



UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE
MÉXICO

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

PROGRAMA DE MAESTRIA Y DOCTORADO EN
INGENIERIA

FACULTAD DE QUIMICA

*Caracterización de la Estructura de Borde de Grano
en Dendrítas de Latón
Con Microscopía de Orientación de Imagen*

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

MAESTRO EN INGENIERIA

Ingeniería Química- Metalurgia

P R E S E N T A:

I.Q.M. Walter Vladimir Medrano Vertiz



Facultad de Química "UNAM"

TUTOR:

M en C. Ma. Eugenia Noguez Amaya

MÉXICO, D.F.

2011



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.

JURADO ASIGNADO:

Presidente: Dr. Cabañas Moreno Gerardo

Secretario: Dr. Campillo Illanes Bernardo Fabian

Vocal : Dr. Barba Pingaron Arturo

1^{er}. Suplente: Dr. García Hinojosa José Alejandro

2^{do}. Suplente: Dra. Noguez Amaya María Eugenia.

Lugar o lugares donde se realizó la tesis:

Edificio D, Depto. De Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Química, UNAM, México
Depto. de Ciencia de Materiales, Facultad de Ingeniería, Universidad de Ghent, Bélgica
Instituto de Investigaciones de Materiales, UNAM, México

TUTOR DE TESIS:

M. en C. Ma. Eugenia Noguez Amaya

AGRADECIMIENTOS:

Quiero agradecer a Dios por permitirme terminar este trabajo, así, por la fortaleza y bendiciones que me da día a día. Gracias Señor.

A la Maestra Maru Eugenia, el mundo necesita muchas personas como usted, es un ángel de Dios, en verdad estoy agradecido de conocerla y gracias por apoyarme tanto en lo académico, como en lo personal, es un privilegio trabajar con usted y siempre la llevare en mi corazón. Gracias Maestra, muchas gracias. No sé como agradecerle todo. Dios la seguirá recompensando.

Al Dr Yvan Houbaert y familia. Gracias por recibirme en su casa y darme esa gran hospitalidad, son grandes personas, aprendí mucho (académico y cultural); y tengan por seguro que siempre llevare un pedacito de Bélgica en mi corazón.

A los profesores Guillermo Salas y José Ramírez por las muy valiosas aportaciones a este trabajo y saber que cuento con ustedes.

Al Departamento de Ciencia de Materiales de la Universidad de Gante: Nuria, Peter M., Ivonne, Fer, Edgar, en fin a todos.

Al Omar Novelo de Instituto de Investigaciones de Materiales, por las facilidades dadas para el análisis de este trabajo.

Al Dr Francisco Cruz, por sus valiosas aportaciones y enseñanzas.

A la maestra Marta Rivas del CINVESTAV saltillo.

A mis amigos que siempre están conmigo: Martell, Leo, Pepe, Fer, Marta y familia, Ata, Adair, Carlos Castillo, Beto y Familia, Ricardo y familia, Rodrigo y familia, Doña Eli, Saul, Nacho, Esther, en fin, son muchos y a todos: Gracias

Al Tio Beto. Su experiencia me hizo más fuerte.

A mis suegros Chela y Arturo

A Jorge y Karina

A mi Universidad UNAM, es indescriptible el orgullo que siento de pertenecer a esta gran institución. Mi corazón es azul y mi piel es dorada.

DEDICATORIAS

A mis padres Arturo y Paz. En esta nueva etapa de mi vida me han apoyado mucho y son un gran ejemplo para mí. Gracias por enseñarme los valores que yo ahora heredare a mi familia. LOS AMO.

A mi abuelo Arturo. Sigue y seguirá siendo mi general y esa experiencia que tiene espero algún día tenerla. LO QUIERO.

A mis hermanos Marvin y Libian. LOS AMO y se que puedo contar con ustedes.

A mis sobrinos Hamlet, Eyla y el Chaparrin de Kahel. Espero ser ejemplo para ustedes. LOS QUIERO

A mi cuñis Roger. Gracias y que Dios te bendiga mucho.

La principal dedicatoria es para tres personas:

Dany; has cambiado mi vida, eres el amor de mi vida y este trabajo te pertenece a ti, soy bendecido día a día en tenerte y gracias por estar conmigo en las buenas y en las malas; en apoyarme siempre. TE AMO MUCHO mi costillita.

Fridita: Te amo mucho hija, eres la razón por la que estoy día a día superándome y sé que Dios te bendice mucho, eres mi tripita de agua y quiero que sepas que este trabajo es para ti. TE AMO MUCHO mi bebe.

Diego: Se que estas con mi padre, me diste mucha fortaleza, por ti mi vida ha sido diferente y sé que tu propósito en esta vida está siendo cumplido. Dos días fueron suficientes para saber lo frágil y lo fuerte que soy, TE AMO MUCHO hijo y gracias por bendecirnos.

*Delítate en el Señor,
Y él dará las peticiones de tu corazón.
Encomienda al Señor tu camino, y espera en él,
Y él hará.*

Salmo 37:4-5

INDICE

Introducción.	1
Capítulo I. Marco Teórico.	3
1.1 Bordes de grano	4
1.2 Criterio de desviación para CSL	11
1.3 Coherencia de los bordes de interfase	13
1.4 Dendritas	14
1.5 Aleación base Cu-Zn	18
1.6 Relación de orientación	19
1.7 Microscopía de Imagen Orientacionada- OIM	21
Capítulo II. Experimentación.	26
2.1 Generalidades	27
2.2 Equipo y materiales	27
Capítulo III. Resultados y análisis de resultados	30
3.1 Microscopio óptico.	31
3.2 Resultados de EBSD de la muestra de latón monofásica	32
3.3 Resultados de EBSD del la muestra de latón bifásica	36
3.4 resultados de EBSD del latón bifásico homogenizada	50
Capítulo IV. Conclusiones.	56
4.1 Sobre la caracterización de las dendritas del latón.	57
4.2 Comentarios sobre la técnica de OIM	58
Capítulo V. Bibliografía.	59

INTRODUCCIÓN

En su procesamiento, los materiales metálicos normalmente pasan por el proceso de la solidificación. En su mayoría, si son piezas coladas, tienen una solidificación dendrítica. Los latones colados tienen el proceso de solidificación dendrítica. La importancia de esta estructura se debe a que se ha desarrollado la noción de que el espaciamiento de los brazos dendríticos secundarios (EDS) influencia las propiedades del material. Esta afirmación se relaciona con la ecuación de Hall Petch, la cual indica que el tamaño de grano es inversamente proporcional a algunas propiedades mecánicas, es decir, a menor tamaño de grano mayor será la propiedad del metal. Con las estructuras dendríticas, se establece que, a menor EDS, en general, mejoraran las propiedades. Para hacer esta afirmación no se ha considerado si existe una verdadera estructura de borde alrededor de los brazos de las dendritas. Esto, además de los demás factores que intervienen en las piezas coladas y que pueden modificar las propiedades como la segregación, porosidad, inclusiones, etc.

J. Campbell [1] expone que, quizá, en algunos casos, no hay bordes de grano entre los brazos de las dendritas, esto pudiera ser verdad en los metales monofásicos. Sin embargo J. Campbell también postula que existe desorientación de ángulos que se forman en las dendritas, puntualmente entre los brazos dendríticos.

En numerosos estudios se ha encontrado que las propiedades mecánicas de un material dependen de las características de sus bordes de grano, de allí el surgimiento de la llamada "Ingeniería de bordes de Grano". T. Watanabe [2] ha encontrado y estudiado esa dependencia de la característica del borde de grano con las propiedades mecánicas. Él establece lo que se llama "característica estructural de borde de grano", que comprende la clasificación de los bordes de grano por su relación de ángulos, estudiando los bordes de grano de alto ángulo que incluye los bordes de grano sigma (Σ), los bordes de grano aleatorios y los bordes de grano de bajo ángulo, además de su conectividad.

Los estudios realizados por T. Watanabe han sido apoyados por el uso de la microscopia de orientación de imagen (OIM), desarrollado por B. Adams, S. Wright y K. Kunze en 1992 [3]. Con ésta se mide de forma local la orientación de las redes cristalinas por medio de Patrones de Difracción de Electrones Retrodispersados (EBSP o EBSD). OIM es una herramienta poderosa para el estudio del borde de grano y ha revolucionado en gran medida al estudio de propiedades en materiales policristalinos.

Existe muy poca información con respecto a la caracterización de la intercara de los EDS con respecto a la matriz; no se tienen datos de las características de dichos “bordes” ni su influencia en las propiedades mecánicas, ni las variables que los modifican.

El objetivo de este trabajo es el de obtener información sobre las características estructurales del límite en brazos interdendríticos en latones monofásicos y bifásicos. Además, se visualiza el cambio de las características estructurales dendríticas del borde de grano al homogeneizar el latón bifásico. Con esto se podría inferir, mediante la comparación con los estudios de borde de grano, la relación que estos bordes dendríticos podrían tener con las propiedades mecánicas.

Este trabajo se considera una parte inicial de un proyecto más amplio de caracterización de dendritas de latón de diferentes tamaños y con distintas propiedades tensiles, usando la técnica de OIM. Ésta se postula como una técnica ideal para analizar parámetros de orientación y de límite de los brazos que lleguen a explicar las diversas propiedades mecánicas y químicas que se obtienen, en forma experimental, al variar tamaños de dendritas.

El presente trabajo se centra en el aprendizaje del manejo de la técnica OIM para caracterizar el borde dendrítico y de grano. Fue posible realizarlo por la cortesía de la Universidad de Gante, Bélgica, al permitir el uso del Laboratorio de Ciencia de Materiales y la del Instituto de Materiales de la UNAM, que puso a disposición el software TSL analysis OIM versión 3, para análisis de los resultados, una y otra vez.

Capítulo I

MARCO

TEORICO

1.1 BORDES DE GRANO.

La mayoría de los investigadores físicos y metalúrgicos distinguen entre “bordes de grano” (los que existen entre la misma fase) y “bordes de interfase” (cuando existen entre fases o composiciones diferentes). [4][5]. En esencia, la mayoría de las veces, la referencia es simplemente al borde o límite entre cristales, sin importar que sean de la misma fase o de diferentes fases. Este es el concepto que se manejará en este trabajo. Sin embargo, más adelante se hablará de la coherencia entre fases, que es un concepto distintivo que se maneja al hablar de diferentes fases y el cual se tiene la necesidad de exponer ya que parte de este trabajo se realiza con un latón alfa-beta.

Los bordes o límites de grano son defectos de la red cristalina y la mayor fuente de heterogeneidad microestructural en los materiales metálicos y cerámicos. Los bordes de grano (incluidos los bordes interfaciales e interfases) son los sitios preferenciales para desarrollar fenómenos asociados con la fractura de los materiales policristalinos.

T. Watanabe et al. desde 1984 [2] propusieron el concepto de “diseño de borde de grano” para obtener materiales policristalinos resistentes y dúctiles. Este concepto evolucionó a “ingeniería de borde de grano” para el desarrollo de materiales estructurales tenaces y resistentes. Ellos han demostrado que la fractura de bordes de grano individuales depende fuertemente del tipo del borde de grano y el proceso de fractura puede ser controlado por medio de la microestructura del borde de grano. Las propiedades físicas, químicas y mecánicas de los bordes de grano dependen del tipo y estructura de los bordes en materiales metálicos.

Los parámetros para caracterizar la estructura de borde de grano son:

- La distribución del carácter o tipo de borde.
- La conectividad.

En cuanto al carácter, estos pueden ser de acuerdo a su orientación:

- Bordos de bajo ángulo (ángulo de desajuste menor a $11^\circ - \pi/12 \text{ rad}$)[2].
- Bordos de alto ángulo.

Los bordes de grano son llamados de alto ángulo cuando las redes cristalinas de cada grano tienen un ángulo θ de desorientación grande que va de 15° en adelante. Los bordes de grano con desorientación por debajo de 15° son llamados de bajo ángulo. El establecimiento del borde de 11° o de 15° , aparece en la literatura según el autor y en este trabajo se tomara como límite el de 15° .

Se conocen dos tipos especiales de borde de grano, de acuerdo a la forma en que se pueden medir los ángulos entre los granos: el borde de grano de inclinación y el límite de grano de torcedura. En un límite de grano de inclinación, el eje de rotación de las orientaciones de cristal es paralelo al plano del borde y, en bordes de grano de torcedura el eje de rotación es perpendicular al plano divisorio como se ilustra en la figura 1.

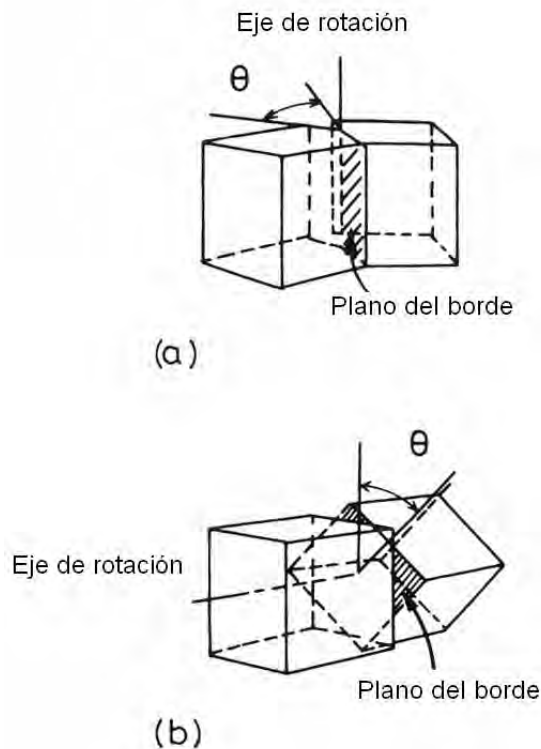


Figura 1.- Orientación entre dos cristales en límites de grano de inclinación (a) y límites de grano de torcedura (b). [5]

La forma clásica del estudio, que describe a los bordes de grano indica que los bordes de grano de bajo ángulo pueden ser descritos fácilmente mediante redes de dislocaciones en dos dimensiones; esto es llamado modelo de dislocaciones para bordes de grano. Un ejemplo de la estructura de borde de grano de bajo ángulo para un borde de grano de inclinación se da en la figura 2. En bordes de inclinación de bajo ángulo, el borde es considerado como una serie de dislocaciones de borde paralelas, mientras que un borde de grano de torcedura de bajo ángulo es considerado como un juego de dislocaciones de tornillo.

En general, los bordes de grano consisten en una mezcla de bordes de inclinación y de torcedura y por lo tanto ambos bordes contienen dislocaciones.

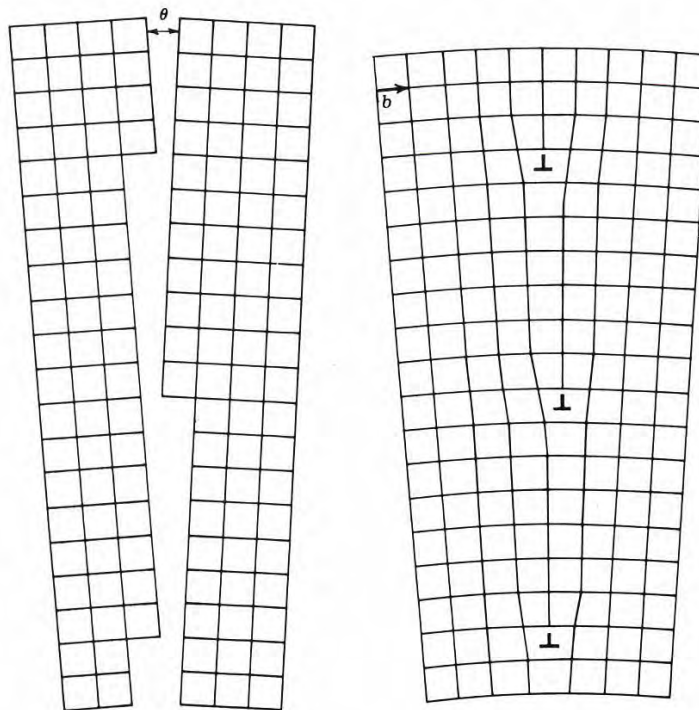


Figura 2.- Modelo de límite de grano de bajo ángulo donde se observa los espaciamientos de las dislocaciones.

Una manera para describir los bordes de grano de alto ángulo es el modelo de sitios coincidentes en la red o *Coincidence Site Lattice* (CSL) que se define como el recíproco de la densidad de puntos coincidentes en la red por medio de planos, direcciones y rotaciones de ángulos de las redes. -se verá con mayor detalle más adelante-. El CSL puede describir al borde de grano de alto

ángulo como una red de estructura ordenada en la orientación de dos granos adyacentes con alta densidad de sitios coincidentes. [6]

El modelo de CSL ya ha sido usado durante varias décadas y este modelo es útil en la investigación de límite de grano. Un ejemplo de la formación de CSL se muestra en la figura 3, donde se observan dos redes sobrepuestas –blanca y negra –, simulando el límite de grano, ambas redes tienen puntos comunes o coincidentes –círculos blancos grandes-, en este caso de cada cinco puntos de cada red hay un punto coincidente para ambas redes. A la densidad recíproca de estos puntos coincidentes se le denomina sigma (Σ), en este ejemplo el CSL es $\Sigma 5$. Los Σ se pueden dar tanto en bordes de grano de inclinación como en bordes de grano de torcedura. El primero en estudiar los ejes rotacionales para la existencia de superredes en el cual una fracción de puntos de la red ($1/\Sigma$) coinciden, fue G. Friedel en 1926 [7].

