

Principios y aplicaciones de la técnica de difracción de electrones retro-proyectados (EBSD, *Electron Back-Scattering Diffraction*)

Principles and applications of the Electron Back-Scattering Diffraction Technical (EBSD)

Recibido: 09-09-10 Aceptado: 16-11-10

DAIRO HERNÁN MESA GRAJALES*

Resumen

La difracción de electrones retro-proyectados (EBSD) es una de las técnicas más utilizadas en el análisis de aspectos relacionados con la cristalografía de materiales de ingeniería. Su versatilidad y ventaja frente a otras técnicas, como la difracción de rayos X, ha permitido que investigadores de todo el mundo en los más diversos campos de la ciencia e ingeniería de materiales, la hayan comenzado a explorar y sacar el máximo provecho posible. En Colombia esta técnica aún está por ser implementada, lo que ha motivado la realización de una revisión teórica del tema y se explica una posible aplicación en el campo del desgaste de piezas de ingeniería. De esta manera se espera contribuir para que investigadores de nuestro país adquieran una noción básica de la técnica EBSD y se motiven a usarla.

Al final del texto se presenta, a modo de ejemplo una de las aplicaciones del EBSD, en la cual se relaciona el daño por cavitación en función de la orientación cristalográfica en un acero inoxidable dúplex nitrurado a alta temperatura.

Palabras clave: Difracción de electrones retro-proyectados (EBSD); patrones de Kikuchi; microscopía electrónica de barrido (SEM); orientación cristalográfica; aceros inoxidables dúplex; nitruración.

Abstract

Electron Back-Scattering Diffraction (EBSD) is one of the most recent technique used to analyze the crystallography of diverse engineering materials. in fields diverse of the materials science engineering. Its versatility and advantage over other techniques such as X-ray diffraction has allowed that researchers from all over the world, in diverse fields of material science and engineering have begun to explore it and take advantage of it. Since in Colombia this technique has not been implemented yet, which motivates to the realization of a theoretical issue and a possible application on the field of engineering parts wastage. Thus, it is expected that this paper will be useful for Colombian research groups interested in learning the fundamentals of EBSD and get motivated to use it.

Finally, it is presented an EBSD application as an example, where is related the damage because of the cavitation, in function of the crystallography orientation in a nitrated duplex stainless steel in high temperature.

Key words: Electron Back-Scattering Diffraction (EBSD); Kikuchi patterns; scanning electron microscopy (SEM); Crystallography orientation, Duplex stainless steels, nitriding.

* PhD, Profesor Asociado Universidad Tecnológica de Pereira-Colombia. Grupo de Investigación: Materiales de Ingeniería. UTP-Colombia. Vereda La Julita. Programa de Tecnología Mecánica. dhmesa@usp.br

Introducción

La técnica EBSD, también conocida como *Electron Back-Scattering Patterns* (EBSP), *Electron Back-Scattering Kikuchi Patterns* (BEKP) o *Wide Angle Kikuchi Patterns* (WEKP) es relativamente reciente (Adam y Mukul, 2000; Tschiptschin, 2002). Se utiliza para estudiar aspectos relacionados con la cristalografía de los materiales tanto monocristalinos como policristalinos. Entre los aspectos más relevantes que pueden ser calculados por esta técnica se encuentran la textura (orientación cristalina preferencial grano a grano), las funciones de distribución de orientación, el tamaño promedio y la distribución del tamaño de grano, el tipo y cantidad de fases (que incluyen partículas de precipitados), desorientación entre dos o más granos, etc., todo esto con resolución hasta de 50 nm (Randle y Engler, 2000; Delgado, 2006).

El sistema EBSD que detecta y analiza electrones retro-proyectados, puede ser adaptado a un microscopio electrónico de barrido o de transmisión (*Scanning Electron Microscopy: SEM* o *Transmission Electron Microscopy-TEM*) que proporcionan el haz de electrones necesario que al incidir sobre la muestra parte de ellos sufren difracción, los cuales se conocen como electrones retro-proyectados. Esta adaptación permite combinar la técnica EBSD con imágenes obtenidas en el SEM o TEM a través de electrones secundarios (*Secondary Electrons-SE*) o electrones retro-dispersos (*Backscattered Scanning Electron Microscopy-BSEM*) e incluso con resultados de micro-análisis químico EDS y WDS para ser mejor aprovechada (Boehm, 2007).

La técnica EBSD se basa en el análisis de patrones de difracción conocidos como líneas, bandas o patrones de Kikuchi, las cuales están directamente relacionadas con la estructura reticular de la red cristalina en la región del material analizado. Estas líneas son bandas de alta intensidad obtenidas por la difracción de electrones retro-proyectados que resultan cuando la superficie del material en estudio es impactada con un haz de electrones. Estos interactúan con los átomos ubicados en los planos atómicos favorecidos por

ley de Bragg, haciendo que muchos de ellos sufran difracción (Alam *et al.*, 1954; Venables y Harland, 1973; Randle, 1992).

La información que traen los electrones retro-proyectados es recogida por un detector especial y analizada para calcular aspectos relacionados con la cristalografía del material. La Figura 1 muestra un patrón típico EBSD donde se aprecian las líneas o bandas de Kikuchi, (Padilha, 1999).

Los patrones de Kikuchi se relacionan con el material de estudio de la siguiente manera:

- El patrón obtenido refleja la simetría del retículo cristalino.
- El ancho y la intensidad de las bandas están directamente relacionados con el espaciado atómico de los planos cristalinos.
- Los ángulos entre las bandas están directamente relacionados con los ángulos entre los planos del retículo cristalino (Goehner y Michael, 1996).

