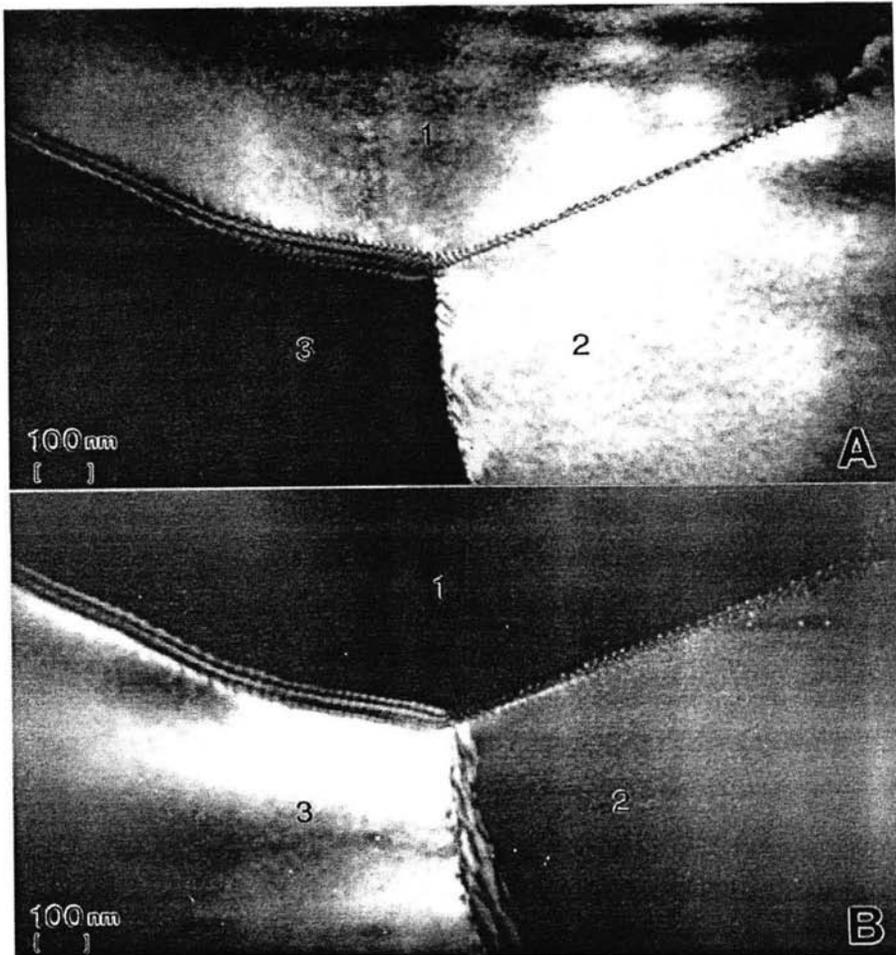


Figura III.24 Imágenes de MET en campo oscuro del punto triple mostrado en la figura III.21. A) Campo oscuro con la reflexión  $(\bar{1}\bar{1}1)$ . B) Campo oscuro con la reflexión  $(1\bar{1}1)$ . Obsérvese el los cambios de contraste entre las fronteras formadas entre los granos 1-2 y 1-3.

Los cambios presentados son más fácilmente apreciados en la figura III.25, en la cual vemos una ampliación de la frontera formada por los granos 1 y 2 para el caso de la posición 1' y cuyas imágenes fueron

tomadas usando diferentes reflexiones del patrón de difracción cercano al eje de zona [110]. Aquí se ve cómo se modifica el contraste con respecto a cada una de las reflexiones usadas. Así tenemos en la figura III.25a el campo claro, en la III.25B tenemos el campo oscuro con la reflexión  $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ , en la III.25c tenemos el campo oscuro con la reflexión  $(1\bar{1}\bar{1})$  y en el III.25d el campo oscuro con la reflexión  $(200)$ . En este caso podemos ver los cambios que se presentan con respecto al conjunto de dislocaciones que conforman esta frontera de grano.

Podemos comparar cual es la diferencia entre cada una de las fronteras y los cambios que se presentan. Es importante notar aquí que el plano de la frontera de grano es casi paralelo al haz electrónico por lo cual el espesor de la frontera es de unos cuantos nanómetros, y que la periodicidad de las dislocaciones que se presentan en esta frontera de grano es en promedio de 19 nm. Así que podemos calcular el valor de la desorientación de la frontera,  $\theta$ , con la ecuación 3.

En el caso de la frontera entre los granos 1 y 2 vemos también cambios considerables cuando estamos en la posición 1', y con respecto a los campos oscuros que se realizan con las diferentes reflexiones. En la figura III.25a vemos el arreglo periódico en la frontera de grano y el tipo de contraste que presentan alrededor de la frontera.