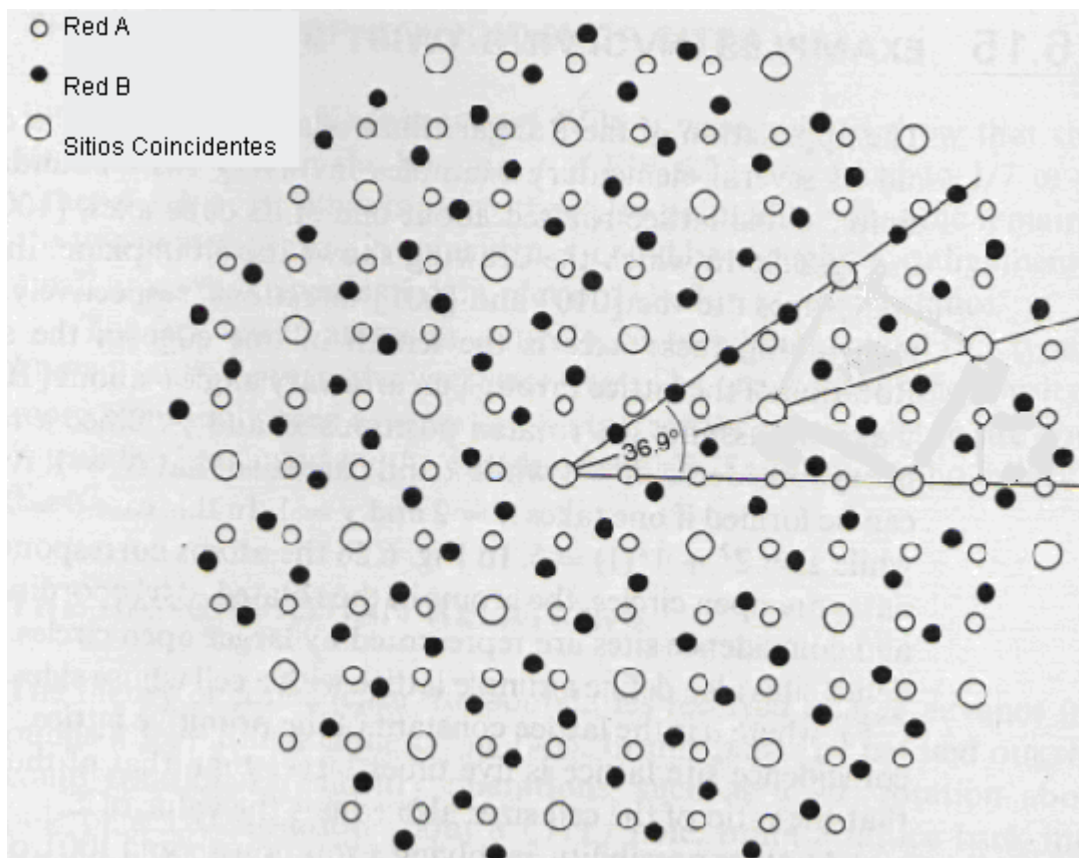


Figura 3.- Modelo de sitio coincidente de red obtenido a 36.9° para formar un $\Sigma 5$.

Los bordes de alto ángulo pueden ser de sitios coincidentes, especificados mayoritariamente en la literatura por $\Sigma 3$ a $\Sigma 29$ y dentro del máximo ángulo de desviación de la orientación de coincidencia exacta dada por el criterio de Brandon $\Delta\theta = -\pi(12 \Sigma^{1/2})$ que se explicará más adelante. Además, existen los bordes de grano “aleatorios” (random) de alto ángulo, sin ninguna orientación especial.

Los bordes de bajo sigma y los de bajo ángulo son bordes que generalmente tienen baja energía y los aleatorios, son bordes de alta energía, estos son débiles mecánicamente y son los preferidos para la nucleación.

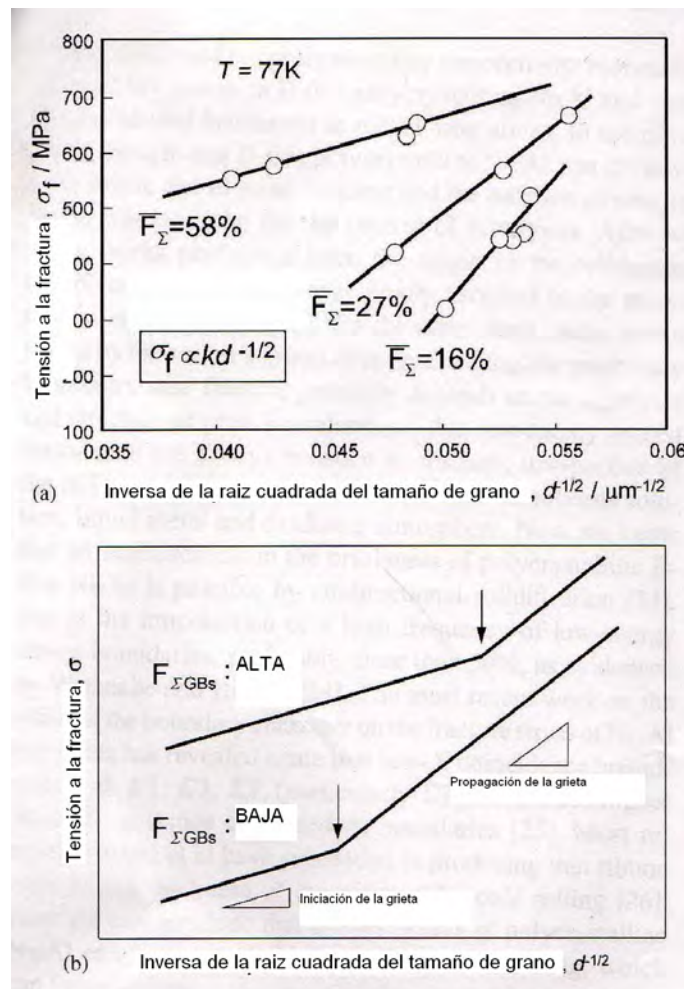
El grado más alto posible de coincidencia en un sistema cúbico, aparte de un cristal perfecto, es un borde $\Sigma 3$. G. Hasson y C. Goux en 1970 [8] predijeron en un sistema computacional que la energía de los bordes $\Sigma 3$ era cercana a cero y un año después lo demostraron en un sistema de bordes de aluminio llegando a la conclusión que los bordes $\Sigma 3$ son muy favorables en su comportamiento mecánico y químico. [9]

En la tabla 1 se muestra Σ en sistemas de redes cúbico-cúbico.

Tabla 1.- CSL valorados hasta 35b representados en pares de ángulo(θ)/eje(uvw).

Σ	$\theta(^{\circ})$	UVW	Σ	$\theta(^{\circ})$	UVW
3	60	111	31a	17,9	111
5	36,86	100	31b	52,2	211
7	38,21	111	33a	20,1	110
9	38,94	110	33b	33,6	311
11	50,47	110	33c	59	110
13a	22,62	100	35a	34	211
13b	27,79	111	35b	43,2	331
15	48,19	210			
17a	28,07	100			
17b	61,9	221			
19a	26,53	110			
19b	46,8	111			
21a	21,78	111			
21b	44,41	211			
23	40,45	311			
25a	16,26	100			
25b	51,68	331			
27a	31,59	331			
27b	35,43	210			
29a	43,6	221			
29b	46,4	221			

La relación de Hall-Petch también depende del carácter y estructura del límite de grano, esto lo explica T. Watanabe [10]. Él y otros investigadores encontraron que la pendiente de Hall Petch depende de lo que llaman microestructura del borde de grano o carácter y distribución del borde de grano (GBCD). Cuando se encuentra una frecuencia alta de bordes de bajo Σ , la pendiente disminuye y solo se observa una iniciación del proceso de fractura y cuando se encuentra una baja frecuencia de bordes de bajo Σ , la pendiente aumenta y se observa una propagación del proceso de fractura y a su vez el proceso de fractura depende del tamaño de grano como se ilustra en la gráfica 1.



Gráfica 1.- Tamaño de grano contra la tensión a la fractura (σ) en policristales de molibdeno con diferentes niveles de frecuencia de bordes (F_{Σ}) de bajos Σ . Las pendientes cambian dependiendo el nivel de la frecuencia de bajos Σ tanto en (a) como en (b).

Los bordes de grano controlan las propiedades mecánicas de los materiales policristalinos. Durante la deformación plástica en una red policristalina las dislocaciones de la red interactúan con los bordes de grano. Desde los años 70's se sabe que esta interacción de dislocaciones depende del carácter y estructura de los bordes. Estos pueden ser fuentes de dislocaciones, barreras o camino preferencial dependiendo de su carácter y distribución. Se acepta ampliamente que la generación de apilamientos de dislocaciones es la fuente de endurecimiento provocada por los bordes de grano. El efecto del tamaño de grano se ha explicado sólo como dependiente del número de apilamientos, es decir, del tamaño de grano. Sin embargo, siguiendo a Watanabe ésta situación depende del carácter y distribución del borde [11].

La importancia radica en que si un policristal tiene alta frecuencia de bordes aleatorios, débiles y de alta energía, la fractura intergranular se genera y se propaga a través de ellos, resultando en fractura frágil, causada por el tipo de borde de grano dominante. Por otro lado, los de baja energía no son sitios preferenciales para la segregación de elementos fragilizantes y los de alta energía sí lo son.

Si predominan los bordes aleatorios y están interconectados, ocurre la típica fractura frágil. La fractura se propaga a través de caminos zigzagueantes de bordes aleatorios. Si los de baja energía interfieren el paso, la fisura no se propagará por la alta resistencia de éstos.

La figura 4 muestra una configuración geométrica de la conectividad de diferentes tipos de borde de grano. La conectividad puede controlar el modo de fractura y la probabilidad que continúe la propagación de la grieta en materiales policristalinos. Cuando se tiene una frecuencia mayor al 70% de bordes aleatorios y en una triple unión están conectados, la fractura dominante será intergranular, como se muestra en la región B de la figura 4; pero si se tiene más de un tercio de bordes de bajo Σ , de todos los bordes de grano existentes, por probabilidad de la conectividad en la unión triple, dará una fractura intragranular, región A de la misma figura. [2][10]

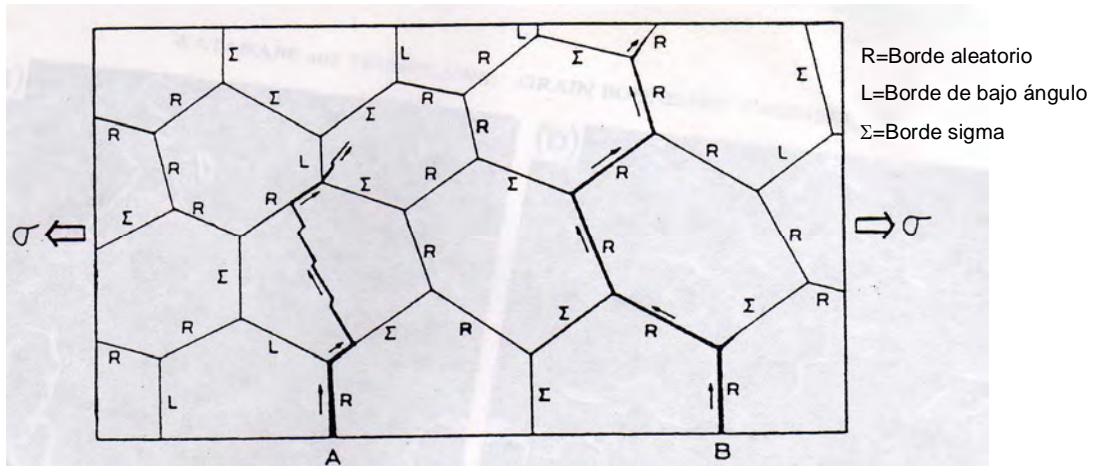


Figura 4.- Representación del proceso de fractura y su dependencia con la conectividad de la estructura de borde de grano. [2][10]

T. Watanabe et al., han hecho predicciones de fracturas en materiales y también han realizado experimentaciones para modificarlos para hacer los materiales tenaces, con lo que llaman ingeniería de bordes de grano, teniendo éxito en molibdeno y en algunas otras aleaciones. [2][10-14]

Con respecto a las propiedades mecánicas tensiles hay muy poca información en la literatura. R.K. Bandari et al., encontraron que el incremento en el porcentaje de elongación es aumentado por la presencia de los bordes Σ . [15]

1.2 CRITERIO DE DESVIACIÓN PARA CSL

La forma teórica del CSL, sería muy limitada si se utilizara estrictamente, es por eso que se encuentran estudios los cuales validan tolerancias permisibles en CSL. Los primeros en estudiar esta tolerancia fueron Read y Shockley [16] donde proponen que una intercara de baja energía, como el caso de los CSL, puede mantenerse por un arreglo de dislocaciones similares a los bordes de bajo ángulo. El efecto de la red debe de compensar el desajuste en el CSL, es decir, hay una imposición de arreglo de dislocaciones en los borde CSL, el cual es equivalente a la periodicidad característica de los CSL.

Los métodos que estiman la desviación de CSL aun son controversiales pero válidos ya que se usan comúnmente. Uno de los métodos es dado por Kokawa [17], él calcula la desviación del ángulo en función de la desviación del ángulo de rotación y la del eje de rotación. Este método ha sido aceptado como un método tradicional y genera diferentes desviaciones. Otro método es una aproximación analítica, está dada por Bleris et al. [18] dicho método usa matrices de los CSL experimentales y CSL teóricos para obtener una matriz de desviación, esto, asumiendo que M_e es la matriz de rotación real del bicristal, M_c la matriz de desorientación de CSL, por lo tanto la matriz que expresa la desviación es $M_d = M_e(M_c)^{-1}$ y así se deduce el ángulo de desviación.

En el caso del método de Kokawa para un borde $\Sigma 3$ se obtienen veinticuatro desviaciones que van de 0.103 a casi 3 grados mientras que en el caso del método de Bleris se fija en 1.047 grados.

El criterio de especialidad o la desviación máxima permisible de un borde desde una desorientación especial es dada por:

$$\Delta\theta = b/d_{\min}$$

Donde b es el vector de Burgers y d_{\min} el espaciamiento cercano permisible de la dislocación la cual debería ser del orden de la periodicidad del borde. Claro que es difícil dar una expresión general para $\Delta\theta$ como función de Σ es por eso que varios investigadores dan aproximaciones validas teniendo entre ellas el criterio de Brandon –se profundizara mas en la sección 1.7 del presente capitulo- que ha sido usada por muchos investigadores.

El modelo de CSL no es el único estudiado para los bordes especiales cuando hay una coincidencia en las redes. Otro modelo estudiado es el modelo de “*cercana coincidencia*”, éste existe cuando se puede visualizar dos dimensiones de un CSL en un plano específico del borde, hay una correspondencia de las redes atómicas en dos dimensiones en la intercara. Así, a diferencia del modelo de CSL, este concepto puede aplicarse a muchos

bordes de diferentes fases y son una generalización del concepto de coincidencia exacta desarrollados para las intercaras de materiales cúbicos.[9][40]

1.3 COHERENCIA DE LOS BORDES DE INTERFASE

Los bordes entre cristales de fases diferentes o de diferentes composiciones se suelen clasificar como coherentes, semicoherentes e incoherentes.

La intercara coherente existe cuando los dos cristales coinciden en el plano de la intercara de tal manera que las dos redes cristalinas son continuas a través de ésta. Esto sólo se logra cuando el plano interfacial tiene la misma configuración cristalina en las dos fases. La energía es muy baja. Esto puede suceder p. Ej., entre un plano 111 fcc y el 0001 de un hcp. El hecho de que un átomo se una a otro de distinta especie en la intercara, hace surgir lo que se denomina “energía química de intercara” en esa coherencia. Cuando la distancia atómica entre los dos cristales de la intercara no es idéntica, todavía se puede mantener la coherencia mediante una pequeña energía de deformación.

La intercara de semicoherencia se presenta cuando se tiene menos de 25% de diferencia entre las distancias reticulares de las fases. La diferencia es compensada por dislocaciones ubicadas cada cierto espacio (D) que logran la periodicidad de coherencia, es decir, con las dislocaciones, la intercara posee un ajuste casi perfecto de entre las redes, excepto en la parte de donde se encuentran las dislocaciones, ya que en esa zona se presentan distorsiones y los planos de la red son discontinuos –Figura 5. Existe la intercara semicoherente compleja que será explicada en el punto 1.6.

La intercara incoherente se encuentra cuando las diferencias de los parámetros reticulares de las fases sobrepasan el 25% de diferencia, por lo cual no hay un buen ajuste o apareamiento en la intercara. Su energía es muy alta y por lo regular se consideran bordes aleatorios [5].

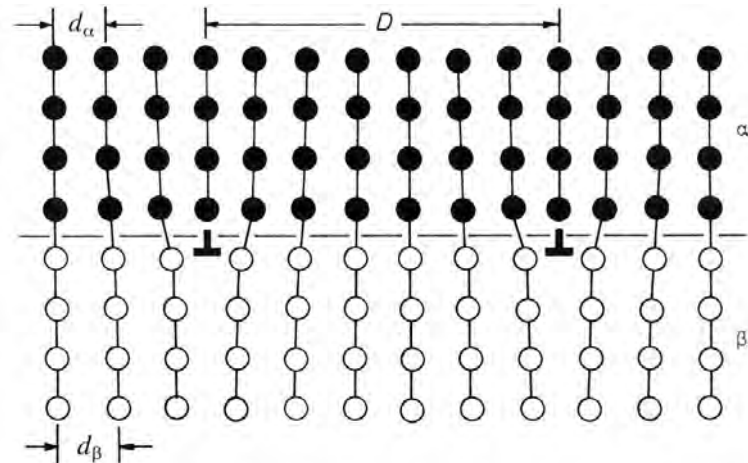


Figura 5. Modelo de intercara semicoherente, ajuste de las redes cristalinas con dislocaciones.

1.4 DENDRITAS

Los metales colados, en su mayoría, tienen una solidificación dendrítica. Se ha establecido que el origen del crecimiento dendrítico en aleaciones es debido al rechazo del sólido que se forma enfriándose por debajo del punto de fusión o del líquidus. El sólido aumenta en la interfaz sólido-líquido y baja la temperatura debido a su composición. Por esto, el líquido remanente se encuentra subenfriado y en esta situación se desarrollan las dendritas. Se produce también una composición no uniforme llamada segregación. La segregación, llamada también segregación interdendrítica, se forma entre los brazos dendríticos. Los centros de las dendritas son el primer líquido solidificado y las regiones entre las dendritas son ricas en uno de los elementos. [19]

Las dendritas vistas a temperatura ambiente cambian su forma debido al engrosamiento que se produce por la difusión desde la temperatura del inicio de la solidificación hasta la temperatura final. [20][21]

Algunas dendritas pueden formar maclas de crecimiento durante la solidificación, aunque no es muy común y en su mayoría las maclas se presentan durante la recristalización. [19][31]

Las dendritas han sido ampliamente estudiadas debido a las características que imparten al material.

La relación del Espaciamiento Dendrítico Secundario (EDS) con la velocidad de enfriamiento (VE) es una expresión muy conocida. M.C. Flemings, [22] establece que para aleaciones de Aluminio:

$$\text{EDS} = 60 \text{ VE}^{-0.33}$$

Se han realizado varias investigaciones para observar el comportamiento del modelo de Flemings en otras aleaciones y se ha registrado la variación en los valores del coeficiente y exponente en las distintas aleaciones. [23-27][29]

La utilidad práctica de esta relación resalta por el hecho del control que puede ejercerse en la velocidad de enfriamiento para obtener un tamaño determinado de dendrita.