Reseña histórica de la técnica EBSD

El EBSD comenzó a desarrollarse a principios de los años 1950 por el investigador Alam y sus colaboradores (Alam y Blackman, 1954) quienes descubrieron una serie de patrones de difracción a los que denominaron *Wide-Angle Back-Scattering diffraction* y que se relacionaban con resultados encontrados en los estudios sobre teoría de difracción trabajada por Kikuchi a principios de 1920. Posteriormente esta teoría fue confirmada por Venables y Harland en 1973 (Venables y Harland, 1973) quienes la aplicaron al estudio de la cristalografía de algunos materiales. En 1980, Dingley, Wright, Adams y Schwarzer (Nowell *et al.*, 2005), automatizaron el análisis de patrones EBSD para determinar la orientación cristalina presente en los granos de un material. Sin embargo no fue sino hasta principios de 1990 que esta técnica comenzó a utilizarse ampliamente dándose así un incremento exponencial en el número de publicaciones científicas que hacen alusión al uso de dicha técnica, como puede verificarse en el gráfico de la Figura 2.

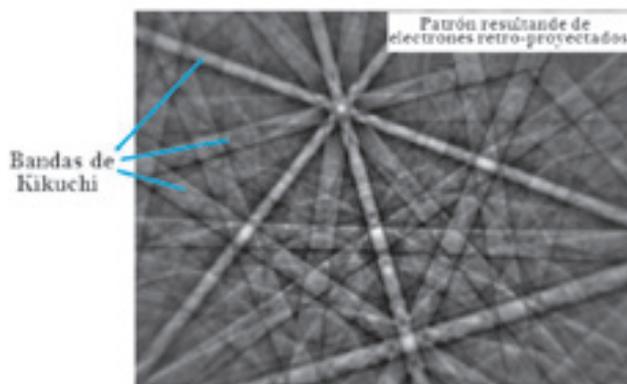


Figura 1. Patrones de Kikuchi obtenidos en una muestra de aluminio-titanio (Padilha, 1999)

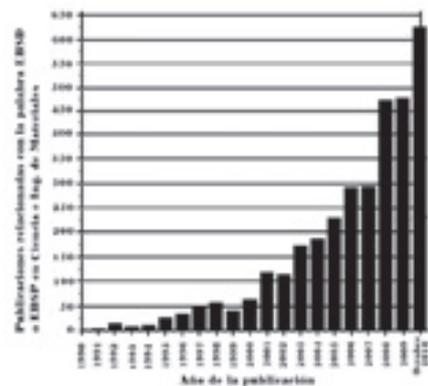


Figura 2. Incremento de publicaciones por año donde se menciona el uso de la técnica EBSD o EBSP. Datos obtenidos de www.ScienceDirect.com, opción ciencia de materiales.

Entre las instituciones responsables en el desarrollo de equipos y *software* destinados al uso de la técnica EBSD en el análisis cristalográfico de materiales, las más importantes son TSL (EDAX), HKL, Oxford y Noran, las cuales han acordado en denominar a este tipo de análisis como microscopía de orientación de imagen (*Orientation imaging microscopy: OIM*), (Padilha, 1999; Goehner y Michael, 1996).

Principio de funcionamiento

Para usar la técnica EBSD en el estudio de la cristalografía de algún material de interés, se inicia poniendo la muestra dentro de la cámara del SEM o TEM previamente preparada, orientada hacia el detector e inclinada entre 70° y 75° con respecto al haz de electrones incidente, esto con el fin de disminuir tanto el recorrido de los electrones como la fracción de electrones absorbidos por la muestra. De esta forma se facilita la difracción de electrones retro-proyectados que salen desde la superficie impactada y que llegan a una pantalla de fósforo puesta al final de una cámara de TV tipo CCD. El montaje de la muestra al igual que del sistema EBSD y la formación de patrones de Kikuchi son mostrados en las Figuras 3.a y 3.b.

Los electrones que sufren difracción (retro-proyectados) en planos atómicos favorecidos por la ley de Bragg, forman dos conos de difracción como se observa en la Figura 4. Cada banda o par de líneas representa un plano cristalográfico particular. Tales electrones son detectados cuando interceptan la pantalla de fósforo que a la vez es la encargada de llevarlos a un computador para ser indexados y analizados. Los conos formados tienen una apertura angular de entre 2° y 4° y al interceptar la pantalla originan

dos segmentos hiperbólicos (líneas de Kikuchi, Figura. 4). (Randle y Engler, 2000; Dingley, 1984; Wright, 2000).

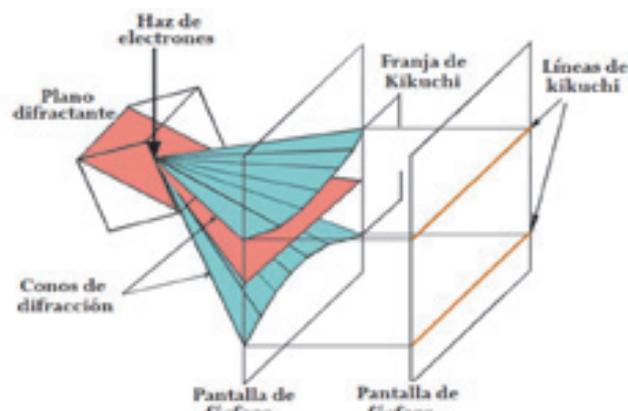


Figura 4. Generación de líneas de Kikuchi a partir de conos formados por electrones retro-proyectados. (Pinto y Lopes, 2003).