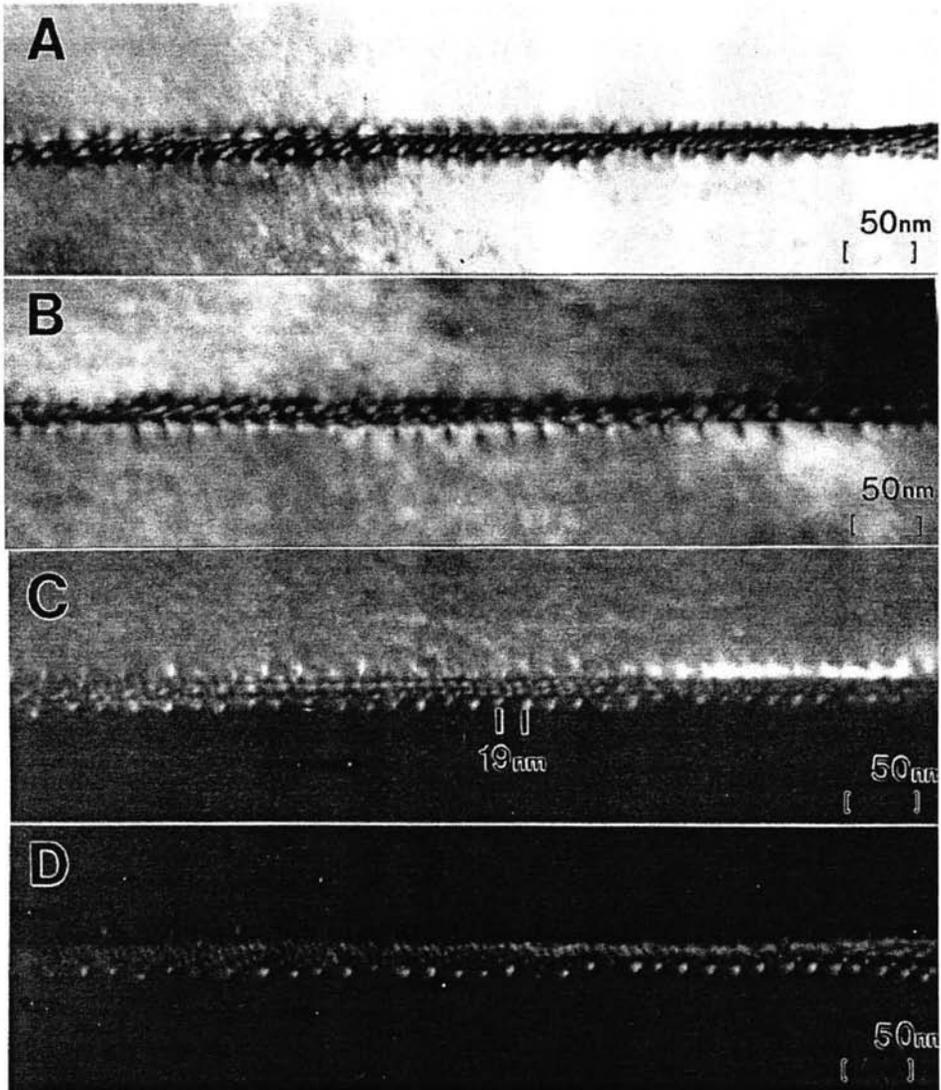


Figura III.25 Mayor amplificación de la frontera de grano 1-2, mostrada en la figura III.24. Obsérvese el cambio del contraste que forma la frontera para cada caso. En especial obsérvense los cambios en las dislocaciones mostradas.

Este contraste es mucho mas claro en la figura III.25b en la cual la reflexión usada para formar la imagen es común a ambos cristales, pero esta reflexión está fuera de la condición de Bragg. Por eso ambos cristales se muestran claros. Esto nos permite ver los campos de esfuerzo asociado al arreglo periódico de las dislocaciones presentes en el plano frontera de grano.

Esto es aún más claro en la figura III.25c. En este caso la reflexión usada se encuentra en la condición de Bragg en uno de los granos, que es el grano que está oscuro. Aquí el arreglo periódico de dislocaciones se presenta como puntos blancos. En la figura III.25d se ha tomando una reflexión común la cual está difractando fuertemente en ambos cristales y por lo tanto la frontera se ve blanca mientras su alrededor es oscuro. Nótese en este caso que cada punto blanco está relacionado con una dislocación.

El cómo se modifica el contraste de la zona del plano de la frontera de grano, en campo claro y campo oscuro, se presenta con mayor claridad en la figura III.26. En este caso el plano de la frontera de grano no es paralela a la dirección del haz electrónico, sino que hace un cierto ángulo. Esto produce dos contrastes ampliamente conocidos: los patrones de Moiré y las franjas de espesor. La figura III.26 corresponde a la posición 1', en la que observamos en la figura III.26a el campo oscuro con la reflexión  $(11\bar{1})$ , y en la figura III.26b el campo oscuro con la reflexión  $(\bar{1}1\bar{1})$ . Obsérvese en la figura III.26a que el patrón de Moiré en la frontera de grano formada por los granos 1 y 3, tiende a ser hexagonal. Cuando hacemos la imagen de campo oscuro se observa como cambia este patrón, que presenta ahora el hecho de que sólo uno de los cristales esta contribuyendo fuertemente

a la imagen. Entonces el patrón hexagonal cambia y sólo se ve un conjunto de líneas formando un arreglo periódico.

Un patrón de Moiré nos permite de cierta forma amplificar los detalles estructurales presentes. El caso de la frontera de grano no es la excepción, y las dislocaciones de la frontera de grano son fácilmente observadas de esta forma.

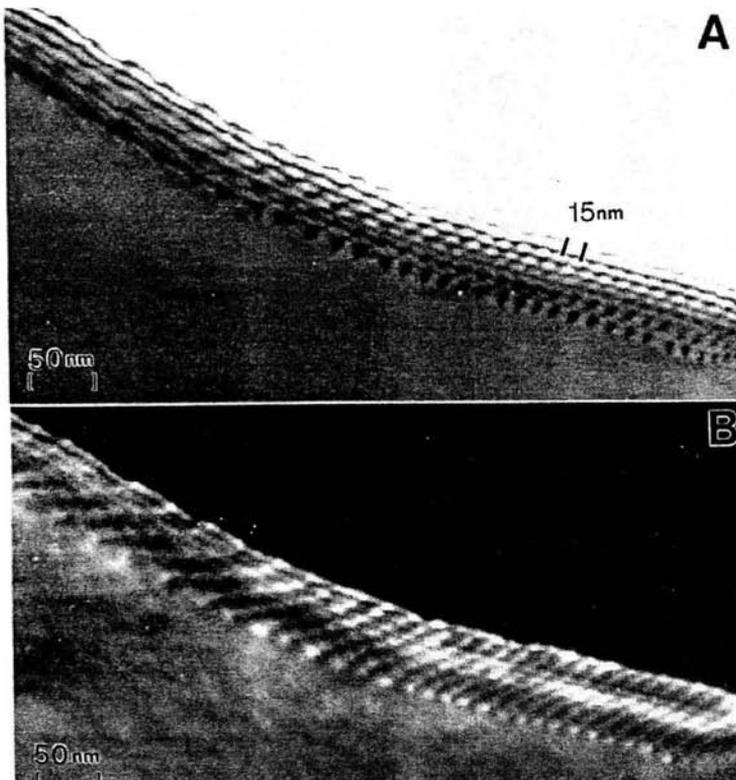


Figura III.26 A) Imágenes de MET de la frontera de grano entre los granos 1 y 3 en la posición 1' en campo oscuro. Nótese el arreglo de dislocaciones presentes en las imágenes y su cambio de contraste en cada caso.