Una característica que ha sido estudiada sobre todo en aleaciones de Aluminio, es la influencia del EDS en las propiedades mecánicas. Algunos autores han llegado a predecir las propiedades mecánicas como el porcentaje de elongación (%EL), el esfuerzo a la fluencia (EF), el esfuerzo a la tracción (RT) y la dureza en relación con el EDS. [23-29]

En dichos estudios se encontró que los EDS se reducen cuando la pieza se solidifica con mayor rapidez, distancias pequeñas de EDS se relacionan con incrementos de propiedades mecánicas. Con pequeñas dendritas el porcentaje de porosidad también se reduce lo que ayuda en el incremento de las propiedades mecánicas. Esto ocurre como consecuencia de su mayor área de superficie en proporción al volumen, ya que aumenta su energía total por unidad de volumen.

Este comportamiento es muy parecido al observado en el refinamiento de grano, expresado por Hall-Petch en la década de los 50's. Este comportamiento relaciona el tamaño de grano y algunas propiedades mecánicas [30]. Su observación fue hecha en metales y aleaciones recristalizadas, no de colada. En su ecuación establece que el esfuerzo de

fluencia (σ) se incrementa conforme disminuye el tamaño de grano. Así los datos experimentales exhiben una relación lineal entre el esfuerzo de fluencia y el inverso del diámetro del grano “ d ” elevado a la potencia de un medio en la forma de la siguiente ecuación [31]:

$$\sigma = \sigma_0 + K/d^{1/2}$$

Donde:

σ = esfuerzo de fluencia.

d = diámetro de grano.

σ_0 = constante.

K = constante.

Se ha encontrado que esta relación también se sigue para el caso de la dureza, la fractura dúctil y la resistencia a la fatiga.

En metales de colada, normalmente la refinación de grano es también una refinación de la dendrita. Sin embargo, un caso interesante es el que expresa L.F. Mondolfo [32] en el sentido que en el refinamiento por método químico del grano, la dendrita no cambia, o si acaso, se engrosa. Este efecto ha sido conocido y reportado por varios autores [24-26], sin embargo, no existe un estudio concluyente sobre el efecto que pueda tener en propiedades mecánicas.

J. Campbell [1] afirma que cuando los EDS son reducidos, las propiedades mecánicas son invariablemente mejores, principalmente la tenacidad. También menciona que aunque la similitud de refinar el grano y la dendrita es obvia, estrictamente hablando, deberá de ser, si acaso, un efecto similar al de Hall Petch, ya que no considera borde de grano entre los brazos de una dendrita. Sin embargo, también afirma que, en general hay pequeños defectos durante el crecimiento de las dendritas, los cuales causa que los brazos dendríticos dentro de un grano tengan pequeñas diferencias de orientación. Esta diferencia se comportará como un borde de grano de bajo ángulo entre los brazos. A mayor desajuste de orientación, mayor será la resistencia de deslizamiento de

las dislocaciones de un plano a otro y de allí el aumento de resistencia mecánica.

La importancia de caracterizar el tipo de borde de la interfaz de los brazos dendríticos con la matriz viene motivada por esta suposición de Campbell. En la literatura sobre las dendritas hay escasas referencias a los bordes de los brazos dendríticos. Y. Wang [33] buscó ángulos de $\Sigma 3$ entre la interfaz de los brazos dendríticos con la matriz, en una muestra de Ni_3Al utilizando la técnica de EBSD y este tipo de ángulo da una mejor resistencia mecánica a los materiales. También modificó con un tratamiento de homogenización el porcentaje de $\Sigma 3$ en el límite de grano de un 14.8% a un 18.5%, dando una pequeña mejoría en las propiedades del material.

Newell. W [34] reporta que en la solidificación unidireccional de una superaleación base níquel para una propela de turbina, que en estado estable y un sobreenfriamiento constante en el crecimiento de dendritas, se produce un promedio de desorientación de 2° en sus ramificaciones (DAS). Esta desorientación la relaciona con la tensión termomecánica. Por otro lado reporta que, en un estado inestable el crecimiento de las ramificaciones producen desorientaciones mayores a 6° . Concluye que el incremento de la desorientación en estado no estable, surge de la deformación plástica del tallo de la dendrita dentro de la zona pastosa de la aleación. Por lo tanto, él apoya la existencia de bajos ángulos entre las dendritas.

Kumar V. et al. [35] emplearon la técnica de EBSD para caracterizar una soldadura libre de plomo. Encontraron “colonias” de dendritas, en ellas identificaron las fases y observaron que las dendritas de la fase de estaño están separadas por bordes de altos ángulos, estas zonas tienen un promedio de 63° de desorientación, la caracterización no muestra si hay bordes de grano Σ .

Conforme a lo anteriormente expuesto, es notoria la diferencia de datos que existen con respecto a la definición de borde de grano, así como de borde o

límite de los brazos dendríticos con la matriz. En este estudio se pretende aportar datos que contribuyan a esclarecer la caracterización de la estructura existente entre esos bordes

1.5 ALEACIÓN BASE Cu-Zn

Las aleaciones base Cu-Zn comprenden un número importante de grupos de latones.

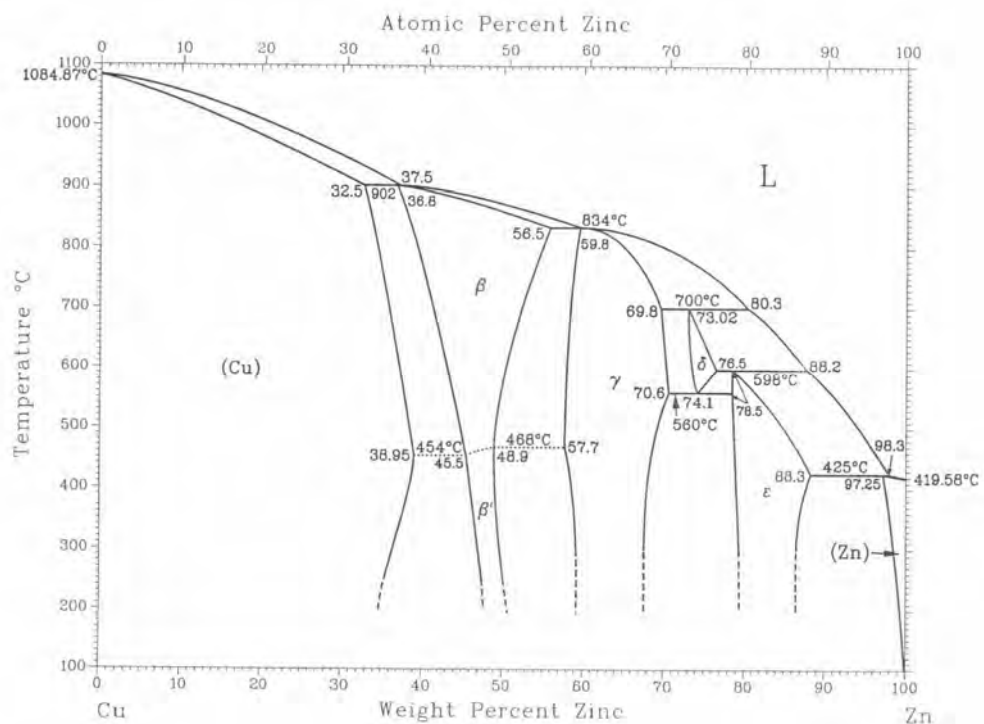


Figura 6.- Diagrama de equilibrio binario de Cu-Zn.

El diagrama Cu-Zn se muestra en la figura 6. El porcentaje atómico es similar a su porcentaje en peso. El diagrama cuenta con siete fases sólidas. En la tabla 2 se muestran las características de las fases que conforman al diagrama Cu-Zn.

Tabla 2.- Datos de la estructura cristalina de la aleación Cu-Zn.

Fase	Composición at.% Zn	Simbolo de Pearson	Grupo espacial	Designación de estructura Bericht	Prototipo
α	0 a 38,3	cF4	Fm-3m	A1	Cu
β	36,1 a 59,1	cI2	Im-3m	A2	W
β'	44,7 a 48,2	cP2	Pm-3m	B2	CsCl
γ	57,0 a 70,0	cI52	I-43m	D8 ₂	Cu ₅ Zn ₈
δ	72,5 a 76,0	hP3	P-6
ϵ	78,0 a 88,0	hP2	P6 ₃ /mmc	A3	Mg
η	97,2 a 100	hP2	P6 ₃ /mmc	A3	Mg

Todos los campos de fase simple (excepto la fase α y β) terminan en sus extremidades de temperatura elevada en puntos peritéticos, por lo tanto, hay cinco puntos peritéticos en este diagrama.

Otra característica importante es la transformación orden-desorden que ocurre en la fase cúbica centrada en el cuerpo (β - β'). Cerca de la temperatura ambiente, el campo β se extiende desde cerca del 48% al 50% de Zn, la composición estequiométrica de CuZn cae en el borde de β' (50% Zn), por tanto, la fase cúbica centrada en el cuerpo ordenada es una que esta basada en relaciones aproximadamente iguales de átomos de zinc a átomos de cobre. Este tipo de ordenamiento con igual número de dos formas atómicas en una red cúbica centrada en el cuerpo produce una estructura en la cual cada átomo esta completamente rodeado por átomos de clase opuesta. [36]

En este trabajo se utilizaron latones alfa (α) 70%Cu-30%Zn y latones alfa – beta prima (α - β') con 65.28%Cu-34.72%Zn. Los prototipo de las fases α , β y β' son importantes para la caracterización por OIM.

1.6 RELACIÓN DE ORIENTACIÓN

Una sustancial parte de la investigación en materiales policristalinos, es acerca de la determinación, evaluación y predicción teórica de la relación de orientación entre cristales adyacentes. Su aplicación práctica es importante

para el estudio de anisotropía y textura así como la evaluación de varias propiedades mecánicas.

La existencia de relaciones de orientación, podría determinar la morfología de precipitados (ejemplo en la transformación de fase austenita a ferrita, bainita o martensita en aceros, la transformación de alfa a beta de un latón, etc.) así como la presencia de baja energía en las interfases. Con un estudio detallado de la relación de orientación, se puede obtener información sobre las propiedades, el comportamiento en general de las aleaciones y sobre la nucleación en estado sólido de las fases

En el caso de redes FCC y BCC que tienen parámetros de red similares, como es el caso de algunas aleaciones Cu-Zn, la relación de orientación entre las fases se encuentra en un rango bien definido, este es el caso de los planos $\{111\}_{\text{FCC}}$ que son cercanamente paralelos a los planos $\{011\}_{\text{BCC}}$. Dentro de estos planos puede haber una variación significativa en la orientación, con la dirección $\langle 1\ 0\ 1 \rangle_{\text{FCC}}$ paralelo a $\langle 1\ 1\ 1 \rangle_{\text{BCC}}$ forma la relación Kurdjumov-Sachs (K-S) y con $\langle 1\ 0\ 1 \rangle_{\text{FCC}}$ aproximadamente 5.3° desde $\langle 1\ 1\ 1 \rangle_{\text{BCC}}$ (hacia $\langle 1\ 1\ 1 \rangle_{\text{BCC}}$) para la relación Nishiyama-Wasserman (N-W). Estas orientaciones pueden ser expresadas por un par de eje y ángulo específico o por planos y direcciones correspondientes a la red del cristal principal y el cristal producto. En la tabla 3 se muestra las direcciones y planos correspondientes, así como la relación de orientación para K-S y N-W [37-39].

Para el presente trabajo, se supone que las relaciones de orientación son formadas en la solidificación por segregación y una parte en la reacción peritética presente en la aleación.

Tabla 3. Relación de orientaciones FCC-BCC [38]

	Direcciones correspondientes	Planos correspondientes	Relación de orientación
K-S	$[101]_{\alpha} \parallel [111]_{\beta}$	$(111)_{\alpha} \parallel (110)_{\beta}$	$\langle 1\ 1\ 2 \rangle 90^\circ$
N-W	$[211]_{\alpha} \parallel [011]_{\beta}$	$(111)_{\alpha} \parallel (110)_{\beta}$	$\langle 3\ 6\ 2 \rangle 95.3^\circ$

Las intercaras con el tipo de relaciones K-S y N-W han sido clasificadas como “semicoherentes complejas” [5]. Esto se refiere a que el ajuste o apareamiento entre los átomos de las redes sería normalmente pobre; se considera de aproximadamente 8% de los átomos interfaciales; si hay grandes áreas de intercara se considerarían incoherentes. Sin embargo la coherencia se ve aumentada si se considera la existencia de escalonamientos monoatómicos en la intercara debido a dislocaciones. Este postulado teórico ha tenido algunas comprobaciones experimentales en cuanto a la existencia de otros planos en la intercara [5].

Lo importante a recalcar es que en este tipo de intercaras sí es posible encontrar coincidencias atómicas y de red, un ejemplo es el trabajo que realizó J.K. Chen y D. Farkas [42] donde teóricamente coinciden una relación de orientación K-S con sitios coincidentes en redes fcc/bcc aunque no menciona CSL como tal. Aunque no se haya encontrado un estudio experimental con microscopia OIM que lo exprese, al menos en la búsqueda previa a este trabajo. Algunos investigadores han estudiado el modelo CSL/DSC (DSC es Desplazamiento de Conservación de Simetría) para dos fases diferentes en el borde de grano. El modelo se basa en que por medio de dislocaciones se ajustan las redes atómicas y forman CSL así como las relaciones de orientación en un borde de grano de dos fases distintas; principalmente los estudios se han realizado entre redes fcc y bcc. Experimentalmente no se ha hecho mucha investigación por la complejidad que genera la preparación y observación de las muestras, la mayoría ha sido en simulación computacional. [40][41]

1.7 MICROSCOPIA DE IMAGEN ORIENTACIONADA -OIM

Antes del inicio de los 90's, caracterizar bordes de grano era una tarea complicada ya que no se contaban con técnicas sencillas para ello. Se utilizaba la técnica del Microscopio Electrónico de Transmisión (TEM), por ejemplo, para caracterizar una serie de dendritas se utilizó una topografía por rayos X para obtener mapas de desorientaciones, en el cual se realizó una combinación de

microdifracción de rayos X y una topografía experimental por medio de TEM para el análisis de materiales heterogéneos. Con el TEM se permitía conocer el área localizada y con la difracción se conocía la cristalografía de la zona. Estos datos eran manipulados matemáticamente con una alta complejidad. [43][44]

En 1992, B. Adams, S. Wright, y K. Kunze [3] desarrollaron una técnica para mediciones microestructurales en materiales policristalinos. A esta técnica se le llamo “microscopia de imagen orientacionada” (OIM por sus siglas en ingles). Las imágenes dadas por el OIM miden de forma local las redes cristalinas de una manera fácil por medio de Difracción Retrodispersada de Kikuchi (BKD) y posteriormente se daría el termino de Patrones de Difracción de Electrones Retrodispersados (EBSP o EBSD). Se aplica a varios materiales cúbicos.

El EBSD es una técnica que da información cristalográfica y es basada en el uso del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM). En el EBSD un haz de electrones bombardea una muestra que se encuentra inclinada aproximadamente 70° , como se muestra en la figura 7. Los electrones difractados son recolectados por un detector de fósforo y forman un patrón en una pantalla fluorescente [45].

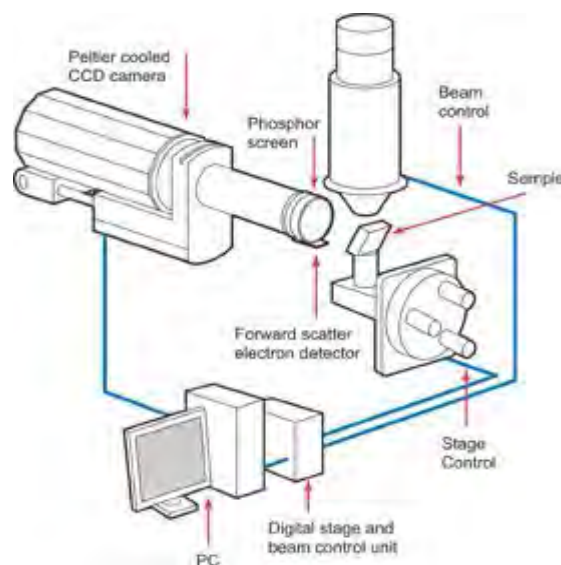


Figura 7.- Esquema de la estructura de la técnica de EBSD.

El patrón de difracción formado consiste en una serie de bandas de Kikuchi, las cuales son características de la estructura cristalina y la orientación de la región de la muestra donde se generó dicho patrón. El patrón de difracción puede ser usado para medir la orientación del cristal, las desorientaciones de los bordes de grano, en general, la información cristalina de la muestra.

El mecanismo por el cual los patrones de difracción son formados, es complejo. Cuando el haz de electrones es proyectado a la muestra en el SEM, los electrones del haz interactúan con el núcleo de los átomos de la muestra, los electrones rebotan hacia fuera de la muestra sin perder energía (dispersión elástica) y forman una fuente divergente de electrones cerca de la superficie de la muestra. Algunos de estos electrones inciden en los ángulos de los planos atómicos que satisfacen la ecuación de Bragg:

$$n \lambda = 2 d \sin \theta$$

Donde n es un número entero, λ es la longitud de onda de los electrones, d es el espaciamiento del plano de difracción y θ es el ángulo incidente de los electrones en el plano de difracción.

Estos electrones son difractados para formar una serie de “conos” ajustados de los ángulos correspondientes a cada plano de difracción. Cuando estos son usados para formar una imagen sobre una pantalla fluorescente, las regiones de mayor intensidad de electrones entre los conos producen las características bandas de Kikuchi de los patrones del EBSD mostradas en la figura 8.

El centro de las líneas de las bandas de Kikuchi, corresponden a una proyección de los planos de difracción en la pantalla fluorescente. Esta puede ser indexada por índices de Miller. Cada punto corresponde a la intersección de la dirección de un cristal con la pantalla.

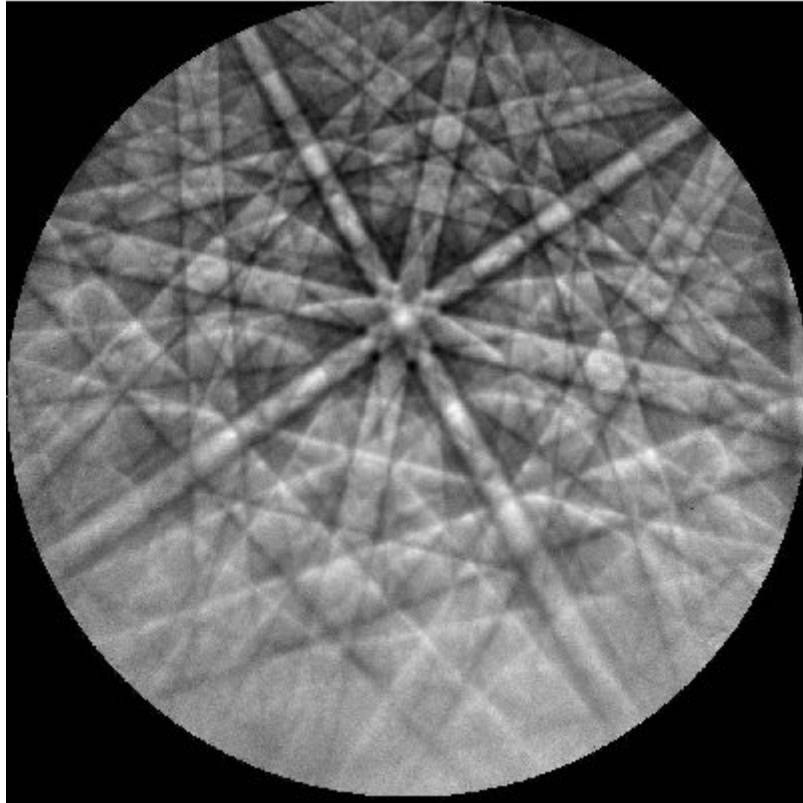


Figura 8. Patrón de difracción de bandas de Kikuchi.