La distancia entre cada par de líneas equivale a $r\lambda/d_{hkl}$, donde r es la distancia entre la muestra y la pantalla de fósforo, λ es la longitud de onda de los electrones retro-proyectados y d_{hkl} es la distancia interplanar de los planos que están provocando la difracción. Al observar esta relación, es posible notar que a mayor espaciamiento entre las líneas, menor espaciamiento interplanar.

La indexación de patrones puede ser realizada de dos maneras: de forma automática por el *software* del sistema o manualmente por el usuario. Cuando el sistema identifica las líneas del patrón y principalmente los bordes y los ángulos entre ellas, este es capaz de calcular su posición usando un artificio matemático conocido como transformada o

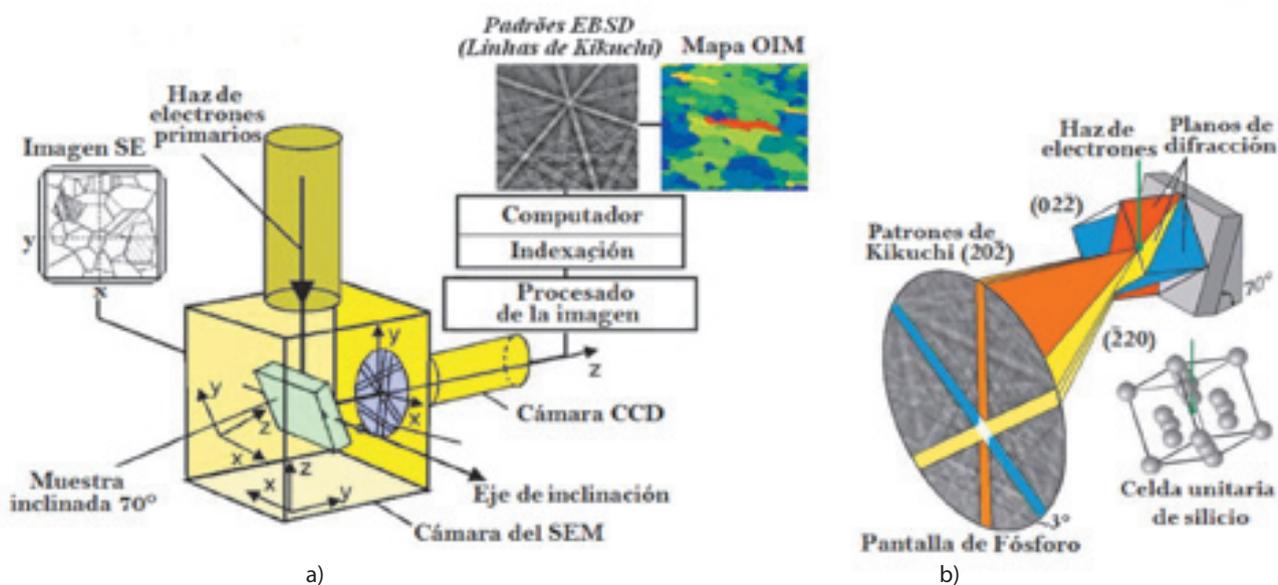


Figura 3. a) Principio de medición del EBSD y posicionamiento de la muestra, b) principio de formación de patrones de Kikuchi (Pinto y Lopes, 2003).

espacio de Hough (Mahomed, 2002). Esta transformada convierte los bordes de las líneas en puntos de ese espacio y los compara con patrones teóricos de la base de datos del programa que a su vez corresponden al sistema de planos que difractan en el sistema cristalino en estudio. La secuencia de indexación a través de la transformada de Hough es mostrada en la Figura 5.

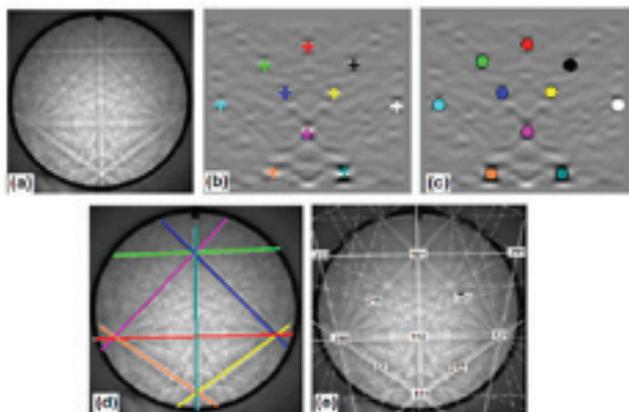


Figura 5. (a) Patrón EBSD captado; (b) transformada de HOUGH correspondiente al patrón en (a); (c) picos identificados en la transformada de HOUGH y coloreados; (d) líneas de Kikuchi del patrón original correspondientes a los picos identificados en la transformada de HOUGH; y (e) patrón de difracción indexado. (Boehm, 2007).

La comparación de los valores teóricos de los ángulos de difracción con los de la base de datos utiliza una metodología basada en votación. De las bandas identificadas son consideradas todas las posibles combinaciones entre tres líneas. A cada trío se le asocia dos ángulos de la base de datos teórica y en función de la tolerancia admitida es común que existan varias soluciones a la vez para cada trío, y a su vez, diferentes tríos pueden llegar a tener la misma solución. Cada solución tendrá un voto para cada cruce entre tres líneas y un par de ángulos. Cada medida que el sistema realiza durante la indexación va acompañada de un índice de confianza (IC) que es un indicativo de la confiabilidad de la medida y de la calidad de indexación. El IC se expresa como:

$$IC = \frac{N_1 - N_2}{NS} \quad (1)$$

Donde N_1 es el número de votos de la solución más votada; N_2 el número de votos de la segunda solución más votada y NS el número total de soluciones encontradas (Delgado, 2006).