Una vez que ya hemos analizado los contrastes observados en la posición 1', analicémoslos desde otra posición (indicada en el estereograma figura III.14 con el número 2'). Los cambios que se producen están representados en la figura III.27, en la cual estamos comparando el punto triple en el caso de campos oscuros en la posición 1' y en la posición 2'. En la figura III.27a encontramos el campo oscuro en la posición 1' con la reflexión (111), mientras que en la figura III.27b tenemos el campo oscuro con la reflexión (200) en la posición 2', y en la figura III.27c tenemos el campo oscuro con la reflexión (111) en la posición 2'. La reflexión utilizada en el caso de la figura III.27a es común a los tres granos y casi está reflejando con la misma intensidad en los tres, mientras que en el caso de la figura III.27c tenemos una condición de haz débil (la reflexión usada está un poco fuera de la condición de Bragg con respecto a los tres granos). Aquí se observan bastantes cambios, con respecto a la figura III.24. Los cambios de espesor son también observados. En el caso de la figura III.27b y III.27c, el eje Y se mantuvo constante mientras que se varió el eje X, de  $-23^\circ$  a  $37^\circ$ . Obsérvese que la frontera de grano 1-2 pasa de ser casi paralela al haz electrónico a ser casi perpendicular a este: el cambio de espesor de la frontera de grano 1-2, pasa de 30 a 56 nm, mientras que en la frontera 1-3 el espesor casi es el mismo. Observamos también que la reflexión utilizada en de la figura III.27b está difractando fuertemente en el caso de los granos tres y dos, mientras que el grano uno está fuera de la condición de Bragg.

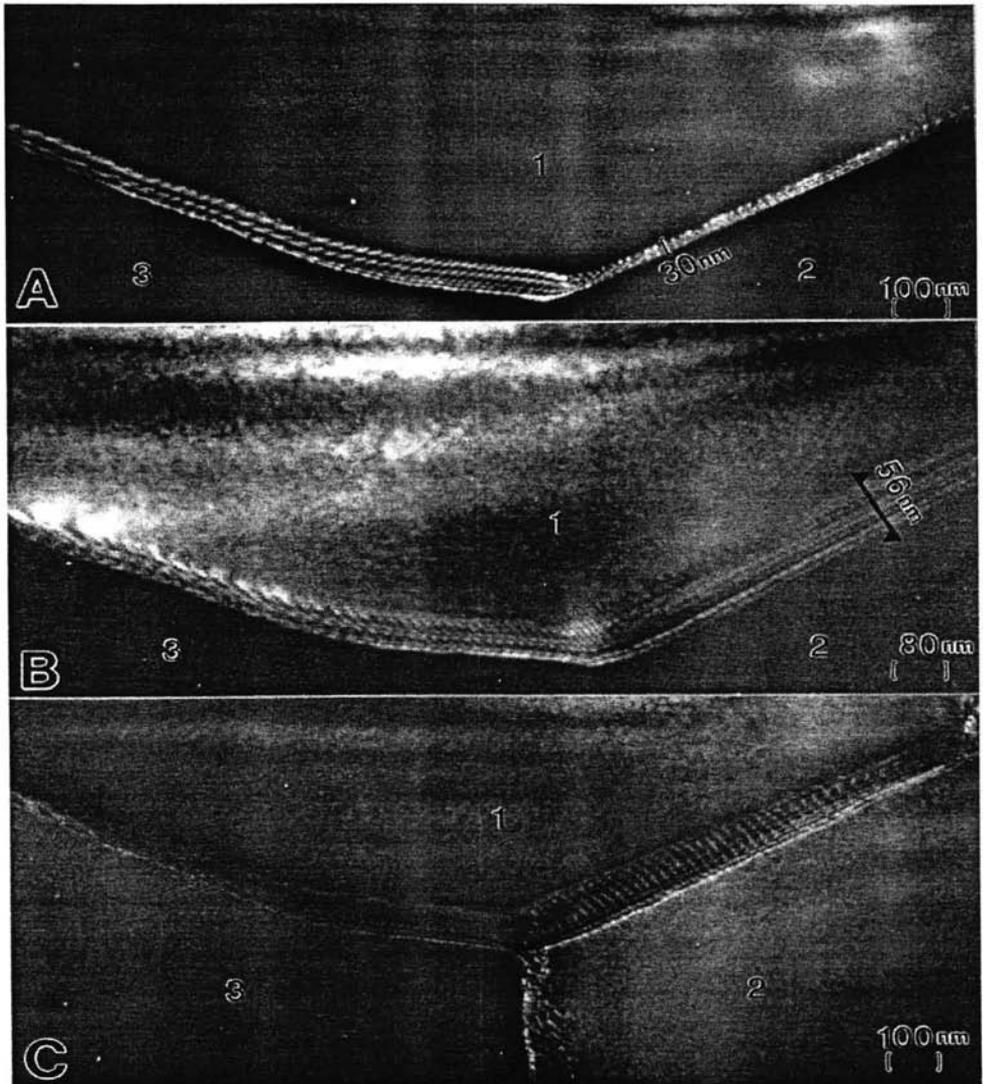


Figura III.27 Imágenes de MET de campo oscuro del punto triple en diferentes inclinaciones. A) Campo oscuro con la reflexión  $(1\bar{1}1)$  en la posición 1'. B) Campo oscuro con la reflexión  $(200)$  en la posición 2'. C) Campo oscuro con la reflexión  $(11\bar{1})$  en la posición 2'. Obsérvese los cambios de contraste entre el espesor de las fronteras 1-2 en (A) y (B).

También podemos observar el contraste característico formado cuando un grano está fuera de difracción mientras que el otro grano entra en difracción.

El que el contraste que presentan las dislocaciones, los patrones de Moiré y las franjas de espesor de las fronteras de grano varía de acuerdo a las condiciones de observación, lo podemos observar mas claramente en la figura III.26.