Cuando el haz de electrones barre una muestra policristalina, podemos obtener: morfología de los granos, orientación y característica de los bordes de grano (como tipo de borde de grano -bajo o alto ángulo-, ejes característicos de orientación entre los bordes de grano, sitios coincidentes de red -CSL-, etc.).

Al ser comercializado el OIM se creó el software para la manipulación de datos. Este software tiene una interfaz con el usuario de forma amigable que permite crear objetos de análisis gráficos que son representaciones de los datos obtenidos como la morfología, estadísticas, mapas, etc. Estos objetos de análisis se almacenan en archivos. Se puede crear y manejar proyectos de manera interactiva. [46].

La parte del software que más se utilizó en el presente trabajo, fue el correspondiente al apartado de propiedades de mapa o “Map Properties”, donde se seleccionó en “Type CSL” y se agregaron los tipos de sigmas que se

estudiaron en el barrido, así como utilizando el apartado “Axis and Angle” se obtuvo las relaciones de orientación K-S, N-W y de macla.

Otra parte utilizada del software, es correspondiente a “Mapas de Figura Inversa de Polos” (IPF), que muestra la posición de una dirección de la muestra en relación con el marco de referencia de cristal. Así, una figura inversa de polos muestra cual dirección del cristal en la red es alineada con la dirección normal de la muestra.

OIM sólo realiza el análisis CSL sobre materiales con la simetría cúbica. Para especificar si un límite es un borde de grano CSL, se utiliza una tolerancia de desviación, ya que si se utilizara la forma teórica de CSL, está sería muy limitada. Esta tolerancia de desviación es dada por

$$\Delta\theta = K / \Sigma^n.$$

Donde K son los grados para evaluar la tolerancia, n es una constante, Σ es el CSL y $\Delta\theta$ es la tolerancia de desviación calculada. Los valores comunes son 15 grados para la K y $\frac{1}{2}$ para la n. Este es el criterio de Brandon. Hay a menudo múltiples desorientaciones que puede alcanzar un valor de Σ . Por ejemplo $\Sigma 33$ puede ser alcanzado por una rotación de 20.05 grados en el eje [110], 33.56 grados en rotación del eje [311] y 58.99 en [110]. Estas tres descripciones pueden ser combinadas en la distribución.

En los últimos diez años el EBSD ha sido una técnica bien establecida para SEM y ayuda a obtener información cristalográfica de una forma fácil. Actualmente es una herramienta poderosa para caracterización de materiales.

La preparación de las muestras para EBSD es muy compleja y puede llevar mucho tiempo encontrar un buen método de preparación, puesto que las muestras deben tener un excelente pulido para que la difracción sea óptima y así ser analizadas, es por eso, que se han hecho diversos estudios sobre la preparación de muestras. [47-49]

Capítulo II

EXPERIMENTACIÓN

2.1 GENERALIDADES

Se seleccionaron varias muestras de latón de colada, las cuales fueron descartándose durante la experimentación por la complejidad, la inexperiencia y la falta de información, principalmente sobre el ataque electroquímico y la preparación de las muestras para la técnica de EBSD, ya que sólo se encuentra esta información en forma general y no en forma específica según las características de la composición y método de fabricación de los latones.

Se realizaron varias pruebas preliminares de OIM en el microscopio electrónico de barrido con filamento de tungsteno del CINVESTAV-IPN unidad Saltillo, las cuales no presentaron una definición suficiente, y se requirió buscar otras alternativas de microscopio con filamento de emisión de campo para una mejor resolución y obtener así mejores resultados. Para la experimentación final se seleccionaron dos muestras de latón –monofásico y bifásico-.

2.2 EQUIPO Y MATERIALES

Para la realización de la experimentación se utilizó el siguiente equipo y materiales.

- Microscopio electrónico de barrido (ESEM) XL30 con un filamento de LaB₆ de la Universidad de Gante, Bélgica.
- Software “TSL OIM Analysis” de la empresa EDAX versión 4.3 y 3 (Universidad de Gante, Bélgica y Instituto de Investigaciones de Materiales, UNAM).
- Microprocesador automático ElectroPol-5 marca Struers. De la Universidad de Gante, Bélgica.
- Muestras de latón monofásico 70%Cu-30%Zn y latón bifásico 65.28%Cu-34.72%Zn.
- Electrolito D2 –fabricado por Struers- específico para aleaciones Cu-Zn.
- Nitrógeno líquido.

- Paños marca Struers -MD-Mol, MD-Nap, MD-Dur.
- Silica coloidal OP-S y OP-U de la marca Struers.
- Queroseno.
- Alúmina de 1 y 0.3 micrones.
- Solución de diamante de 1 micrón.
- Solución 1:1:1 de amoniaco-peroxido de hidrogeno-agua destilada.
- Solución de dicromato de potasio.
- Lijas de agua números: 240, 320, 400, 600 y 1200

La tabla 4 muestra la composición química en por ciento en peso de cada una de las aleaciones de Cu-Zn empleadas.

Tabla 4.- Composición química de las muestras utilizadas

Muestra	%Cu	%Zn
LA-2	70,00	30,00
LAB-2	65,28	34,72

LA-2 fue una muestra fabricada en el laboratorio utilizada en estudios anteriores y LAB-2 se fabricó especialmente para este estudio utilizando un molde metálico. Las dimensiones de los moldes fueron de 3.35 cm de diámetro por 8 cm de alto.

De ambas muestras se cortaron varias secciones las cuales se pulieron para análisis metalográfico, que consistió de un pulido con las lijas de agua del numero 240 al 1200; Terminado este proceso se pulieron con alúmina de 1 y 0.3 micrones.

Las muestras a espejo fueron atacadas químicamente con los reactivos 1:1:1 de hidróxido de amonio, peróxido de hidrogeno y agua destilada; el segundo reactivo fue una solución de dicromato de potasio (1 g), Ácido sulfúrico (4 ml), Ácido clorhídrico (2 gotas) y Agua destilada (50 ml). Ambos reactivos de ataque fueron aplicados inmediatamente después de su elaboración. Se alternó el ataque en periodos de 3 minutos para poder revelar la microestructura.

Dentro de la caracterización por medio de la metalografía óptica se realizó la medición del espaciado dendrítico secundario (EDS), que sirvió como base para la selección de las medidas del área de las muestras para la prueba de EBSD iniciales.

Para el estudio de las muestras por EBSD, en su inicio las muestras se pulieron nuevamente con lijas 240 a 1200. Posteriormente se pulieron con queroseno con los tres grados de paños marca Struers.

Para el pulido mecánico se utilizó primero la suspensión de diamante de 1 micrometro y posteriormente silica coloidal OP-S y OP-U.

Para el pulido electroquímico se utilizó el microprocesador automático ElectroPol-5 y el electrolito D2, al que se agregó nitrógeno líquido con el objeto de bajar la temperatura y así bajar la cinética de reacción en la superficie de la muestra, ya que una temperatura alta produce demasiada porosidad en las muestras.

Las muestras fueron trabajadas por la técnica de EBSD en el microscopio electrónico de barrido (ESEM) XL30 en el laboratorio de Ciencia de Materiales de la Universidad de Gante, Bélgica; con un voltaje de aceleración de 25 kV. Las distancias de trabajo en los barridos fueron entre 18 a 20 mm. La colección de datos obtenidos se procesó con el software TSL OIM data.

La muestra bifásica se homogenizó térmicamente a una temperatura de 800 °C durante una hora y se enfrió lentamente en el mismo horno, con el objetivo de evaluar el cambio cristalográfico que se provoca entre las fases, principalmente en las interfases. Al término del proceso de homogenización se pulieron las muestras con el mismo método descrito anteriormente para la realización de las pruebas con la técnica de EBSD.

Capítulo III

RESULTADOS

Y

ANÁLISIS

DE

RESULTADOS

3.1 MICROSCOPIO ÓPTICO.

La tabla 5 muestra las mediciones promedio de los EDS en las muestras finales.

Tabla 5.- Medidas promedio de los EDS en las muestras.

MUESTRA	EDS (μm)	Desviación estandar	Varianza	
LA-2	102,18	34,82	1212,23	Monofásica
LAB-2	29,89	5,91	34,92	Bifásica

Con estos resultados en las pruebas preliminares, se determinaron las medidas del área de las muestras para la prueba por EBSD. En el microscopio de filamento de emisión de campo, esto no fue necesario., ya que se podía ver la imagen dendrita en el MEB con precisión y dirigir los análisis al área deseada.

Las imágenes de LAB-2 –figura 9- de microscopio óptico, muestra dendritas de latón alfa rodeadas de beta, ya engrosadas. La figura 10 muestra la microestructura de la muestra LA-2 donde se observan las dendritas monofásicas definidas



Figura 9.- Microestructura dendrítica de la muestra LAB-2.

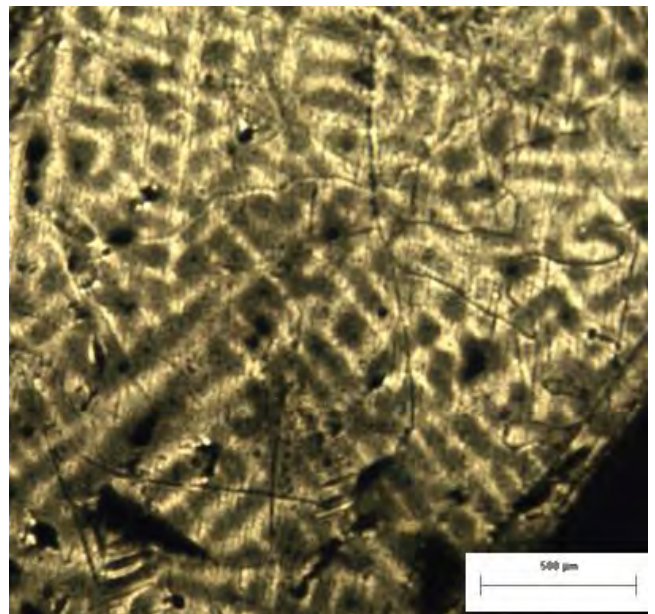


Figura 10.- Microestructura dendrítica de la muestra LA-2

. 3.2 RESULTADOS DE EBSD DE LA MUESTRA DE LATÓN MONOFÁSICA

En la figura 11 se muestra el mapa de escala de grises de la muestra monofásica LA-2 donde se observa que no hay límites de grano, ni se definen las dendritas como en el microscopio óptico al revelar la microestructura, por tanto la técnica del EBSD tal como se uso en esta experimentación, no identifica las dendritas en una muestra monofásica.

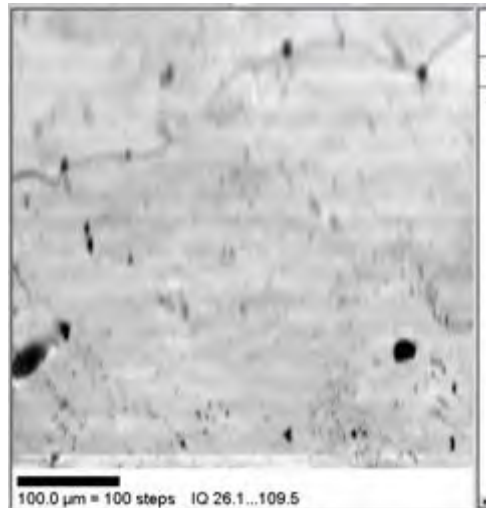


Figura 11.- Mapa de escala de grises en la muestra monofásica LA-2

Este hecho imposibilita saber en que posición se encuentran las dendritas. Por otro lado con los mismos resultados se realizó un mapa de figura de inversa de polos (IPF) –Figura 12- donde se observa también la homogeneidad de la orientación del barrido.

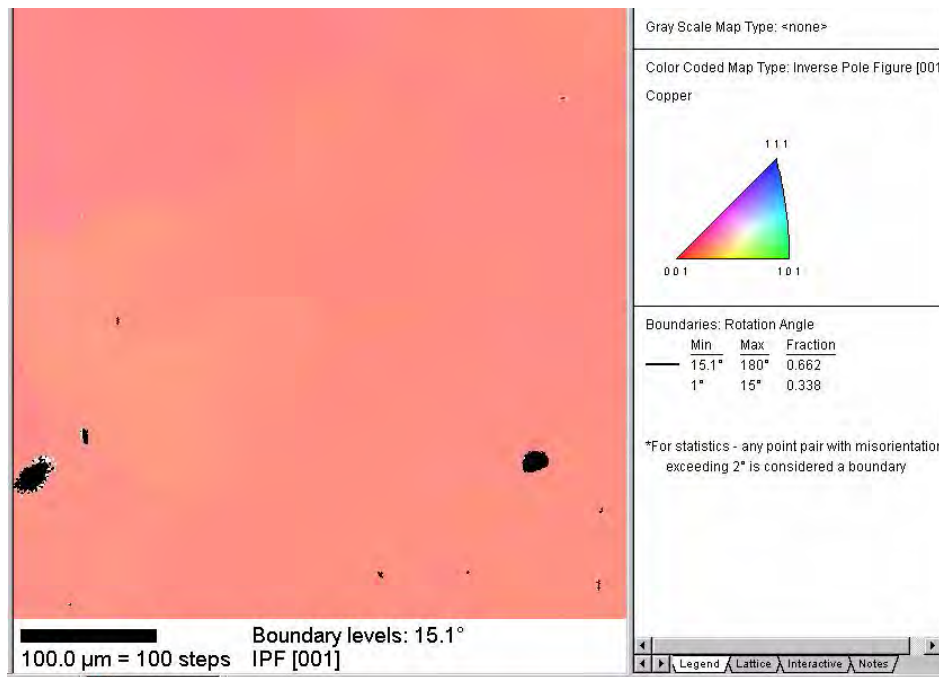
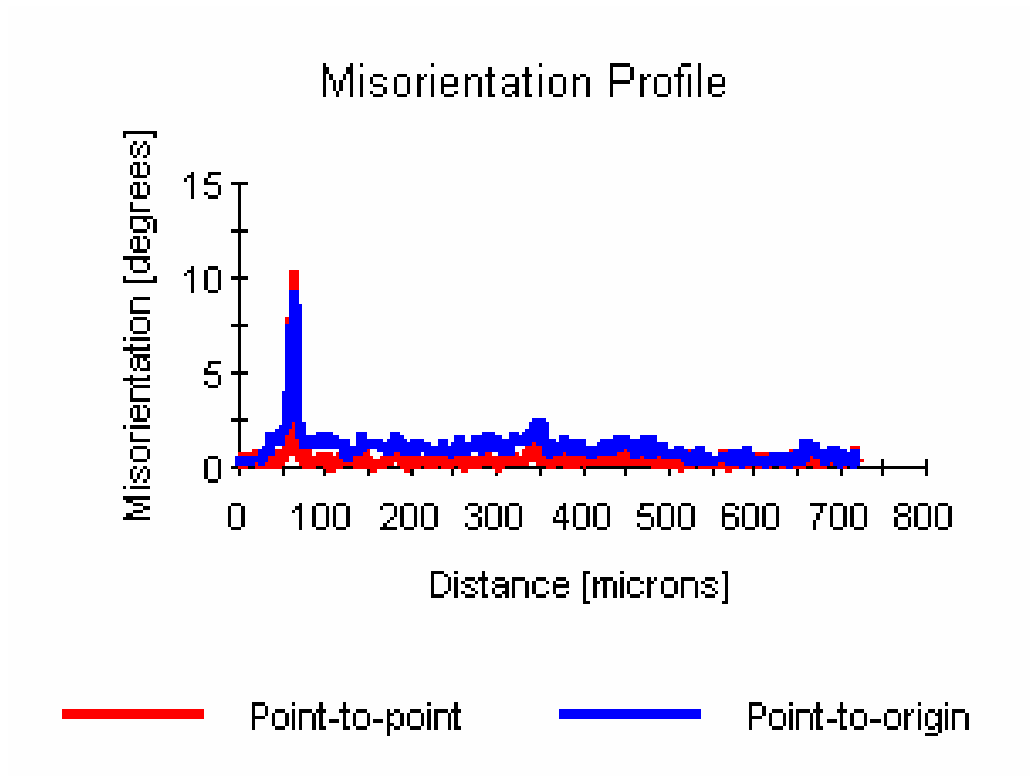


Figura 12.- Mapa de figura inversa de polos (IPF) de la muestra LA-2

La gráfica 2 indica que la mayor parte del scan muestra orientaciones con bajo ángulo. Lo mismo ocurre al tender una línea a lo largo del scan que revela la variación de ángulo con respecto al origen (líneas azules) y la variación de ángulo punto por punto (líneas rojas).

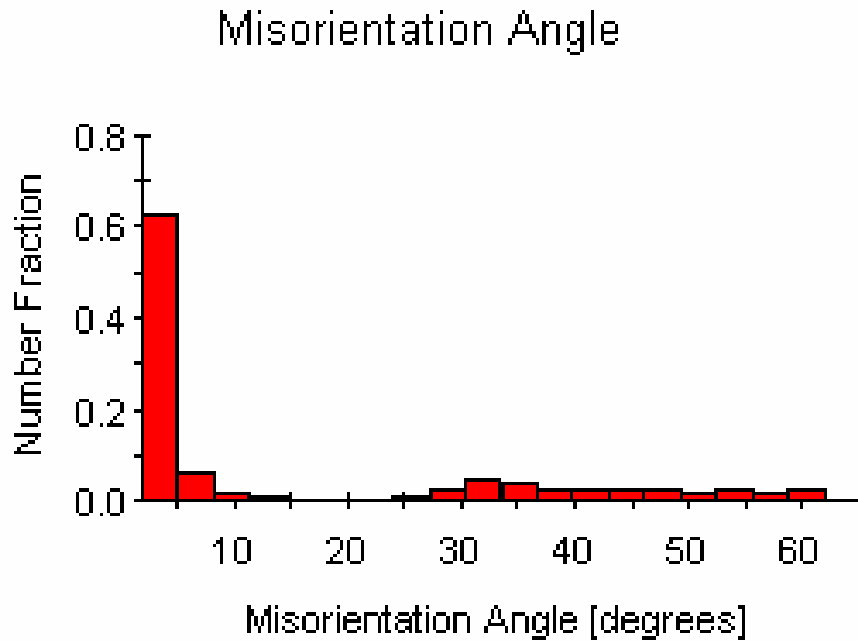
Esta variación en todos los barridos correspondientes a la muestra monofásica LA-2 no sobrepasaron los 10° . Esto nos da la posibilidad de decir que corresponde a los ángulos entre los brazos dendríticos o también habría la posibilidad que representara la deformación que sufre la muestra en el pulido mecánico, pero dado que el pulido se realizó igual que la muestra LAB-2, esto podría descartarse.