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

El procedimiento anterior es realizado para cada punto barrido dentro del área de estudio seleccionada, de esa forma para cada punto es creado un archivo de datos que incluye las coordenadas (x, y) del punto analizado, los tres ángulos de Euler que hacen que los ejes de la celda unitaria del punto analizado coincidan con los ejes coordenados de referencia de la muestra (ϕ_1, Φ y ϕ_2), el índice de calidad del patrón analizado (IQ) y el IC de la indexación. Para el caso de materiales con varias fases, el tipo de estructura cristalina que más se ajusta al punto analizado también es informado.

En general, cuando se hace el estudio cristalográfico de un material, es seleccionada un área para realizar el barrido EBSD que puede medir desde unas pocas micras hasta algunos milímetros. El barrido se realiza punto a punto y el sistema adquiere información de manera más rápida o lenta en función de los parámetros de barrido seleccionados y del tipo de sistema de adquisición y procesamiento de datos con el que se cuente. Los sistemas actuales analizan cada punto en tiempos que oscilan desde 0,3 hasta 0,1 segundos, permitiendo con ello que miles de puntos sean barridos y analizados en unas pocas horas (Delgado, 2006).

Aunque la física de los electrones retro-proyectados es un poco compleja no necesita ser entendida en detalle cuando se usa un SEM para aprovechar los patrones obtenidos y usarlos en el análisis cristalográfico (Paula y Viana, 2003).

Preparación de muestras

El uso de la técnica EBSD exige que la superficie de las muestras que van a ser analizadas sea preparada muy cuidadosamente para evitar efectos topográficos (muestra rugosa) y para garantizar la obtención de patrones fuertes. Esto debido a que la técnica utiliza información de las primeras capas de átomos de la superficie por lo que cualquier imperfección o deformación va en detrimento de los patrones obtenidos, como se muestra en la Figura 6, en la que este tipo de irregularidades conduce a la obtención de los patrones observados.

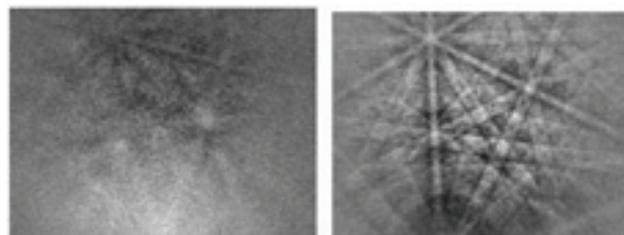


Figura 6. Variación en la calidad de los patrones de Kikuchi por causa de mal procedimiento de preparación superficial, patrón pobre izquierda y patrón fuerte derecha (Boecher y Jonas, 1999).

En materiales no conductores pueden aparecer problemas de carga que pueden corregirse con un leve metalizado de la superficie (Boehm, 2007). La obtención de patrones de Kikuchi débiles puede ocurrir cuando las superficies presentan algún grado de deformación o cuando hay presencia de capas de óxido, suciedad, deformación interna, etc.

En general los pasos que se deben seguir con el fin de obtener una superficie adecuada para realizar EBSD son montar la muestra en baquelita para facilitar la manipulación al pulir, pulir la muestra en lijas de diferentes tamaños de grano así como en paño de pulido fino con pasta de diamante o suspensión de alúmina de $1\mu\text{m}$ y terminar el pulido con sílice coloidal de tamaño de partícula menor de $0,5\mu\text{m}$ (se recomienda usar pulidora automática con cargas bajas y velocidades intermedias para evitar deformación excesiva). El pulido final también puede ser hecho de manera electroquímica, iónica o química. En caso de realizar el pulido y dejar un tiempo después para aplicar la técnica, se recomienda guardar la muestra al vacío para evitar la formación de óxidos o que sustancias extrañas se adhieran a la superficie (Padilha, 1999; Boecher y Jonas, 1999).

Aplicación de los resultados de un análisis EBSD

Los resultados obtenidos a través de la técnica EBSD pueden ser utilizados para varios propósitos relacionados con la cristalografía de los materiales de estudio. Dos de las más importantes aplicaciones son: (1) estudio de la orientación cristalina (análisis de textura), a través de mapas OIM, figuras de polo (FP), figuras de polo inversa (IPF) y funciones de distribución de orientación (FDO) y (2) análisis de límites de grano.

Orientación cristalina (análisis de la textura cristalográfica)

La textura cristalográfica puede ser definida como la orientación preferencial de los granos, o sea la tendencia estadística de que los cristales o granos de un material policristalino estén orientados en una o más orientaciones particulares (Garvart y Montheillet, 2000; Humphreys, 2004). En ocasiones se usa el término textura aleatoria para expresar ausencia de orientación preferencial. Las figuras 7 (a) y (b), muestran la orientación de las estructuras cristalinicas en los granos, en la que no existe textura alguna, figura 7 (a) y donde existe orientación preferencial o presencia de textura, figura 7 (b).