Una cosa importante que se ve en el contraste de la frontera de grano, es cómo varía esta con respecto a la inclinación. La figura III.30 muestra la misma frontera de grano pero para las 3 posiciones, correspondientes a los números prima del diagrama de Wulff mostrado en la figura III.14. Estas imágenes son en campo oscuro y podemos observar cómo se modifica el plano de la frontera de grano. En la figura III.30b el plano es casi paralelo a la dirección del haz, mientras que en el caso de los incisos (a) y (c) son perpendiculares. En un caso el espesor de la frontera de grano es de 80 nm, y el otro es de 50 nm respectivamente mientras que en la figura III.30b este mide 18 nm. También obsérvese que la distribución de dislocaciones son casi periódicas, y se pueden ver todos los cambios que presentan al inclinar. Por ejemplo muy al extremo izquierdo de la figura III.30c se observa que las dislocaciones están conformadas por cuatro puntitos blancos, mientras que en la figura III.30b estos puntitos pasan a ser 5 en el extremo derecho. Ya que conocemos esas 3 posiciones, podemos hacer el cálculo del ancho del plano de la frontera de grano. La figura III.29 presenta el cambio de espesor de la frontera. En el caso de la figura III.29a el espesor es de 71 nm, mientras que en el caso de la figura III.29b el espesor es de 18 nm. Por otro lado, en la

figura III.29b vemos claramente la periodicidad de estas dislocaciones sin ningún patrón de Moiré sobrepuesto debido a que el plano de la FG es casi paralelo a la dirección del haz electrónico. Esto se representa en la figura III.28. En este caso tenemos la posición 1 y la 2, la diferencia de ángulo entre estas 2 posiciones son  $60^\circ$  de acuerdo al estereograma. Haciendo el cálculo se encuentra que el ángulo en la posición 2 con respecto a la horizontal de la muestra son aproximadamente  $16^\circ$ . Entonces tenemos estas 2 posiciones con estos 2 valores de ángulos y también tenemos que la proyección del plano frontera en la posición 1 es de 18 nm y en la posición 2 es de 71 nm. Por lo tanto podemos calcular la dimensión del plano frontera. Se tienen las ecuaciones según la figura III.28.

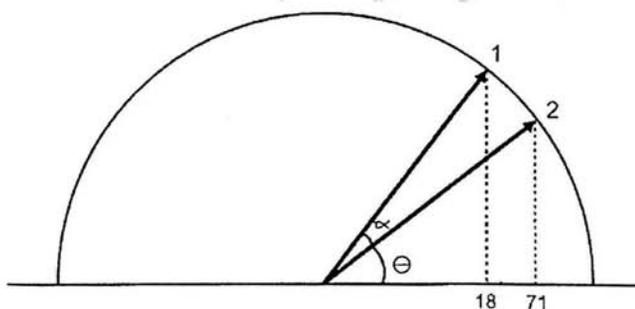
$$A \cos\theta_1 = 71 \text{ nm} \quad (\text{A})$$

donde A es el radio de la circunferencia, y

$$A \cos(\theta_1 + 60) = 18 \text{ nm} \quad (\text{B})$$

Igualando y resolviendo para  $\theta_1$ :

$$71[\cos\theta_1 - 0.86 \text{ sen}\theta_1] = 18 \cos\theta_1 \Rightarrow \theta_1 = 16^\circ$$



*Figura III.28 Posiciones 1' y 2' mostradas en la figura III.14 en el estereograma correspondientes a la figura III.29.*

Con esa información sobre el plano de la frontera de grano, ya tenemos un parámetro adicional aparte de los parámetros que nos puede dar la microscopía electrónica de transmisión.

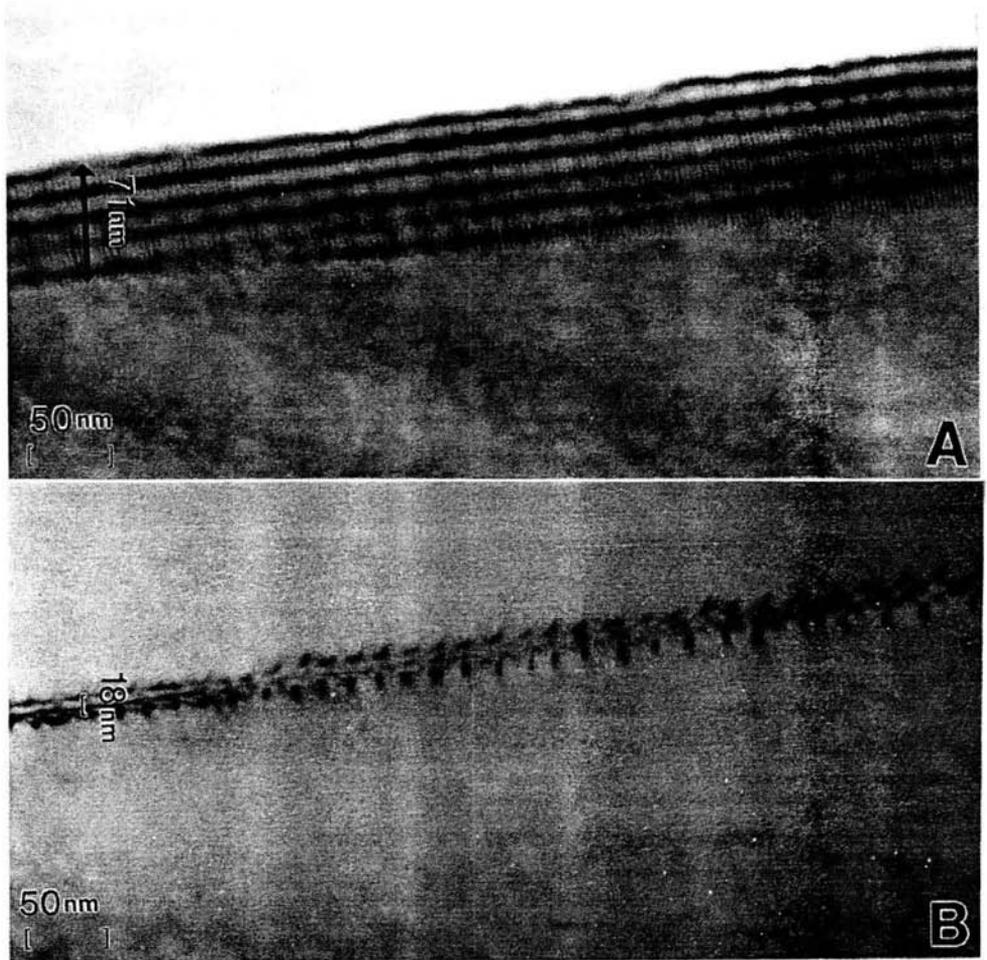


Figura III.29 Imágenes de MET de campo claro de una frontera de grano en diferentes orientaciones. A) posición 1'. B) posición 2'. Obsérvese el cambio de contraste mostrado y el cambio en el espesor de la frontera de grano.