Gráfica 2.- Desorientación en la estructura de la muestra LA-2

Por lo cual se postula que, en muestras monofásicas, como está, se encuentren bajos ángulos.

La gráfica 3 indica también que la mayor parte de la orientación en la estructura de la muestra LA-2 es de bajo ángulo, de un 70% por de bajo de los 10 grados de desorientación, atribuible a la segregación durante el crecimiento; las fracciones que aparecen con altos ángulos podrían pertenecer a poros e imperfecciones del pulido en la muestra.



Gráfica 3 Desorientación vs Fracción de la muestra LA-2.

Conforme a los resultados dados, donde la mayor parte de las dendritas dentro del grano muestra bajas desorientaciones y conforme a lo establecido por T. Watanabe, podríamos decir que si la muestra fuera sometida a un proceso de fractura, esta sería intergranular, ya que las bajas desorientaciones dan al material una mejor resistencia a la fractura al interior de los granos. .

3.3 RESULTADOS DE EBSD DE LA MUESTRA DE LATON BIFASICA.

Para el análisis de los datos obtenidos por EBSD primero se visualizó el mapa en escala de grises, mostrado en la figura 13. Se observan las dos fases (alfa α y beta β). La fase alfa se muestra en mayor relieve que la fase beta, esto debido a la función del pulido electroquímico; al igual se observan dendritas bien definidas.

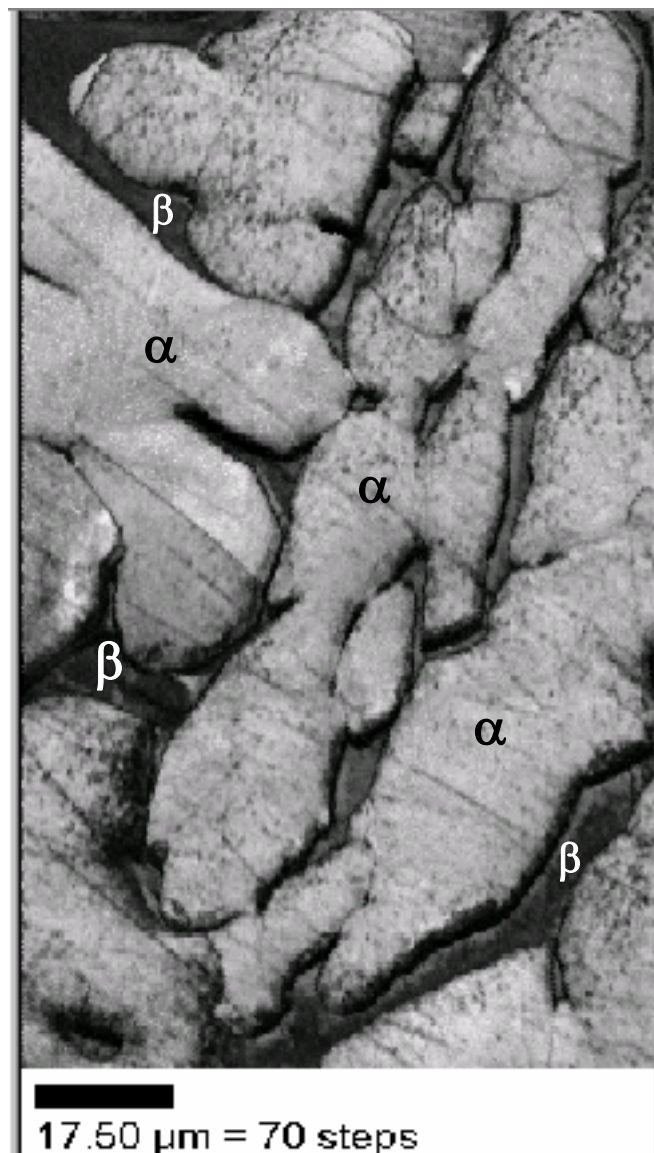


Figura 13.- Mapa de escala de grises de la muestra LAB-2.

La figura 14 muestra el mapa de la Figura inversa de polos IPF donde se observa el crecimiento de la dendrita en varias direcciones cristalográficas, como lo muestran los colores representativos para las orientaciones con respecto al eje normal (como describe la IPF). Esto se explica ya que no hubo una solidificación direccionada.

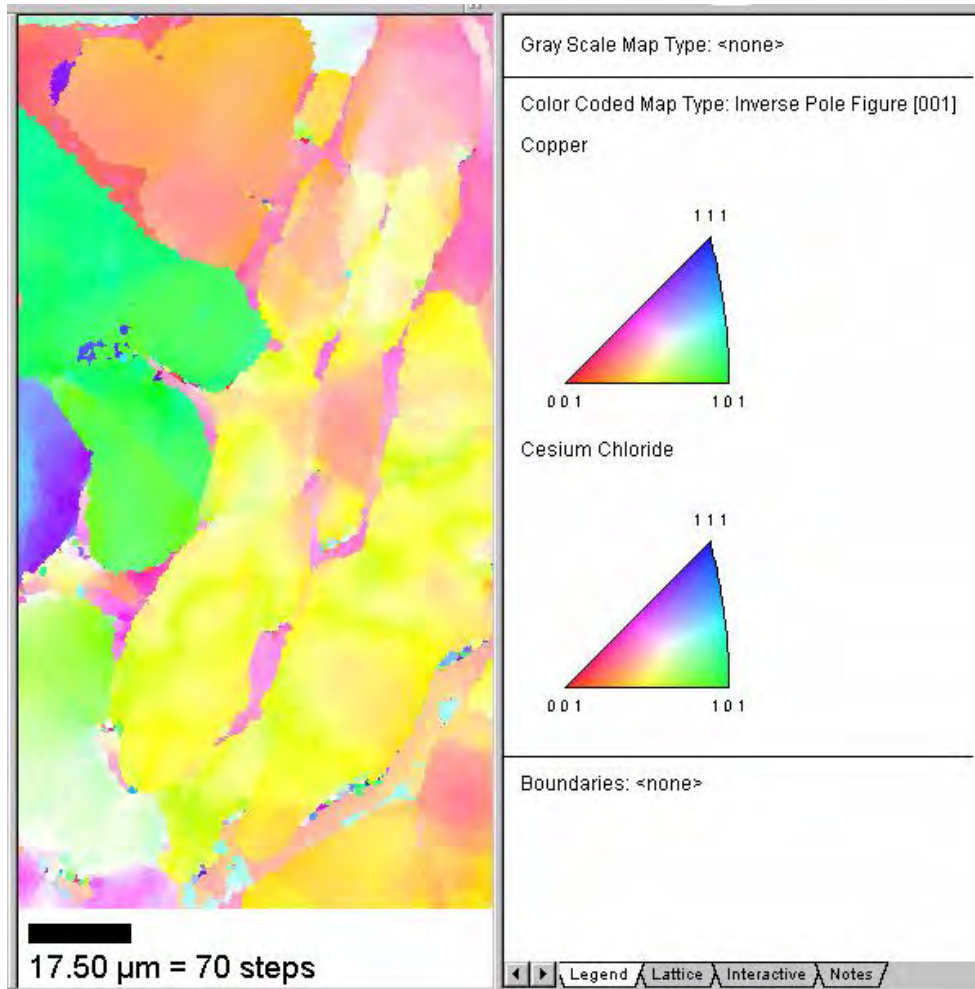


Figura 14. Imagen de inversa figura de polos (IPF), Copper indica la fase α y Cesium Chloride indican a la fase β .

Se obtuvo el mapa de fases, mostrado en la figura 15, donde se observa que la fase que predomina es la fase alfa –rojo- con respecto a la fase beta –verde-. En la tabla 6 se detallan los porcentajes de cada fase del muestreo, la variación de las cantidades relativas de las fases entre los mapas analizados fue de +- 3%.

Tabla 6.- Cantidades relativas de las fases

FASE	PORCENTAJE %
ALFA α	90,0
BETA β	10,0

Para obtener el mapa de fases, primeramente se realizó una limpieza a los datos con la función “Clean up”, esto con el objetivo de que los puntos de mala calidad fueran tomados en cuenta con una mejor resolución en el pixelado del mapa, y así tener una mejor calidad del mapa y una mejor representatividad de los datos.

Se puede observar que, comparando con el mapa de escala de grises, se nota el mismo contorno de las fases, con los bordes de la dendrita bien definidos, Esto permitió un mejor estudio en relación con dichos bordes.



Figura 15.- Mapa de fases de la muestra LAB-2

La figura 16 muestra las relaciones de orientación. Se obtuvieron las desorientaciones específicas entre la fase α y la fase β (K-S o N-W) junto con el borde macla, esto debido a que la fase β es producto de segregación de la fase α . La tolerancia que se utilizó fue de 2.5° para evitar un traslape de datos K-S y N-W en el caso del borde de macla se utilizó una tolerancia de 5° . La relación de orientación K-S (en el eje $\langle 1\ 1\ 2 \rangle$ y rotación de 90°) se encuentra delineado en color azul, la relación N-W (en el eje $\langle 3\ 6\ 2 \rangle$ y rotación de 95.3°) en color amarillo y el borde de macla (en el eje $\langle 1\ 1\ 1 \rangle$ y rotación de 60°) en color blanco.

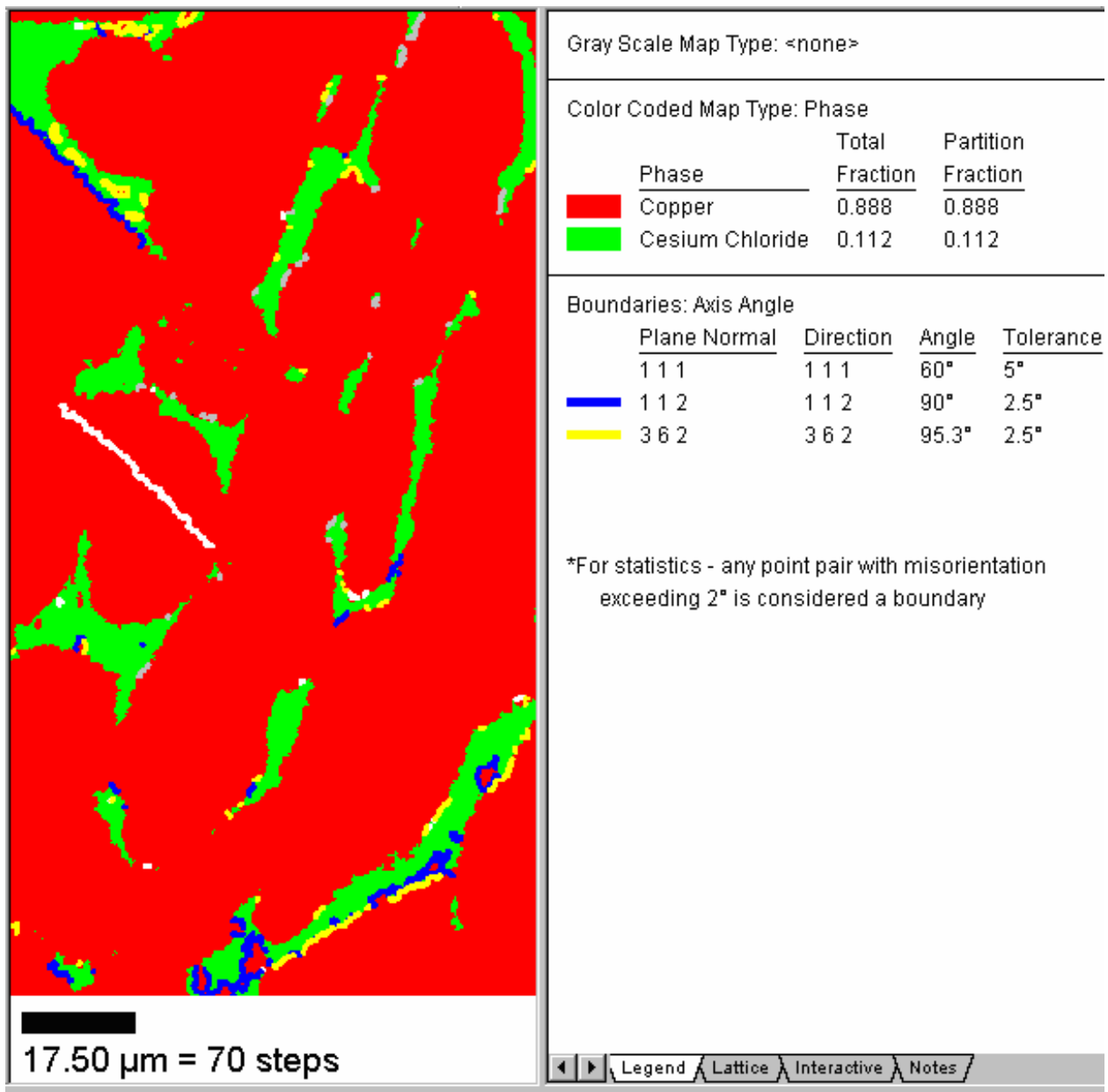


Figura 16. Mapa de fases con los diferentes tipos de orientación (K-S, N-W y de macla).

Los porcentajes de las relaciones de orientación indican la gobernabilidad de la relación K-S con un 7.2%, posteriormente la relación N-W con 5.1% y el borde de macla con 2.15%. Sin embargo, la mayor parte de los bordes no es definido con exactitud (85.55%)

Se obtuvieron los altos y bajos ángulos –figura 17- en forma general y en las fases. En la tabla 7 se presenta el porcentaje de alto ángulo (15° a 180°) y de bajo ángulo (1° a 14.9°) en los bordes de las dendritas.

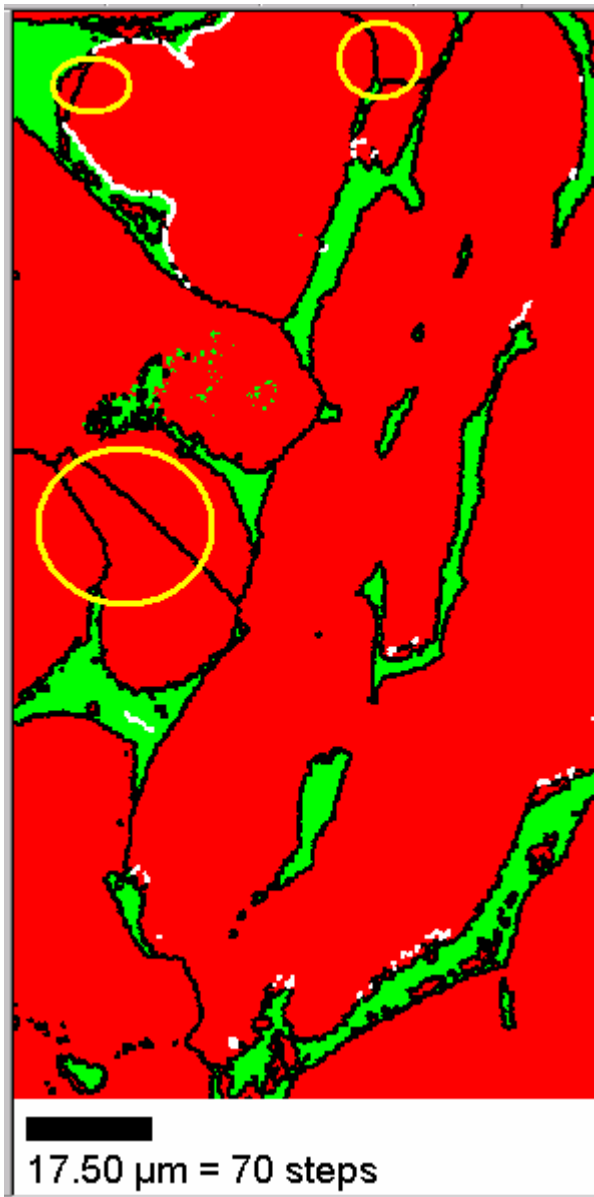


Tabla 7.- Porcentajes de alto y bajo ángulo

Borde	Porcentaje %
Alto ángulo	95.1
Bajo ángulo	4.9

Figura 17.- mapa con altos ángulos (contorno negro) y bajo ángulo (contorno blanco)

La mayor parte de los bordes dendríticos tienen altos ángulos (contorno negro), esto sin caracterizar bordes sigmas y bordes aleatorios; estos tipos de ángulos no solo se presentan en la interfase α - β sino que también se presentan en la misma fase α (circulo amarillo).

Se observan los bajos ángulos (contorno blanco), esto se marca en borde α - β como en las mismas fases.

Considerando que se tienen dos fases cúbicas con diferente parámetro de red, se manipuló el software para obtener los bordes sigmas. Se obtuvieron tres mapas: uno en forma general –Figura 18a-, es decir, considerando tanto la fase α como la fase β , un segundo en la fase α –Figura 18b- y otro mapa solo con la fase β –Figura 18c-. Se analizaron en estas tres formas para constatar que, tanto para la fase α como para la fase β se tiene borde sigmas en las mismas regiones ($\Sigma 5$, delineado blanco en figura 18a, 18b, 18c). También se considero la tolerancia máxima posible conforme al criterio de Brandon.

Aunque de acuerdo a la definición ortodoxa de CSL donde se encuentran puntos comunes en redes de tres dimensiones adyacentes, no se podría tener bordes sigmas, debido a que se tiene diferentes fases con diferentes parámetros de red, el delineado de los bordes sigmas en las mismas regiones en los mapas para cada una de las fases y el mapa general –Figura 18a,18b,18c-, junto con el criterio de tolerancia máxima de desviación posible y tratando de explicarlos con las relaciones de orientación N-W y K-S variando su ángulo de tolerancia, se expone la existencia de sitios coincidentes de red que podrían ser del modelo de “*coincidencia cercana*” y que de aquí en adelante en el presente trabajo los nombraremos como bordes sigmas “*encontrados por OIM, (EPOIM)*”.