La textura normalmente se designa en la forma de componentes $\{hkl\} \langle uvw \rangle$, en función de la familia de planos atómicos que sufren y de la dirección cristalográfica preferencial en la que apuntan tales planos. Esas componentes son representadas por una orientación cristalina ideal, próxima a la orientación de un número razonable de granos agrupados en la región estudiada. Para el caso de una placa laminada, una selección conveniente de ejes coordenados, es aquella que tiene en cuenta la dirección de laminación (*Rolled direction: DL o RD*), dirección transversal (*DT*) y la dirección normal a la superficie de placa (*DN*), ejes que son perpendiculares entre sí. De esta forma, el plano cristalino representado por $\{hkl\}$ es paralelo al plano de la placa, y la dirección $[uvw]$, que pertenece al plano $\{hkl\}$, se toma paralela a la dirección de laminación. Por tanto, la posición de las estructuras cristalinicas dentro del grano, se fija con respecto a los ejes DL, DT y DN de la placa. La figura 8 (a) muestra la representación de la componente de textura $\{001\} \langle 100 \rangle$, conocida como textura de cubo rotado.

Para el caso de productos cilíndricos como el de una barra trefilada, las componentes de textura son represen-

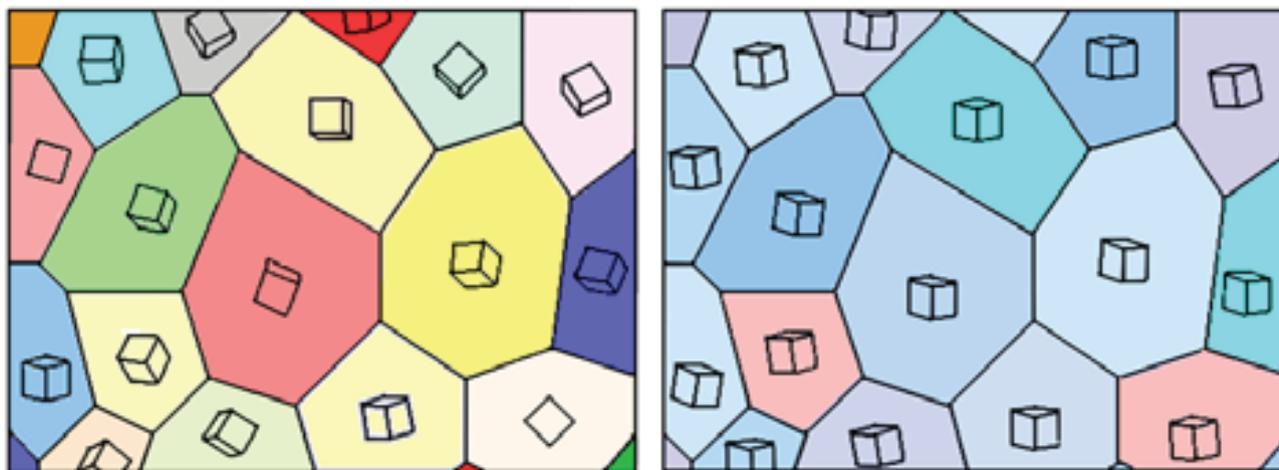


Figura 7. Estructuras cristalinicas dentro de los granos de un material policristalino con: (a) ausencia de textura y (b) con textura marcada (Bunge; 1969).

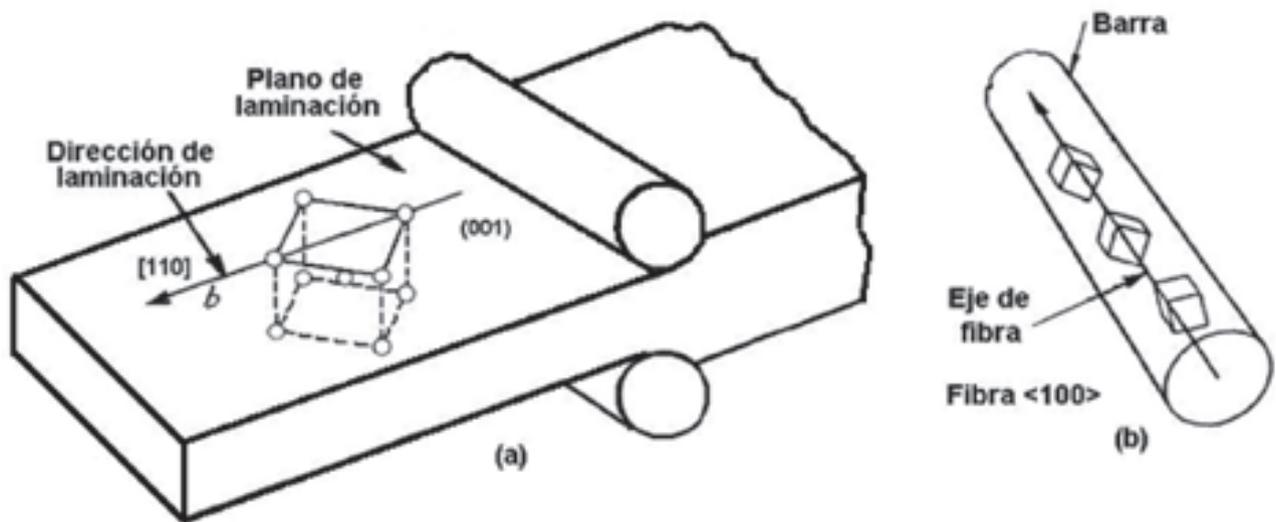


Figura 8. (a) Componente de textura $\{001\}\langle 100 \rangle$ en una placa y (b) textura de fibra $\{hkl\}\langle 100 \rangle$ en una barra trefilada (Chin, 1985).

tadas por la familia de direcciones $\langle uvw \rangle$, paralelas a la dirección axial de la barra, en torno del cual los granos se organizan. Estas direcciones son normales a los planos $\{hkl\}$ situados en la sección recta de la barra, como puede ser visto en la Figura 8 (b). Este tipo de textura se conoce como textura de fibra. En el ejemplo de la Figura 8 (b) puede notarse que la textura de fibra incluye varios planos atómicos $\{hkl\}$, conteniendo la dirección $\langle 100 \rangle$ (Humphreys, 2004; Chin, 1985)

La textura puede ser introducida a un material por diversos procedimientos como tratamientos térmicos, por deformación, por procesos de fabricación o por deposición de películas protectoras, etc. El estudio de la textura de un material involucra una parte cualitativa, cuando se determinan las direcciones preferenciales de orientación y una parte cuantitativa, cuando se determina la fracción de volumen asociado a esa orientación preferencial (Chin, 1985).