Otra cosa importante la podemos ver en la figura III.29a, donde se observan franjas de Moiré que corren en forma perpendicular a la frontera y que podemos calcular utilizando la fórmula del Moiré. En

este caso la fórmula del Moiré nos da: para un ángulo de  $1^\circ = 0.017$  rad. tenemos:

$$\tan\theta = b/D \Rightarrow D = [b/\tan(0.017)]$$

Para el caso de una fcc  $b = \frac{1}{2} \langle 110 \rangle = \frac{1}{2} (2)^{1/2} \approx 0.716 \text{ \AA}$

Por lo tanto:  $D = 42.11 \text{ \AA}$

Para el caso de  $\theta = 2^\circ = 0.034$  rad.,  $D = 21.05 \text{ \AA}$ .

Por otro lado, la amplificación del Moiré se calcula usando:

$$D_m = \frac{d}{2\sin(\alpha/2)};$$

con  $\alpha = 1^\circ = 0.017$  rad y  $d = 0.716 \text{ \AA}$ ;  $D_m = 41.02 \text{ \AA}$ .

Esto quiere decir que el Moiré amplifica 4x.

Cuando  $\alpha = 0.3^\circ = 0.005$  rad;  $D_m = 14 \text{ nm}$ . Lo cual nos indica que el Moiré amplifica 57x.

Este resultado nos indica que la periodicidad del Moiré y la de las dislocaciones, es la misma ya que el ángulo de la frontera es muy pequeño, y por lo tanto ambas ecuaciones tienden a ser la misma.

Los Moires que forman la frontera de grano de la figura III.29a, los hemos amplificado de manera considerable en la figura III.31. Aquí el contraste de Moiré es el típico para una dislocación de borde, y vemos

cómo el conjunto de dislocaciones tiene una periodicidad de 25 nm. Entre línea y línea de dislocación podemos observar 7 líneas blancas. Cuando  $\varphi=0$  (figura III.29b), ni las franjas de espesor ni el efecto Moiré son observados, ya que el plano frontera y la dirección del haz son paralelos.

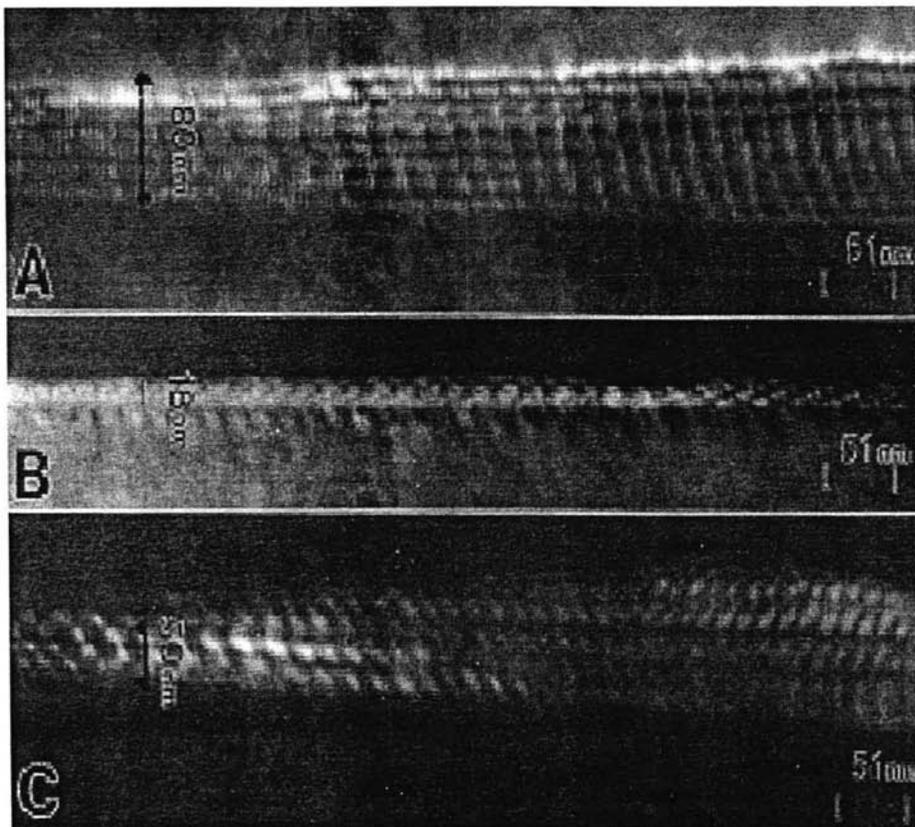
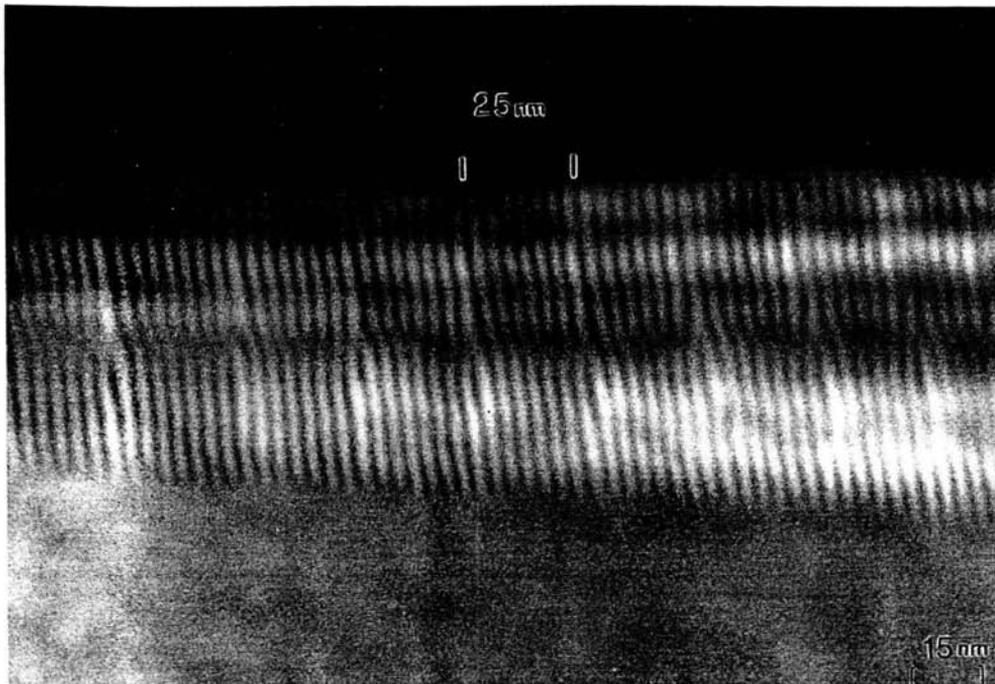