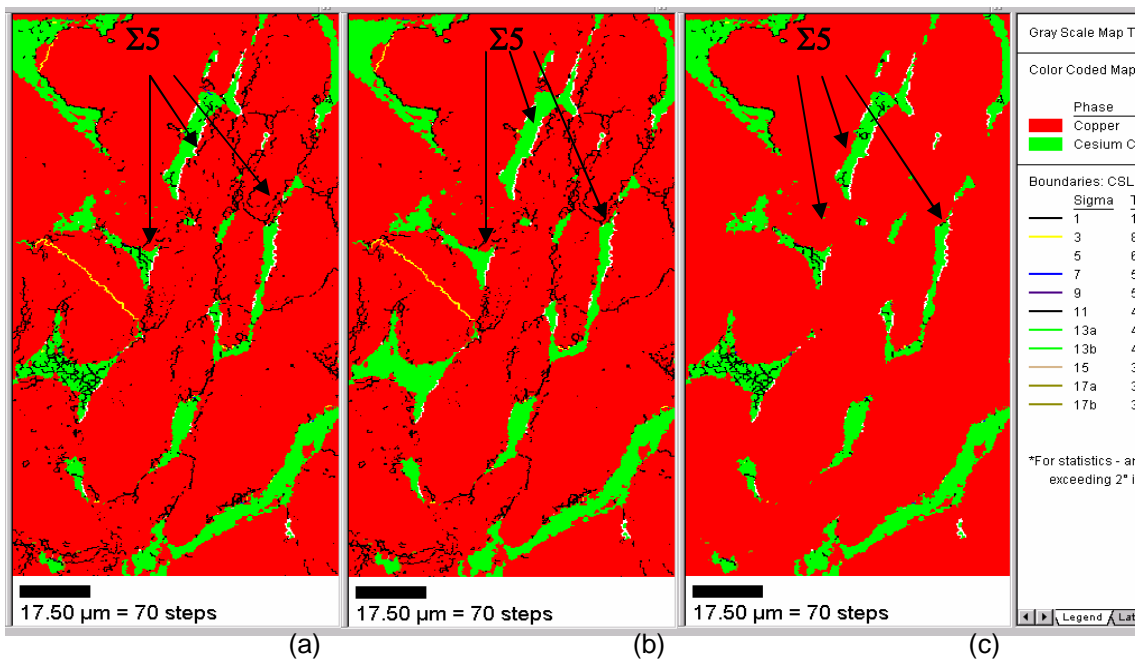


Figura 18. Se observa que tanto para la consideración general (a) como para la fase α (b) y la fase β (c) se delinea de color blanco en la misma región el $\Sigma 5$.

Con el objetivo de relacionar las relaciones de orientación con los Σ encontrados en los mapas, se realizó el cálculo de las relaciones de orientación N-W y K-S variando los grados de tolerancia. El límite de grados de tolerancia que se aplicaron a las relaciones de orientación es dado por el criterio de Brandon para CSL siendo la tolerancia máxima aplicada de siete para el caso del $\Sigma 5$. Los resultados nos indican que al tener mayores grados de tolerancia, las relaciones de orientación aumentan y van coincidiendo con el CSL $\Sigma 5$ encontrado.

La figura 19a muestra en contorno negro los bordes $\Sigma 5$ encontrados en el mapa, la figura 19b muestra en color amarillo la relación de orientación N-W con 2.5° de tolerancia, la figura 19c, 19d y 19e muestran en contornos de color azul la relación de orientación N-W con 5°, 7° y 10° de tolerancia respectivamente.

Aunque los 10° de tolerancia sobrepasa los grados máximos permitidos del $\Sigma 5$ de acuerdo al criterio de Brandon, se realizó como intento de estudiar si los Σ tienen correspondencia con las relaciones de orientación. Con esa tolerancia,

casi, en su totalidad, marca los bordes de la dendrita como relaciones de orientación N-W. Los resultados indican esa coincidencia por lo que se puede considerar dentro del concepto del modelo de “*coincidencia cercana*”.

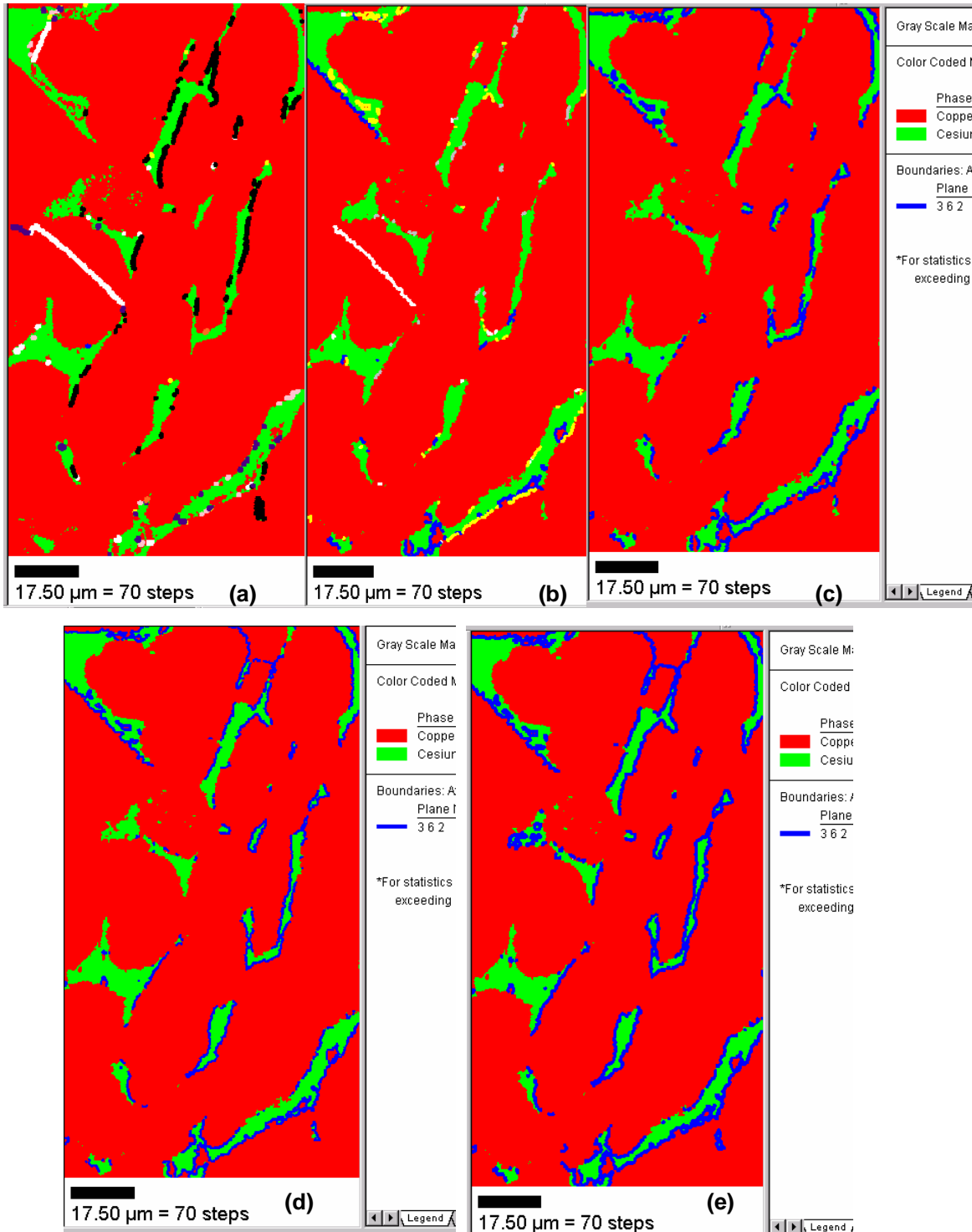


Figura 19. (a) $\Sigma 5$ EPOIM -delineado negro-, (b) relación de orientación N-W con 2.5° de tolerancia –contorno amarillo-, (c) N-W con 5° de tolerancia –contorno azul-, (d) N-W con 7° de tolerancia –contorno azul- y (e) N-W con 10° de tolerancia –contorno azul-.

En la figura 20 se observan en color negro los sigmas EPOIM, en amarillo los bordes aleatorios y en azul los bordes de bajo ángulo.

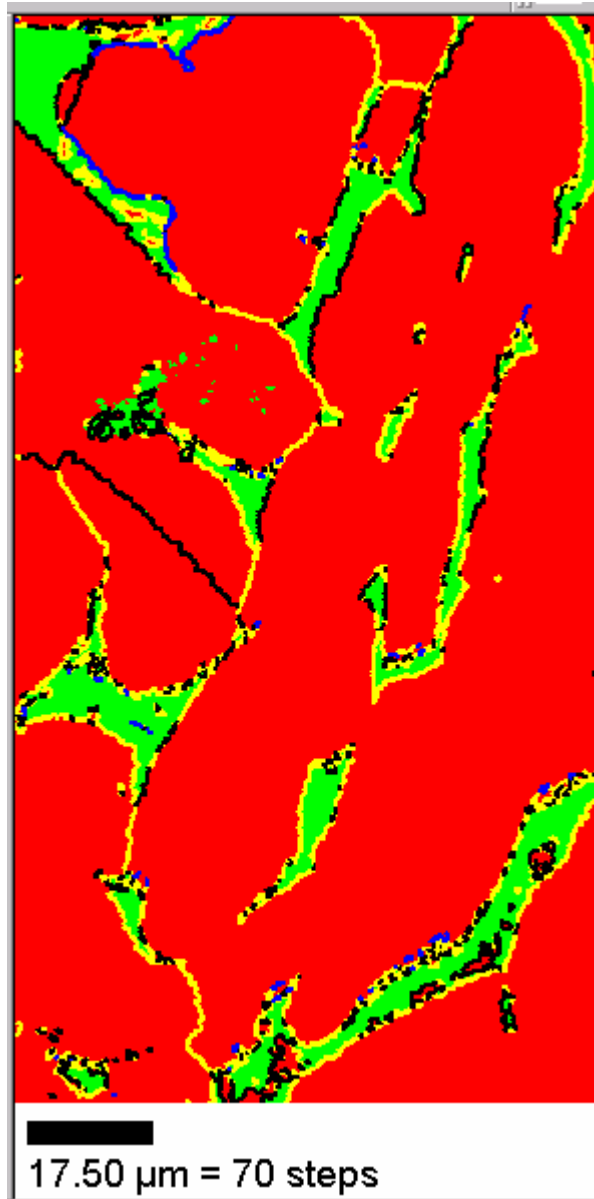


Figura 20.- Caracterización de los bordes de grano: aleatorios (amarillo)
Sigmas EPOIM (negro) y bajo ángulo (azul).

El mismo mapa arroja la estadística de cada borde sigma EPOIM. En la tabla 8 se muestra el porcentaje de los sigmas EPOIM (Σ) calculados con ayuda del software, que se encuentran en el mapa.

Tabla 8.- Porcentajes de los bordes sigmas EPOIM en la muestra LAB-2.

Tipo de Σ	%	Tipo de Σ	%
3	3,3	33b	0,0
5	7,6	33c	0,1
7	0,0	35 ^a	0,0
9	0,3	35b	0,0
11	0,6	37 ^a	0,1
13 ^a	0,3	37b	1,1
13b	1,2	37c	0,0
15	0,1	39 ^a	0,7
17 ^a	0,0	39b	0,7
17b	2,2	41 ^a	0,2
19 ^a	0,3	41b	0,0
19b	0,0	41c	0,6
21 ^a	0,0	43 ^a	0,0
21b	0,0	43b	0,0
23	0,0	43c	0,0
25 ^a	0,1	45 ^a	0,0
25b	0,2	45b	0,0
27 ^a	0,2	45c	0,1
27b	0,0	47 ^a	0,0
29 ^a	8,6	47b	0,1
29b	0,0	49 ^a	0,0
31 ^a	0,0	49b	8,2
31b	0,1	49c	0,0
33 ^a	0,0		

Las celdas en color amarillo son los sigmas EPOIM que predominan en la dendrita, aunque se considera que los $\Sigma 13b$ y $\Sigma 17b$ corresponden a ruido que se tiene en la medición, esto porque al observar las figuras 21a y 21b son zonas totalmente aleatorias y sin secuencia, por lo cual se tomó ese criterio de tomarlo como ruido.

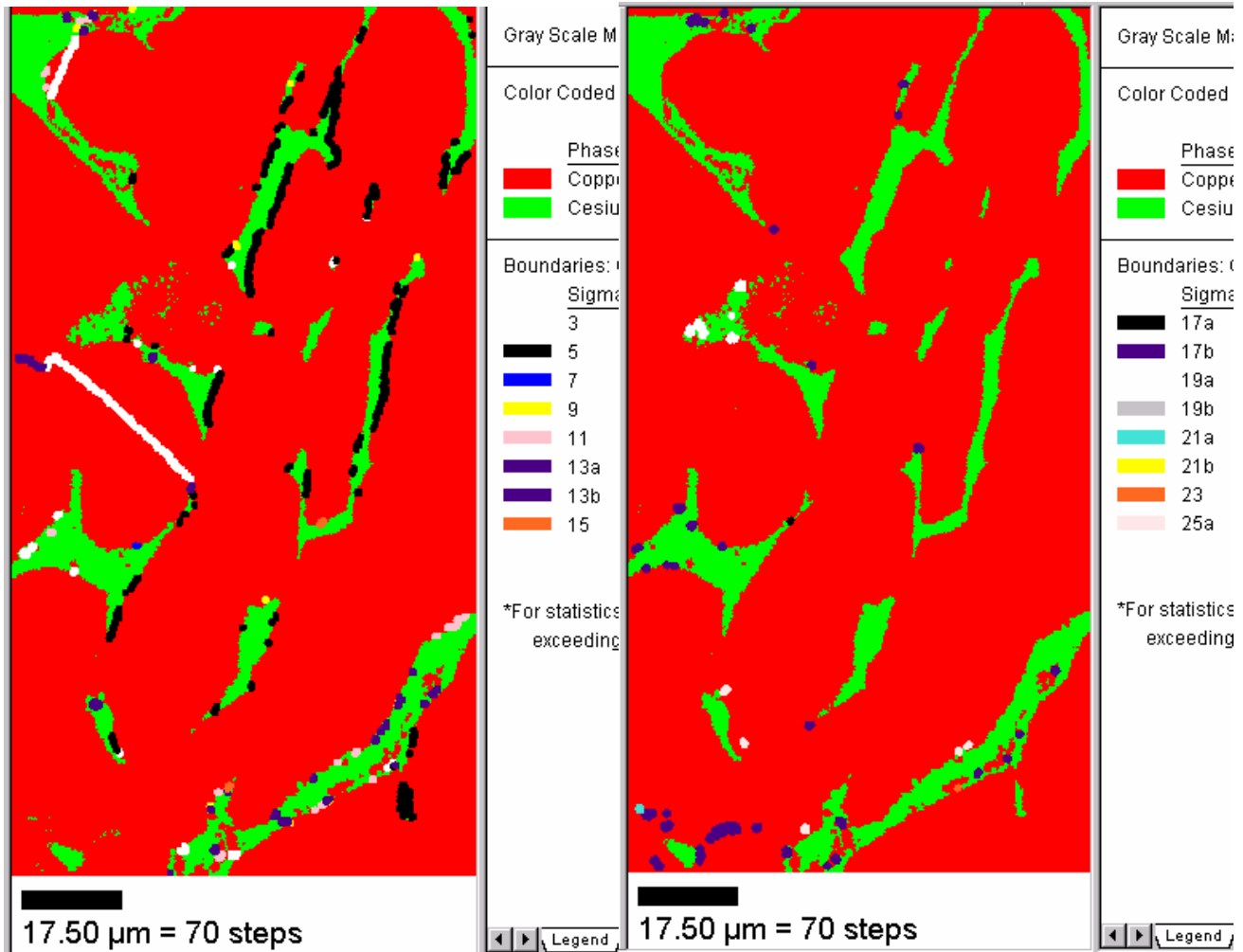


Figura 21a sigmas del 3 al 15

Figura 21b sigmas del 17a al 25a

Se sumaron los porcentajes de los Σ EPOIM dando un 37%. Este porcentaje se restó al porcentaje de altos ángulos, por lo tanto, la distribución en porcentajes en la caracterización de los bordes de dendrita queda como se expresa en la tabla 9:

Tabla 9.- Porcentajes de los bordes dendríticos.

Tipo de borde	Porcentaje %
Sigmas EPOIM	37.0
Aleatorios	58.1
Bajo	4.9

En la figura 22 se muestra el mapa de fases con los Σ EPOIM calculados. Se observa que el $\Sigma 3$ predomina en su mayoría en fase α a diferencia con el $\Sigma 5$ que predomina en el borde α - β , lo mismo ocurre con el $\Sigma 29a$ y $\Sigma 49b$, aunque el $\Sigma 49$ es considerado un borde aleatorio.

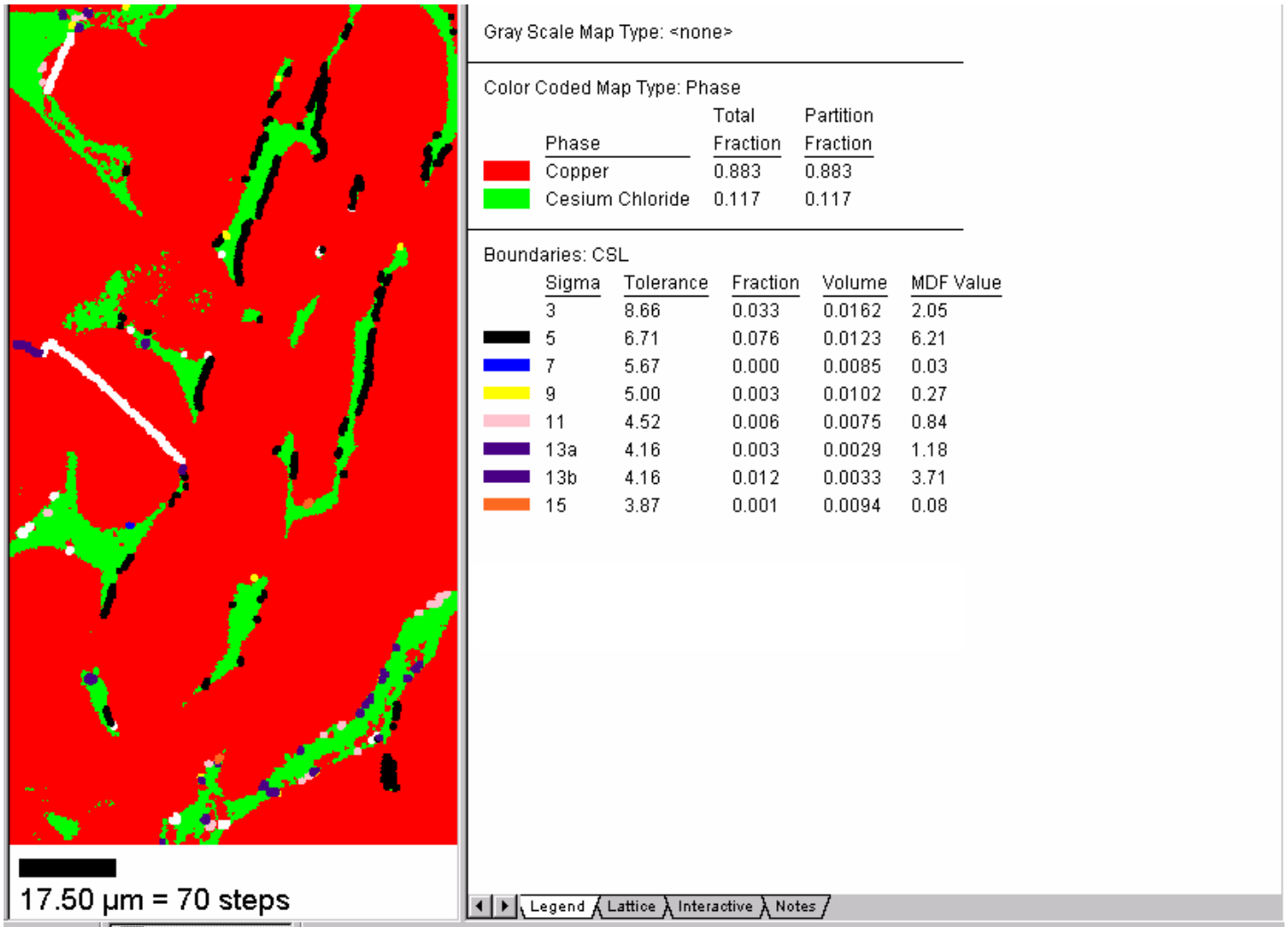


Figura 22.- Mapa de fases con los Σ EPOIM calculado

Los siguientes mapas corresponden a la misma muestra, sólo que en diferente zona y a menor aumento. En ellos se realizaron los mismos cálculos para obtener la caracterización de los bordes.