Desde el punto de vista de la ingeniería, la textura es importante cuando se desea aumentar la anisotropía de algunas propiedades mecánicas y eléctricas, de ahí la necesidad de controlar esta propiedad en el material. Estadísticamente hablando, la textura puede ser usada para realizar un estudio de la macrotextura y la microtextura del material. En el primer caso, se persigue determinar la orientación cristalina de un gran número de granos (de 100 hasta 1000 granos o más) (Godec, 2000). Con respecto a la microtextura, se busca estudiar una poca cantidad de granos y presentar las orientaciones individuales (desorientaciones), de dichos granos como puntos. Aquí los límites de grano y límites de maclas son caracterizados a través del análisis de desorientación entre los granos. Este tipo

de análisis permite un mejor entendimiento de fenómenos relacionados con procesos de deformación, como por ejemplo la recrystalización en caliente o dinámica, propagación de micro-grietas, estudios de fatiga, relación de orientación entre fases y con la matriz, etc. (Dingley, 1984; Cahn, 1991; Amorim, 2006; Paula, 2005).

Métodos de representación de textura

Existen varios métodos para representar la textura, siendo necesario determinar antes las orientaciones de los granos. Convencionalmente la textura es descrita por medio de figuras de polo. El método más tradicional para determinar la textura de un material ha sido la difracción de rayos-X, sin embargo últimamente la técnica EBSD ha ganado importancia debido a que permite correlacionar microestructuras, relacionar granos vecinos y determinar la textura de modo automático y con gran velocidad.

Figuras de polo

Una figura de polo es una proyección estereográfica que muestra la distribución de polos, o las normales a planos cristalinos específicos, usando los ejes de la muestra como ejes de referencia (Godec; 2000). En el caso de textura aleatoria, los polos se distribuyen uniformemente en la proyección, pero si existe textura como tal, los polos aparecerán alrededor de algunas orientaciones preferenciales dejando las demás áreas desocupadas, (Figura 9). La dirección de laminación RD es usualmente situada en la superficie, y la dirección transversal TD a la derecha de la figura de polo. El centro del círculo corresponde a la dirección normal del plano de la placa ND (Adam y Mukul; 2000).

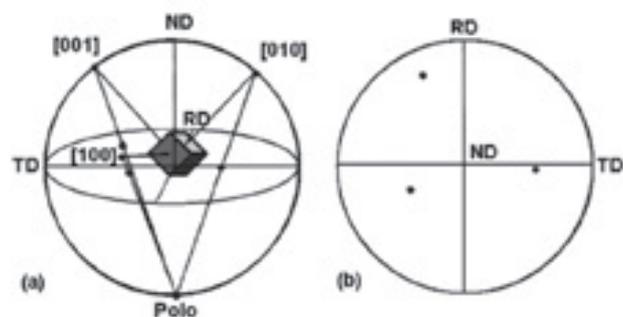


Figura 9. (a) Familia de polos {001} de un cristal cúbico representados en una proyección estereográfica y (b) familia de polos de ese cristal (Bunge, 1982).

Figura de polo inversa

En una figura de polo inversa (Figura 10) se registra la densidad de polos de los planos {hkl}, paralelos a una superficie dada de la muestra, sobre un triángulo característico del sistema cristalino del material. Se conoce como figura de polo inversa porque es la normal a la superficie que barre el triángulo de orientaciones en busca de aquellas que representan la textura (Bunge, 1969).

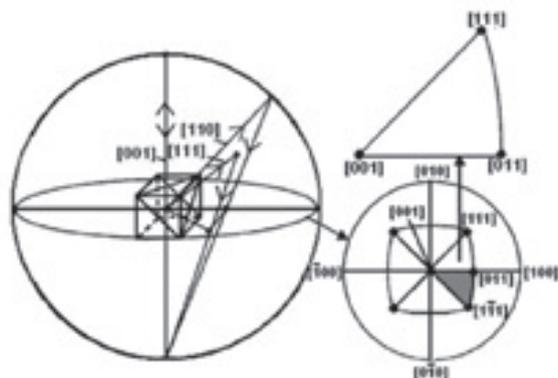


Figura 10. Figura de polo inversa obtenida a través de una proyección estereográfica (Bunge, 1982).

Función de distribución de orientación (ODF)

Para describir plenamente texturas cristalográficas es necesaria una representación en un espacio tridimensional. Esta representación se hace por medio de mapas o diagramas de distribución de orientación ODFs (Bailey y Hirsch, 1962). El espacio tridimensional para representar la textura (conocido como espacio de Euler) es definido por tres ángulos (φ_1 , Φ , φ_2 , o ángulos de Euler). Estos ángulos constituyen tres rotaciones consecutivas que aplicadas a los ejes [100], [010] y [001] de la estructura cristalina del grano la hacen coincidir con los ejes DL, DT y DN de la muestra respectivamente, en caso de que sea seleccionado como sistema coordinado las direcciones de laminación.