Figura III.30 Imágenes de MET en campo oscuro de una frontera de grano en las 3 diferentes posiciones mostradas en la figura III.15. A) posición 1', B) posición 3'; C) posición 2'. Obsérvese los cambios en espesores de la frontera y el cambio de contraste para cada caso



*Figura III.31 Amplificación de la imagen de MET en campo oscuro mostrada en la figura III.29a. Obsérvese el contraste presentado. La periodicidad que presentan estas dislocaciones es de 25nm.*

Otra cosa importante a mencionar son las líneas paralelas a la frontera de grano. Estas líneas paralelas son líneas de espesor. Obsérvese también que el efecto comentado en el caso de las maclas, del hecho de que las líneas de espesor pueden ser blancas u oscuras dependiendo de la posición relativa del grano 1 y el grano 2 con respecto al haz electrónico, también está presente en el contraste de la frontera de grano. Se puede observar en varias figuras presentadas en esta sección, que las franjas de espesor que conforman el contraste de la frontera de grano pasan de oscuras a blancas dependiendo de si se usa la reflexión perteneciente al grano 1 o al

grano 2. La frontera de grano corresponde a un plano que divide en 2 cristales con un determinado ángulo. Así el haz electrónico incide en el primer cristal difractándose y transmitiéndose. Esta difracción y esta transmisión entran al segundo cristal, y la zona del plano de la frontera de grano nos va a mostrar estas líneas de espesor que corresponden a la variación de espesor con respecto a ambos cristales.

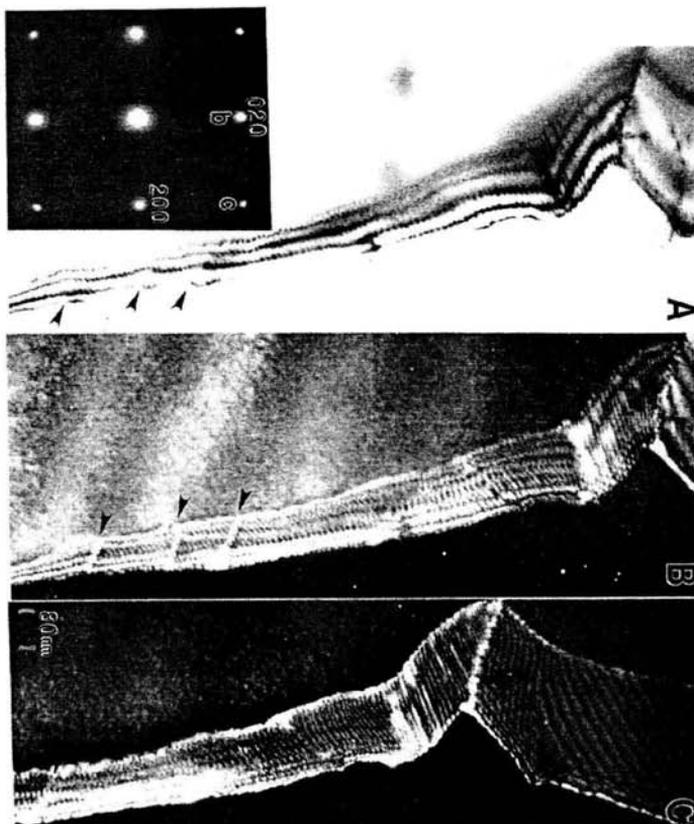


Figura III.32 Imágenes de MET de una frontera de grano en aluminio observada en la dirección  $[001]$ . A) Campo claro, B) Campo oscuro con la reflexión  $[020]$  (punto "b" mostrado en el patrón de difracción mostrado en el recuadro), C) Campo oscuro con la reflexión  $[220]$  (punto c). Nótese el contraste mostrado por las dislocaciones indicadas con las flechas en cada caso.

Desafortunadamente, debemos de tomar en cuenta que la interpretación del plano frontera de grano interpretación no es siempre sencilla. Veamos la figura III.32 que nos presenta una frontera de grano en el cual los granos están muy cercanos a la orientación [001] del aluminio. En este caso estamos viendo las imágenes de una FG cuyo plano frontera cambia de orientación a lo largo de la frontera. Nótese el contraste mostrado por las dislocaciones, tanto las dislocaciones cristalinas como las dislocaciones de frontera de grano. Nótese también que las franjas de espesor cambian (de blanco a negro y viceversa) entre el campo claro y los campos oscuros, y esto se debe principalmente a que estas franjas van a ser dependientes del tipo de reflexión que se usen para formar la imagen. Nótese también la existencia de dislocaciones cristalinas dentro de la frontera de grano. Por ejemplo en la figura III.32b se ven tres dislocaciones cristalinas. Estas no se observan en la figura III.32a pero son claramente observados en la figura III.32b. En la figura III.32b, fue hecha con la reflexión (020) mientras que la figura III.32c fue realizada con la reflexión (220), y en este último caso las dislocaciones tienden a desaparecer, es decir estamos dentro del criterio de invisibilidad para dislocaciones cristalinas (el producto  $r \cdot b$  es cero).

Haciendo un resumen de los resultados, podemos comentar que el estudio de la estructura y características de la frontera de grano es un tema complejo, y mucho más si utilizamos un sólo tipo de técnica de estudio y observación. La microscopía de luz presenta varias limitantes las cuales se pueden mejorar con la microscopía electrónica de barrido, lo cual nos facilita un poco más el tipo de información que

podemos obtener de la frontera de grano y pasar a lo que es la microscopía electrónica de transmisión, con la cual se complica en demasía el estudio de la frontera de grano. Esta es la razón por la cual no ha avanzado durante algunos años (casi diríamos un siglo) el estudio de la frontera de grano. Actualmente ya empiezan a aparecer varias técnicas las cuales nos van a permitir conocer con mas detalle y caracterizar de una forma mas simplificada la estructura de la frontera de grano.

## **IV. DISCUSIÓN**

La estructura de la frontera de grano es un tema complejo, no cabe duda de esto. Esta es la razón por la que se ha avanzado de forma lenta en su estudio. En la medida en que se cuente con nuevas técnicas que permitan recopilar más datos, y que permitan también un análisis más rápido de estos datos, podremos contar con nueva información experimental que nos ayude en el estudio del problema de la estructura de la frontera de grano.