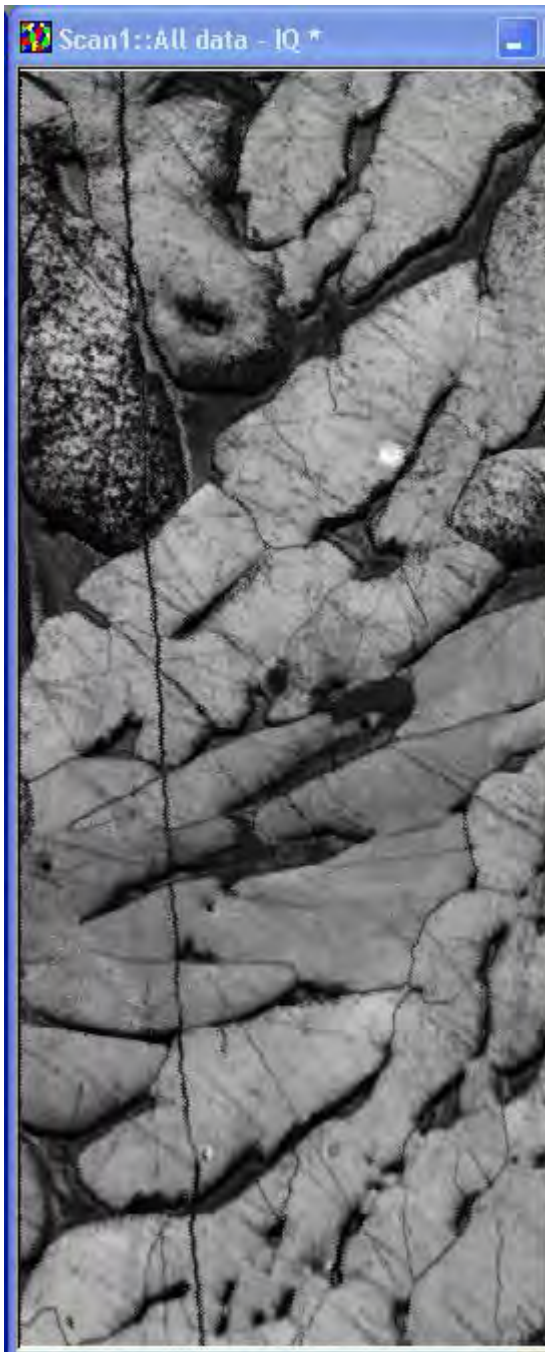


Figura 23a.- Mapa en escala de grises de la muestra LAB-2 de alto ángulo

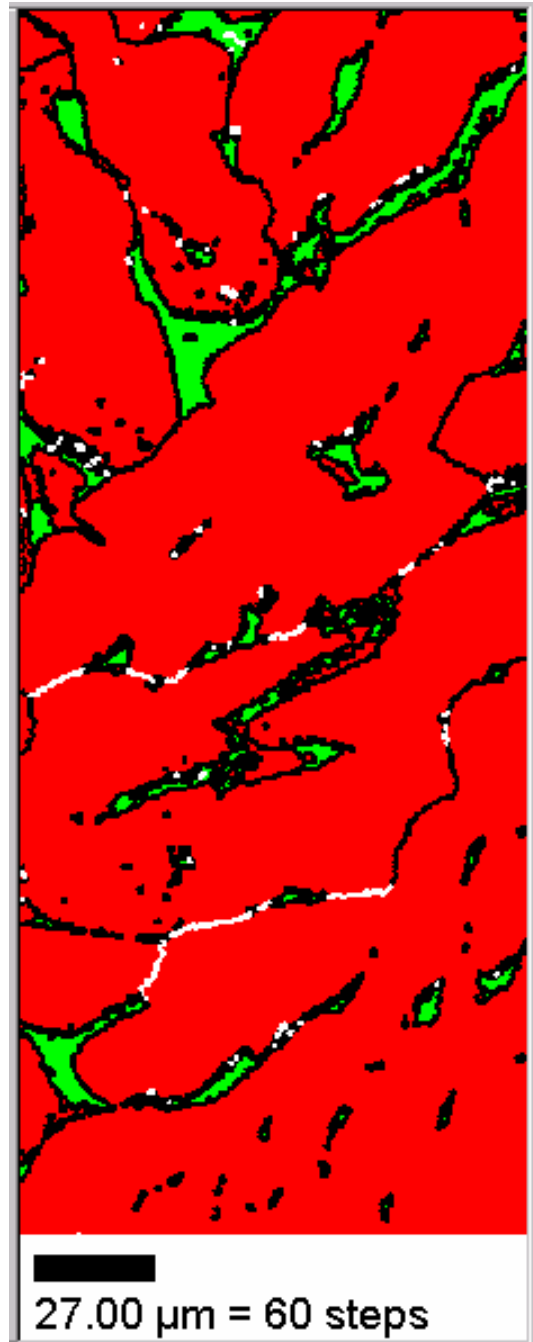


Figura 23b.- Mapa de fases y contornos (negro) y bajo ángulo (blanco)

Las siguientes tablas muestran el porcentaje de las fases, así como el porcentaje de los bordes de alto ángulo (bordes sigmas probables y bordes aleatorios) y bajo ángulo.

La tabla 10a muestra el porcentaje de las fases, la tabla 10b muestra el porcentaje de los bordes de alto y bajo ángulos y la tabla 10c muestra los bordes aleatorio, bordes de bajo ángulo y los bordes sigmas EPOIM.

FASE	PORCENTAJE %
ALFA α	92,3
BETA β	7,7

10a)

Tipo de borde	Porcentaje %
Alto ángulo	96,3
Bajo ángulo	3,7

10b)

Tipo de borde	Porcentaje %
Sigmas EPOIM	28,8
Aleatorios	67,5
Bajo	3,7

10c)

Al cotejar los resultados de los mapas analizados, se observó que no hay una diferencia marcada, es decir, tanto los resultados de los bordes de alto ángulo, los bordes de bajo ángulo, los bordes sigma EPOIM, las relaciones de orientación (K-S, N-W y de Macla) y fases son muy similares, esto aumenta la validez de la caracterización de los bordes de las dendritas.

El resumen de datos vertido en las tablas indica un bajo porcentaje (32.5%) de los tipos de borde de grano que proporcionan mayor resistencia (suma de los bordes de bajo ángulo y bordes sigma EPOIM) a una pieza. Si se observa nuevamente la figura 20, es notoria la conectividad entre los bordes aleatorios. Estos dos aspectos indicaran una baja resistencia a la fractura de acuerdo con la caracterización estructural de borde de grano establecida, investigada y comprobada por T. Watanabe.

3.4 RESULTADOS DE EBSD DEL LATON BIFASICO HOMOGENIZADA

Se analizó por EBSD la muestra homogenizada. La figura 24a y 24b muestran los mapas de escala de grises y el mapa de fases, se trató el mapa de fases dándole una limpieza con la función “Clean up” esto no fue logrado en su totalidad por el excesivo ruido en la fase β .

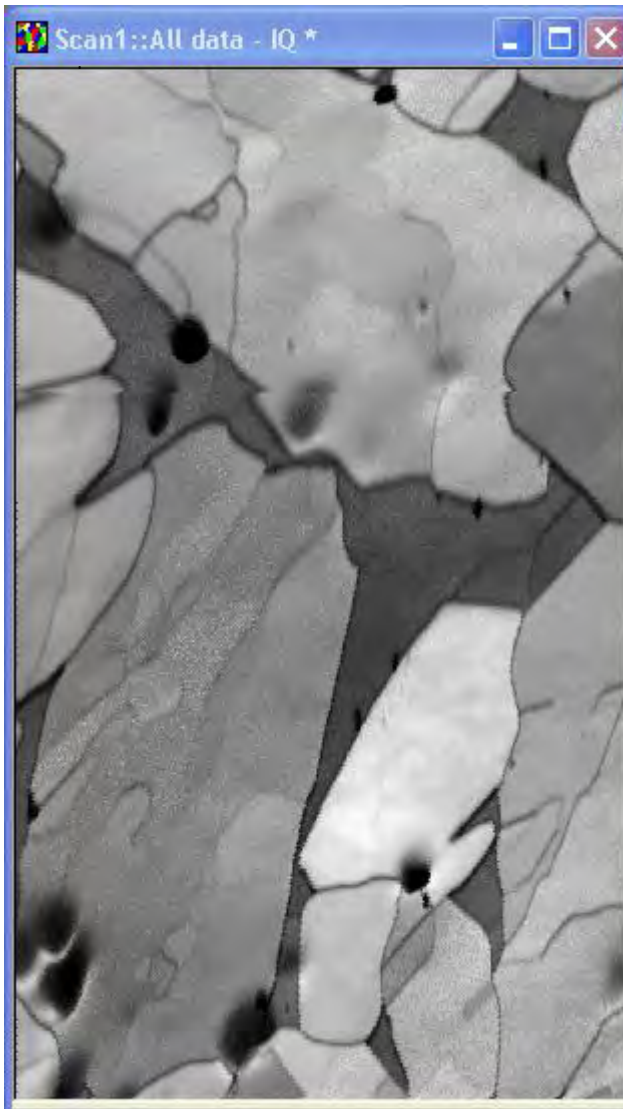


Figura 24a.- Mapa en escala de grises de la muestra LAB-2-H



Figura 24b.- Mapa de fases de la muestra homogenizada LAB-2-H

La figura 25 muestra el mapa de fases, así como las relaciones de orientación K-S (delineado azul), N-W (delineado blanco) y de macla (delineado negro). La tabla 11 muestra los porcentajes de las relaciones de orientación.

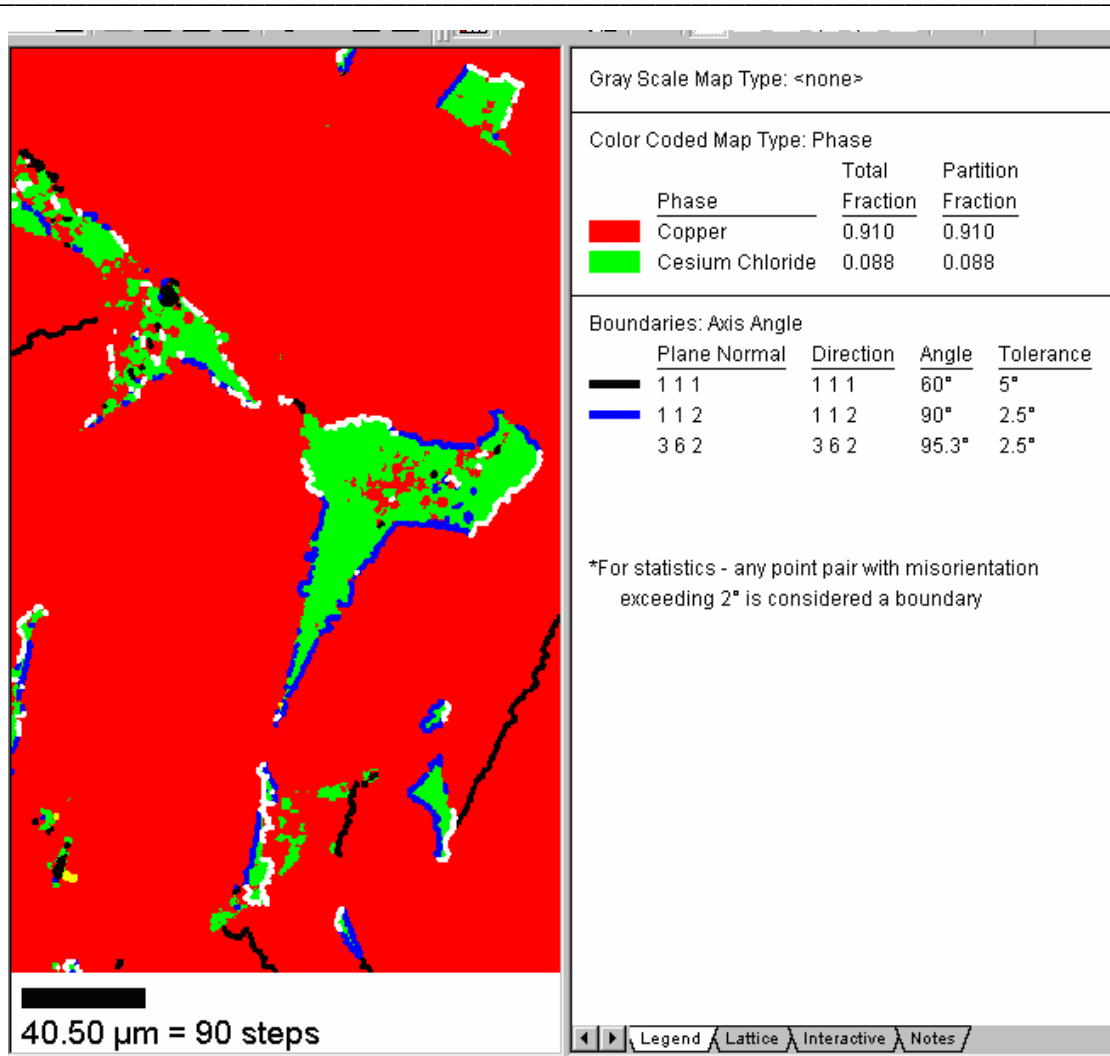


Figura 25. Relaciones de orientación K-S (azul), N-W (blanco) y de macla (negro).

Tabla 11. Porcentajes de las relaciones de orientación.

Relación de orientación	Porcentaje %
K-S	10,0
N-W	6,8
Macla	5,2

Estos resultados arrojan un incremento de la relación de orientación K-S del 38.8%, para la relación de orientación N-W de 33.3% y para la relación de orientación macla 141.8%. Estos resultados indican que en los bordes entre la fase α y β , las relaciones de orientación K-S y N-W tienen gran presencia y un incremento similar, indicando que en una homogenización a 800 °C durante una hora, se formará en su mayoría estos tipos de relación de orientación.

La siguientes tablas muestran el porcentaje de las fases y el porcentaje de los bordes de bajo y alto ángulo que se encontraron en la muestra homogenizada.

Tabla 12. Porcentajes de las fases de la muestra homogenizada (a) y porcentaje de bordes de alto y bajo ángulos (b).

FASE	PORCENTAJE %
ALFA α	91
BETA β	9

12a)

Tipo de borde	Porcentaje %
Alto ángulo	96,6
Bajo ángulo	3,4

12b)

Estos resultados de indican que son similares a las muestras dendríticas.

El porcentaje de bordes sigmas EPOIM aumentó, aunque en parte puede ser por el ruido que se tiene en la muestra. La tabla 13 muestra los porcentajes de los tipos bordes incluyendo los sigmas EPOIM.

Tabla 13- Porcentajes de borde de alto ángulo (sigma EPOIM y aleatorios) y bordes de bajo ángulo.

Tipo de borde	Porcentaje %
Sigmas EPOIM	40,6
Aleatorio	56
Bajo ángulo	3,4

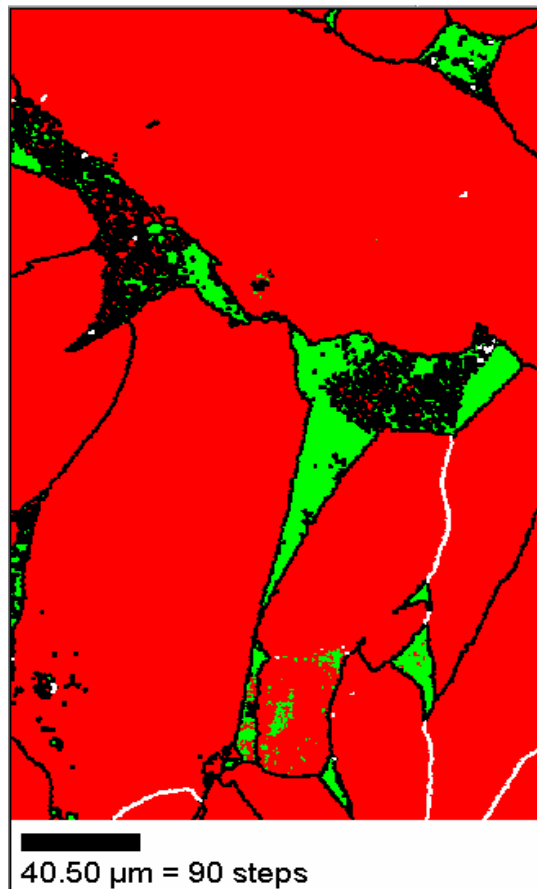


Figura 26. Mapa con bordes de alto ángulo (contorno negro) y bordes de bajo ángulo (contorno blanco).