Cada uno de esos ángulos varía entre cero y noventa grados. Existen dos sistemas de notación para los ángulos de Euler: uno propuesto por Bunge y otro por Roe, siendo más utilizado el de Bunge cuya notación es mostrada en la Figura 11 (Beck y Sperry, 1950; Tschiptschin *et al.*, 2001).

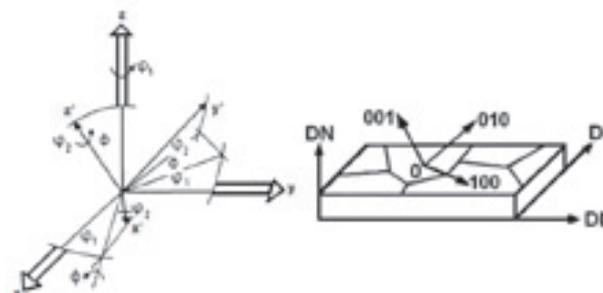


Figura 11. Definición de los ángulos de Euler (φ_1 , Φ , φ_2) de acuerdo con la notación de Bunge (EDAX/AMETEK).

Las ODF son calculadas a partir de figuras de polo y representadas gráficamente por secciones de φ_2 constantes, y su interpretación se hace a través de ábacos como el mostrado en la Figura 12 (a) con $\varphi_2 = 45^\circ$. La Figura 12 (b) presenta una representación de la textura de un material de acuerdo con la notación de Bunge, para los cortes $\Phi = 45^\circ$ y $\varphi_2 = 45^\circ$, respectivamente.

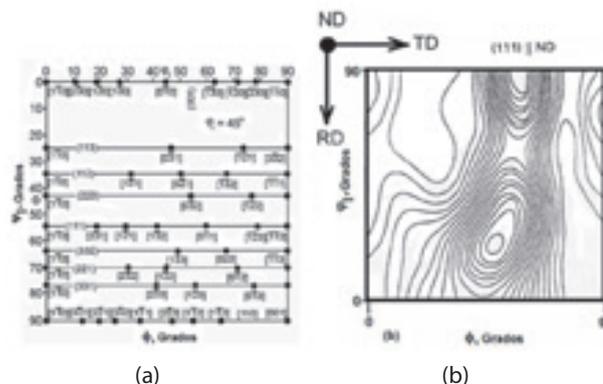


Figura 12. (a) Ábaco mostrando componentes de textura para $\varphi_2 = 45^\circ$, y (b) ODF, para un corte de $\varphi_2 = 45^\circ$, de acuerdo con la notación de Bunge (Beller y Doherty, 1977).

Análisis de límites de grano (misorientación o desorientación).

Un límite de grano es la región donde dos granos se interceptan y como cada grano tiene una orientación diferente no habrá ningún arreglo atómico en este lugar. Esto da origen a que varios fenómenos inherentes a los materiales, puedan ocurrir a través de ellos. Los límites de grano son regiones muy importantes de los materiales de ingeniería al punto de que en las últimas décadas los investigadores han dedicado bastante tiempo en tratar de

entender el comportamiento de los límites de grano durante diferentes procesos de conformación o tratamiento térmico mediante una nueva disciplina conocida como ingeniería de límite de grano. Los límites de grano se forman durante la solidificación y su número, forma, posición y arreglo puede variar por tratamientos termomecánicos. De igual manera, transformaciones de fase, corrosión y falla de muchos materiales se producen e involucran límites de grano.

Uno de los campos de estudio en la ingeniería de límites de grano es el de su migración, como ocurre durante procesos de deformación como el laminado. La teoría que prevalece en este estudio es aquella que afirma que la variación de energía local almacenada en diferentes granos es la fuerza impulsora para la migración de los límites durante el recocido (Campos, 2000; Ray *et al.*, 1994; Viana; 2001).

Con respecto a la geometría de los límites de grano, estos se han clasificado en límites de bajo ángulo si su diferencia de orientación con respecto a su vecino es menor de quince grados y de alto ángulo si la diferencia de orientación es mayor a esta magnitud.

Desarrollos recientes de la técnica EBSD acompañada de equipos y aplicaciones poderosos, han permitido realizar mediciones rápidas en áreas grandes, de la orientación reticular local de los granos en materiales policristalinos, además de la distribución de tamaños e identificación de la migración de límites de grano. Con respecto a la desorientación de los reticulados cristalinos entre dos granos vecinos, sea por textura aleatoria o por la presencia de diferentes fases, es posible estudiar las relaciones de orientación existente entre ellos a través de un perfil de diferencia de orientación. Basta con trazar una línea a través de una longitud deseada y el *software* permite calcular los datos de todos los límites alcanzados. Para el caso de límites de macla, se sabe que estos tienen una desorientación de sesenta grados (Wright y Larsen, 2002).

La diferencia de orientación puede ser analizada punto a punto o desde un punto hasta el origen. Un ejemplo de un perfil que muestra la diferencia de orientación entre varios granos, incluyendo contornos de macla, es enseñado en la Figura 13.

La desorientación de los límites de macla de sesenta grados puede ser verificada del perfil punto a punto mostrado en la Figura 13. Obsérvese que cada vez que la línea trazada para medir la desorientación entre los granos pasa por un límite de macla, la desorientación en el perfil alcanza un valor de sesenta grados, confirmando con ello que se trata de un límite de macla. Para ángulos de desorientación menores se trata de otros tipos de límites de grano.