### **IV.1 Sobre las técnicas comentadas en esta tesis**

La técnica de MET es muy adecuada para obtener los parámetros geométricos de las fronteras de grano, incluyendo la información cristalográfica de los granos que conforman la frontera. El problema es que el método es bastante tedioso y envuelve procedimientos de preparación de las muestras muy complejos, limitando así, su uso en la medición de un número grande de interfases. La caracterización de materiales y sus relaciones microestructurales por OIM, proporciona una riqueza de información inalcanzable anteriormente, excepto por las tediosas técnicas de MET las cuales restringen la posibilidad de obtener datos estadísticos confiables. La técnica de OIM ha sido desarrollada para analizar rápidamente la textura de los granos y fronteras de grano, de materiales policristalinos con un tamaño de grano grande. Por lo tanto, podemos decir que esta es una técnica muy útil para la investigación en ciencia de materiales, y en particular para el estudio de la frontera de grano, ya que nos permite obtener un

registro microestructural completo de los granos, vinculando la medición de miles de orientaciones de redes cristalinas; lo que la hace una fuente rica de datos los cuales se pueden aprovechar al utilizar cualquier otra técnica para el análisis experimental de la estructura de la frontera de grano.

#### **IV.2 Sobre la estructura de la frontera de grano.**

Los modelos sugeridos para conocer la estructura de la frontera de grano, han ido probando su viabilidad paso a paso. Aquellos que no han soportado el paso del tiempo y la comprobación experimental se han ido retirando. El modelo de dislocaciones y la red de coincidencia ya se han ganado un lugar importante a base de varios resultados experimentales que les han dado validez. Sin embargo, aún hay muchos puntos por aclarar, y las técnicas experimentales en el campo de la frontera de grano tienen la palabra.

Recientemente, con la información obtenida en el campo de las aleaciones cuasicristalinas<sup>[11]</sup>, se ha sugerido la posibilidad de que la estructura de la frontera de grano, pertenezca a la familia de las estructuras cuasicristalinas<sup>[12]</sup>. Después del descubrimiento de los cuasicristales por Dan Schechtman, se comenzaron a generar modelos de mosaicos cuasicristalinos para ver la manera en que se puede cubrir un plano de tal forma que presentase una simetría cuasiperiódica. Uno de los métodos utilizados fue el llamado

"MÉTODO DE CORTE Y PROYECCIÓN", en el cual se generan mosaicos cuasicristalinos, i.e. estructuras cuasicristalinas. Este método consiste en proyectar los puntos que quedan dentro de una banda en el espacio n-dimensional sobre un espacio de menor dimensión; por ejemplo de un arreglo de puntos en dos dimensiones sobre una recta orientada adecuadamente (1- dimensión). La generación de estructuras cuasicristalinas ha sido descrita por V. Elsen y C.L. Henley<sup>[13]</sup>. La red cuasiperiódica generada se puede entender como una estructura generada por arreglos cuasicristalinos de mosaicos que presenta una decoración atómica cuasicristalina. Ahora se ha demostrado que existe una relación estructural entre la red de sitios de coincidencia (CSL) que ha sido utilizada para describir la estructura de la frontera de grano y los mosaicos cuasicristalinos generados por el método de corte y proyección usados para describir las estructuras cuasicristalinas. Esto abre un nuevo panorama en el estudio y análisis de la estructura de la frontera de grano.

#### **IV.3 Sobre el estudio experimental futuro de la frontera de grano.**

Como se ha visto en este trabajo, si el análisis de la textura es una herramienta importante en el estudio de la geometría de la frontera de grano, el análisis de la microtextura resulta ser una herramienta aún más poderosa para tal estudio. El modelo de sitios de coincidencia (CSL) se utiliza para determinar si existen ciertas fronteras de grano especiales a partir del análisis microestructural. Por este motivo podemos esperar que el futuro del estudio experimental de la frontera de grano, se base en la combinación de las técnicas de estudio

microestructural como el OIM, junto con el TEM. Recientemente se han hecho esfuerzos por analizar la información que se obtiene por OIM para calcular las parejas eje-ángulo que permitan clasificar a las fronteras de grano utilizando el modelo de sitios de coincidencia <sup>[14]</sup>; OIM es una herramienta poderosa para este tipo de análisis por el cual se pretende analizar la estructura de la frontera de grano. En el presente, el OIM requiere de la complementariedad del MET, debido a la limitación de su resolución; sin embargo, no cabe duda que la importancia del OIM en este ámbito la hará perfeccionarse de modo tal que se pueda conjuntar en un solo hardware las dos técnicas.

La complejidad del estudio experimental de la frontera de grano, requiere del uso de varias técnicas de análisis. El saber si el modelo de la estructura cuasicristalina de la frontera de grano o algún otro es válido, requiere del uso de técnicas modernas. La frontera de grano tiene un espesor de 2 o 3 diámetros atómicos, lo cual da la pauta para escoger el equipo que se utiliza para su estudio. El que el plano de la frontera de grano presente estas dimensiones implica que el estudio estructural que se haga de ella, debe ser llevado acabo en una forma muy planificada.

El plano de la frontera de grano presenta 3 tipos de orientaciones relativas a la dirección del haz electrónico:

1. Paralelo al haz electrónico.
2. Haciendo un ángulo con el haz electrónico.
3. Perpendicular al haz electrónico.

En el caso 1 la frontera de grano presentará un espesor en la imagen de MET. Este tipo de orientación es valiosísima para ser

observada por microscopía electrónica de transmisión de alta resolución. De esta manera, las posiciones atómicas de un lado y del otro del plano frontera, podrán ser estudiadas en detalle. En el patrón de difracción se tendrán reflexiones pertenecientes a ambos cristales, ya que estos serán producidos por el tipo de ordenamiento que se presente en la frontera de grano. En este caso, el OIM puede ser de mucha ayuda, ya que nos da una idea muy precisa de los patrones de difracción que deberíamos de esperar en ambos granos y en la frontera (el OIM en la frontera de grano funcionaría como la nanodifracción para este caso).