Al analizar los bordes se observa que están más marcados los bordes $\Sigma 3$ EPOIM (contorno blanco en figura 27a) principalmente en zonas de la fase α , por lo cual hay un acomodamiento de la fase α durante la homogenización, los bordes $\Sigma 3$ EPOIM presentan un ligero aumento en el porcentaje de 3.3% a 5.9%. Este aumento se puede corroborar con el aumento de la relación de orientación de macla, ya que tanto el borde $\Sigma 3$ como la relación de orientación, tienen el mismo eje ($\langle 1\ 1\ 1 \rangle$) y el mismo ángulo (60°) de la relación de orientación, por lo cual es evidencia suficiente para la afirmación de dicho aumento.

Por otro lado, los $\Sigma 17b$ (contorno negro en la Figura 27b) aumentan significativamente aunque se puede observar que casi la mayoría de ese porcentaje corresponde a ruido en el barrido de la muestra –circulo amarillo–.

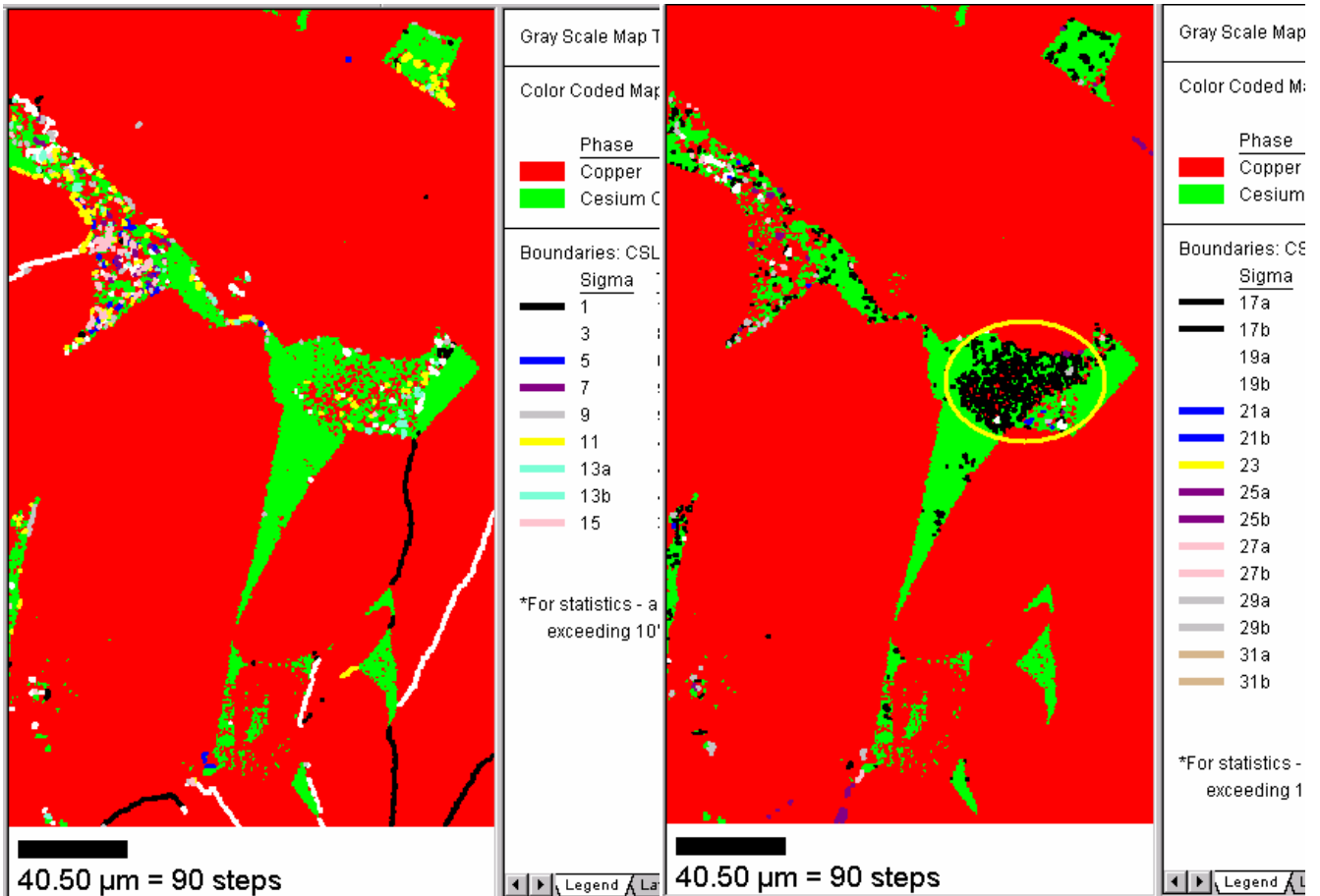


Figura 27a. Bordes sigmas EPOIM del 3 al 15

Figura 27b. Bordes sigmas EPOIM del 17a al 25a

En la figura 28 se observa que el borde $\Sigma 49b$ predomina, de hecho delinea en una mayor parte el borde $\alpha-\beta$. Aunque en la literatura, este borde es considerado un borde aleatorio, podemos comparar que con respecto a la figura 25 vista anteriormente, este tipo de borde sigma EPOIM ($\Sigma 49b$) corresponde casi en su totalidad a la relación de orientación K-S.

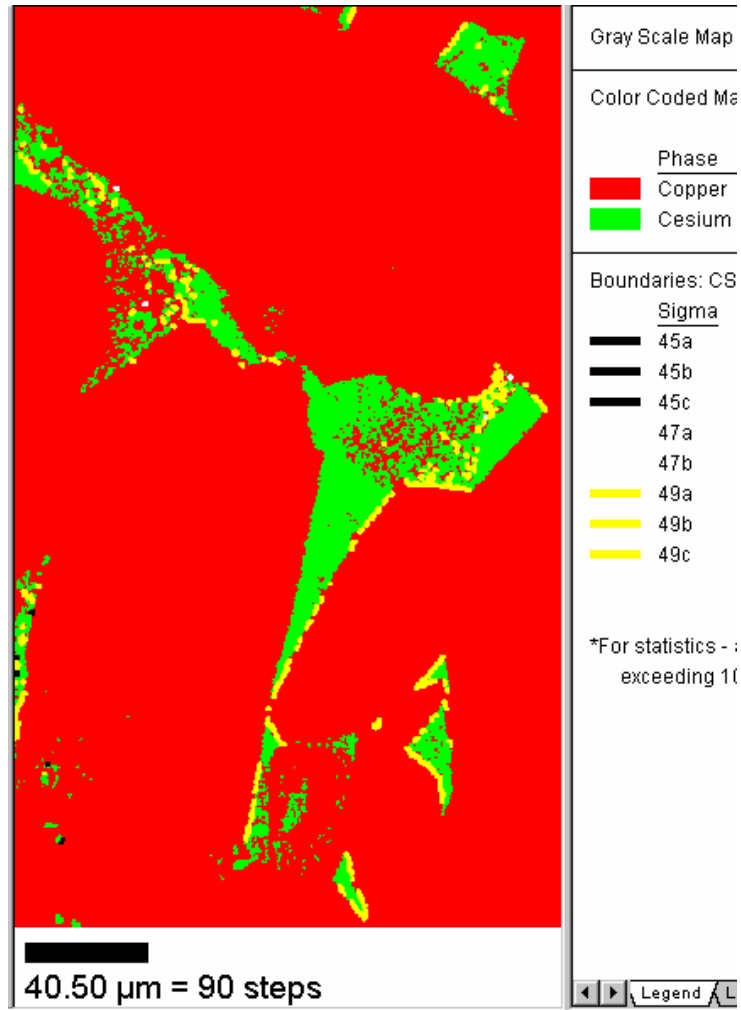


Figura 28.- Mapa de fases con $\Sigma 49$ en contornos amarillos

En esta muestra es notorio el aumento de bordes de bajo ángulo y sigmas EPOIM (44.0%). Esto significa un aumento de 35.3% con respecto a la muestra en su estado dendrítico. La conectividad se aprecia entre los bordes aleatorios, de acuerdo con las figuras 27a, 27b y 28. Esto nos indica que habría un aumento en la resistencia a la fractura.

Capítulo IV

Conclusiones

4.1 SOBRE LA CARACTERIZACIÓN DE LAS DENDRITAS DEL LATÓN.

1. Aunque no se pudieron definir las dendritas en la muestra de latón monofásico en la imagen del SEM de OIM, el tipo de estructura del borde de los brazos dendríticos fue encontrada como bordes de bajo ángulo conforme a la evidencia de la existencia de bajos ángulos (70% de menos de 10 grados), atribuibles a la diferencia de concentración química (segregación) durante el crecimiento dendrítico.
2. Se logro caracterizar algunas relaciones de orientación entre fases alfa y beta del latón bifásico, la orientación de las dendritas y el tipo de estructura de borde de la dendrita con la matriz, mediante la técnica de OIM.
3. Se encontraron relaciones de orientación K-S y N-W y de macla en las dendritas bifásicas las cuales aumentaron en porcentaje en la muestra homogeneizada.
4. En los bordes de las dendritas bifásicas se encontraron sitios coincidentes como sigmas que se relacionaron con las orientaciones N-W y que fueron explicados con el modelo de *coincidencia cercana*.
5. Para la dendrita bifásica se obtuvieron en promedio 32.9 % de bordes sigmaEPOIM, 62.8% de bordes aleatorios y 4.3 de bordes de bajo ángulo. La interconectividad se observó principalmente entre los bordes aleatorios.
6. Para la muestra homogeneizada bifásica, se caracterizaron las relaciones de orientación y el tipo de estructura del borde de grano Este consistió en: 40.6% de borde sigma EPOIM (coincidencia cercana), 56% de bordes aleatorios y 3.4 de bajo ángulo. La interconectividad predomina entre los bordes sigma EPOIM.

4.2 COMENTARIOS SOBRE LA TÉCNICA DE OIM

1. Es una herramienta poderosa para el análisis y caracterización de bordes de grano en materiales dendríticos, usando un microscopio electrónico de barrido con filamento de tungsteno.
2. La preparación de las muestras de latón, en este caso, representó un paso exageradamente difícil, por la ausencia de información, de experiencias previas y de equipo adecuado.
3. En este trabajo se logran detallar los pasos a seguir para continuar el desarrollo de la caracterización de los bordes de dendritas.

TRABAJO A FUTURO

En la realización del mismo, se inició el estudio en áreas del conocimiento de la cristalografía, tanto teóricas como prácticas que se necesitaran profundizar para llevar a cabo la meta de analizar estructuralmente las dendritas de colada y sus propiedades. Esto se pretende realizar en trabajos posteriores a esta tesis de nivel de maestría.

Capítulo V

BIBLIOGRAFÍA

-
- [1] Campbell, J., Castings, Edi. Butterworth Heinemann, UK, 1991.
- [2] T. Watanabe, S. Tsurekawa., Acta Mater., Vol 47, Nos 15, (1999), pag 4171-4185.
- [3] B.L. Adams, S.I. Wright, K. Kunze, Metallurgical Transactions A, Vol. 24A, April (1993), pag 819-831.
- [4] J. W. Christian. The Theory of phase Transformations in metals and alloys. Pergamon Press Oxford (1975) págs 325 -374
- [5] D. A. Porter, Phase Transformations in Metals and Alloys, Edi. Van Nostrand Reinhold, USA, 1981.
- [6] R. Reed-Hill, Physical Metallurgy Principles, Edi. PWS-Kent, USA, 1992.
- [7] G. Friedel en P.H. Pumphrey, Grain Boundary Structure and Properties, Edi. Academic Press, USA, 1976.
- [8] G. Hasson, C. Goux en P.H. Pumphrey, Grain Boundary Structure and Properties, Edi. Academic Press, USA, 1976.
- [9] P.H. Pumphrey, Grain Boundary Structure and Properties, Edi. Academic Press, USA, 1976.
- [10] T. Watanabe, S. Tsurekawa, Materials Science and Engineering A 387-389 (2004) pag 447-455.
- [11] T. Watanabe, S. Tsurekawa, Sh. Kobayashi, Sh. Yamaura., Materials Science and Engineering A 410-411 (2005) pag 140-147.
- [12] Sh. Kobayashi, S. Tsurekawa, T. Watanabe., Materials Science and Engineering A 483-484 (2008) pag 712-715.
- [13] T. Watanabe, Recrystallization and Grain Growth, Proceedings of the First Joint International Conference, Eds. G. Gottstein and D.A. Molodov, Springer-Verlag, 2001, pag 11-20.
- [14] T. Watanabe, T., S. Tsurekawa, X. Zhao, L. Zuo, Scripta Materialia 54 (2006) pag. 969-975.
- [15] R.K. Bandari, S.G. Chowdhury, N. Narasaiah, B. Mahato, S.K. DAS, Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 38A, May (2007), pag. 1136-1143.
- [16] Read, Shockley en H. Jang, Grain Boundary Studies in Ordered Intermetallic Compound Ni₃Al, U.S.A., PhD Thesis, Faculty of the Virginia Polytechnic Institute and State University, (1990).

-
- [17] Kokawa en H. Jang, Grain Boundary Studies in Ordered Intermetallic Compound Ni_3Al , U.S.A., PhD Thesis, Faculty of the Virginia Polytechnic Institute and State University, (1990).
- [18] Bleris et al. en H. Jang, Grain Boundary Studies in Ordered Intermetallic Compound Ni_3Al , U.S.A., PhD Thesis, Faculty of the Virginia Polytechnic Institute and State University, (1990).
- [19] K. Fisher, Fundamentals of Solidifications, Edi. Trans Tech Publications, USA, 1984.
- [20] Mortensen, Metallurgical Transactions A, Vol. 22^a, February (1991) pag 569-573.
- [21] D.H. Kirkwood, Materials Science and Engineering, 73, (1985) pag L1-L4.
- [22] M.C. Flemings, T.Z. Kattamis, B.P. Bardes, AFS Transactions 91-176 (1991), pag 501-506.
- [23] T. Okamoto, K. Kishitake, Journal of Cristal Growth 29 (1975) pag 137-146.
- [24] K. Radhakrishna, S. Seshan, M.R. Seshadri, AFS Transactions 80-87, (1985), pag 695-702.
- [25] M.S. Turhal, T. Savaskan, Journal of Materials Science 38, (2003) pag 2639-2646.
- [26] G. Salas, J. Ramirez, M.E. Noguez, T. Robert, Vi Congreso Ibero-Americano de Engenharia Mecanica-CIBEM6, (1992) pag 517-521.
- [27] H .G. Pacheco, Comparación de Propiedades Mecánicas en Aleaciones Mg-5Zn, Al-5Zn, y 70Cu-30Zn Bajo el Efecto de Refinación de Grano por los Métodos Mecánico y Químico, México, Tesis UNAM, Facultad de Química, 1997.
- [28] C. J. Abad, Estudio del Refinamiento de Grano en un Latón α Utilizando Bi, México, Tesis UNAM, Facultad de Química, 1995.
- [29] S. A. Lopez, Influencia de la Velocidad de Enfriamiento en la Estructura y Dureza en un Latón Alfa, México, Tesis UNAM, Facultad de Química, 2001.
- [30] T.W. Caldwell, A.J. Campagna, M.C. Flemings, R. Mehrabian, Metallurgical Transactions B, Vol. 8B, June (1977) pag 216-270.
- [31] J. Verhoeven, Fundamentos de Metalurgia Fisica, Edi. Limusa, México, 1987.

-
- [32] J.A. Horwath, L. F. Mondolfo, *Acta Metallurgica*, Vol. 10, November (1962) pag 1037-1042.
- [33] Y. Wang, J. Zhu, YF. Han., *Intermetallics* 8, (2000) pag 669-671.
- [34] M. Newell, K. Devendra, P.A. Jennings, N.D'Souza., *Materials Science and Engineering A* 412 (2005) pag 307-315.
- [35] V. Kumar, Z. Zak Fang, J. Liang, N. Dariavach., *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 37A, August (2006) pag 2505-2514
- [36] T. Massalski, *Binary Alloy Phase Diagrams*, Second Edition, Vol. 2, ASM, USA, 1990.
- [37] H.K.D.H Bahadreshia, *Worked Examples In The Geometry of Crystals*, Second Edition, (2001), U.K.
- [38] R. Petrov, L. Kestens, *An Orientation Microscopy Study of the Martensite Transformation in an Fe-30%Ni Alloy*, Universteit Gent, (2006), pag. 1-7
- [39] S. Godet, B.-K. Kim, P. J. Jacques, J. Szpunar, J.J. Jonas and F. Delannay, *Microstructural Study of Variant Selection by EBSD in a Bainitic Steel Containing Retained Austenite*, *Jour. Phys. IV*, 112 (2003), France, pag 309-312.
- [40] R. W. Balluffi, A. Brokman, A.H. King, *Acta Metall.*, Vol. 30, U.K.,(1982), pag. 1453-1470.
- [41] H.J. Fecht, *Philosophical Magazine Letters*, Vol. 60, No. 3 (1989) pag. 81-87.
- [42] J.K. Chen, D. Farkas, W.T. Reynolds Jr., *Acta Mater.*, Vol 45, No. 11, (1997), pag 4415-4421.
- [43] M. Rappaz, E. Blank, *Journal of Materials Science* 22, (1987) pag 896-906.
- [44] N. Siredey, M'B. Boufoussi, S. Denis, J. Lacaze, *Journal of Crystal Growth* 130 (1993) pag 132-146.
- [45] <http://www.ebsd.com/ebsd-explained/>
- [46] EDAX, Inc., *OIM Analysis, User Manual*, USA, January 3, 2001 Edition.
- [47] G. Vander Voort, *Tech Notes, Metallographic Preparation for Electron Backscattered Diffraction*, Vol. 5 Issue 2, (2007), Published by Buehler.
- [48] ASM, *Metal Handbook*, Ninth Edition, Vol 9. USA, 1978.
- [49] LECO Corp., *Metallography Principles and Procedures*, USA, 1991.

- [50] E. Boehm-Courjault, F. Gonzales, A. Jacot et. al., *Journal of Microscopy*, Vol. 233, Pt 1 (2009) pag 160-169.
- [51] H. Takatani, Ch.-A Gandin, M. Rappaz, *Acta Mater.* 48, (2000) pag 675-688.
- [52] S.Y. Lu, J.F. Li, X.L. Li, Y.H. Zhou, *Physica B* 403, (2008), pag 2609-2613.
- [53] D. Askeland, *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*, Edi. Thomson, Cuarta edición, México, 2004.
- [54] Schwartz, et. al., *Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*, Plenum Publishers, USA, 2000.
- [55] Kamp, Master Thesis, Delft University of Technology, June 2007.
- [56] J.W. Rutter, K.T. Aust, *Acta Metallurgica*, Vol. 6, May, (1958), pag 375-377
- [57] U.Erb, G. Palumbo, *Grain Boundary Engineering, A Symposium held with the 5th Canadian Materials Science Conference*, June 22-25, (1993), Canada.