En el caso 2 la frontera presentará un espesor muy grande comparado con el caso 1 (el cual es de unas cuantas decenas de nanómetros). Aquí tendremos que la región de la frontera de grano presentará la contribución del cristal 1 y el 2, aparte de las dislocaciones presentes en la frontera. Este es el caso analizado en varios libros de microscopía electrónica de interfaces. La contribución de ambos cristales producirá el efecto Moiré, lo cual amplificará las señales provenientes de los defectos de la frontera, tal como se presenta en esta tesis. Es muy probable que estas técnicas presenten señales de difracción que permitan comentar al respecto del tipo de defectos estructurales que se tienen en el plano de la frontera de grano. En este caso el OIM también es de gran ayuda, ya que, dependiendo del tamaño del cristal (mayores a  $0.1\mu\text{m}$ ), aparte de que podemos obtener los patrones EBSP de ambos cristales sin ningún problema (los que forman el Moiré), también podemos hacer un análisis de la estructura de la frontera de grano por medio del cálculo

de las parejas eje-ángulo como se ve en trabajos recientes<sup>[15]</sup>, donde aplican el OIM para obtener dichas parejas.

El caso 3 es muy especial, en el sentido de que la MET se reduce prácticamente a la microscopía convencional, ya que no presenta restricciones con respecto al modo de operación imagen, y al modo difracción. Para observar una gran diversidad de patrones de Moiré, producidos por la sobreposición de ambos cristales que conforman la frontera de grano.

En este último caso, la MET tiene la ventaja sobre la OIM, pues es la única que nos puede mostrarnos la existencia de los Moirés. Por medio de la MET podemos obtener también, en este caso, alguna relación muy localizada entre los arreglos cristalinos y los defectos que se presentan.

## CONCLUSIONES

Nuestro objetivo, era hacer notar que la técnica de OIM y EBSD complementan muy bien la información que se obtiene con las técnicas de MET. Al analizar UNA muestra por medio de las técnicas tradicionales de MET, calculamos desorientaciones que van de  $0.2^{\circ}$ - $3^{\circ}$ . Esto se obtuvo también cuando analizamos la muestra por OIM, por lo cual podemos decir que se cumplió nuestro objetivo. Pudimos observar también la utilidad y apoyo que nos brindan estas nuevas técnicas, ya que dan información relacionada con los planos atómicos en muestras preparadas por métodos relativamente sencillos.

Por lo tanto, algunos puntos relevantes son los siguientes:

1.- La microscopía electrónica de barrido en conjunto con la técnica de difracción de electrones retrodispersados (EBSD) y la técnica de microscopía de orientación de imagen (OIM), presentan una alternativa real en el estudio de la estructura de la frontera de grano, ya que permite obtener información elemental y adicional sobre los tipos de granos y las fronteras que conforman la muestra en estudio.

2.- La microscopía electrónica de transmisión convencional juega un papel crucial en el estudio de la estructura de la frontera de grano. El estudio del contraste producido por el fenómeno de interferencia (Moirés), así como el estudio del contraste de dislocaciones cristalinas y dislocaciones de frontera de grano, son indispensables en este tema.

3.- Ambos equipos dan información complementaria de la estructura de la frontera de grano.

## BIBLIOGRAFÍA

- [1] R. C. Pond, PhD thesis, U.K. (1977).
- [2] D. Romeu and A. Gómez. *Scripta Mater.*, 44, (2001), 2617.
- [3] Romeu D., Beltrán del Río L., Aragón J.L. and Gómez A. (1999). *Phys. Rev. B.* 59, 5134.
- [4] Reyes Gasga, Tesis de Maestría; Universidad Nacional Autónoma de México. 1986
- [5] Reyes Gasga Tesis de Maestría; Universidad Nacional Autónoma de México 1986.
- [6] D. Romeu. "Interfaces and Quasicrystals as Competing Crystal Lattices I. Towards a crystallographic Theory of Interfaces". México, 2002.
- [7] Bunge, H., in *Mathematische Methoden der Texturalyse* (1969).
- [8] G. Gottstein, L. S. Shvindlerman, 'Grain Boundary Migration in Metals', U.K. (1999).
- [9] Rodrigues, O., *J. De Mathematiques Pures*, 5, 380, (1840).
- [10] Avner. "Introducción a la Metalurgia Física". Mc. Graw Hill.

[11] D. Shechtman, J. Blech, D. Gratias, J.W. Chan. Phys. Rev. Lett. 53 (1984) 1951.

[12] S. Ranganathan, K. Ramakrishnan, U. D. Ulkarni, N.K. Mukhopadhyay, Materials Science and Engineering 294 (2000) 429; D. Romeu, Memorias del VI Congreso Interamericano de Microscopía Electrónica (VI CIA-SEM), Veracruz, México. Acta Microscópica Págs. 79-81; D. Romeu, Phys. Rev.B; enviado.

[13] Phys. Rev. Lett. 55 (1985) 2883.

[14] Dingley, D.J. Materials science and technology, 13, 69-78, (1997).

[15] V. Randle "The measurement of the Grain Boundary" 1993.

## **CONSULTAS**

Fullman, D., 1957. Acta Met. 5,638.

Reynolds, J.E., Averabach B.L., 1957. Acta Met. 5, 29.

J. Reyes y M.J. Yacamán ' Microscopía Electrónica' F.C.E. (1995)  
Méx.

G.A. Chadwick and D.A. Smith (Eds.), 'Grain Boundary Structure and Properties', USA (1976).

Reed – Hill, R.E. "Principios de metalurgia física". C.E.C.S.A. México.

M. Brillouin, Ann. Chem. Phys. 13, 77 (1898).

G. Quincke, Proc. Roy. Soc. A76, 431 (1905).

W. Rosenhain, D. Ewen, J. Inst. Metal 10, 125 (1913).

N.F. Mott, Proc. Roy. Soc. 60, 391 (1948).

W.L. Bragg, Proc. Roy. Soc. 52, 54 (1940)

J.M. Burgers, Proc. Roy. Soc. 52,52 (1940)

W.T. Read, W. Shockley, Phys. Rev. 78, 275 (1950).

J. C. Li, J. Appl. Phys. 32, 525 (1961).

J. H. Van der Merwe, Proc. Phys. Soc. A63, 616 (1950).

C. g. Dunn, Annual AIME Meeting, San Francisco, (1959).

Ranganathan, Acta Cryst. 21, 197 (1966).

W. Bollman, Hil. Mag. 16, 363 (1967)

F. C. Frank, Conf. Plastic Deformation Pitts. 150, (1950).