Ejemplo de aplicación de la técnica EBSD

En este ejemplo de caso se usa la técnica EBSD para relacionar la orientación cristalina de los granos del material con el daño por cavitación en sus primeras etapas en un acero inoxidable dúplex UNS S31803 (o 318) transformado en austenítico por nitruración gaseosa en alta temperatura (llamado aquí de 318HTGN: *de High Temperature Gas Nitriding: HTGN*).

La nitruración fue realizada a una temperatura de 1.200°C y presión de una atmósfera, condiciones que según el diagrama de equilibrio para este acero, inhiben la formación de nitruros de cromo del tipo CrN y Cr₂N, por lo que el nitrógeno queda dentro del material en forma de solución sólida; este material fue llamado de 318HTGN. Después del nitrurado, algunas muestras fueron laminadas un 25% para reducir el tamaño de grano y después solubilizadas a 1100°C por una hora para aliviar tensiones internas y ayudar a nuclear granos con orientación cristalina aleatoria; este material fue llamado de 318HTGN+Lam+Sol. Los dos grupos de

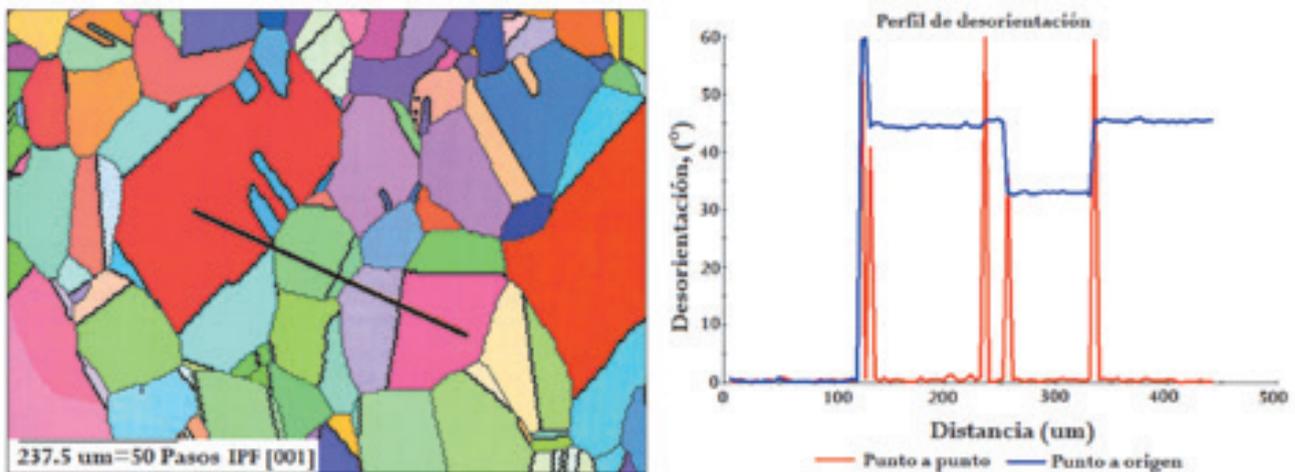
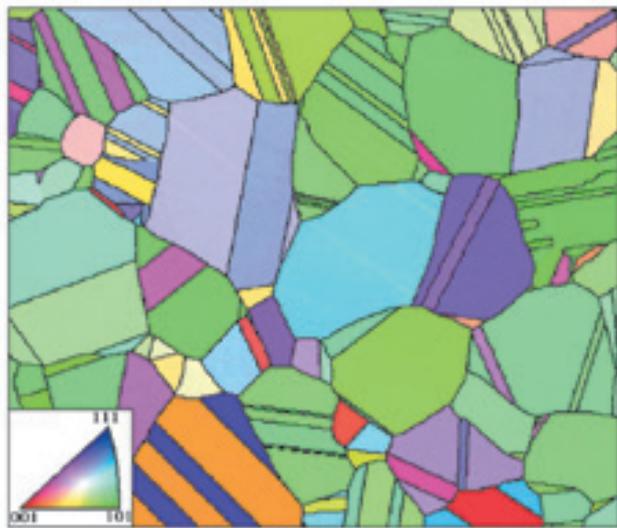


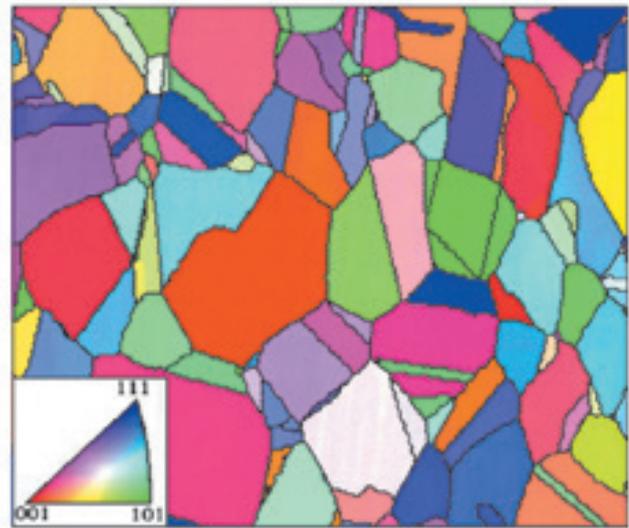
Figura 13. (a) Mapa OIM que muestran la línea trazada a través de diferentes granos y (b) perfil de desorientación de los granos; incluye límites de macla.

muestras fueron preparados metalográficamente de manera cuidadosa para ser sometidos a un barrido EBSD. El barrido se hizo en un equipamiento TexSEM acoplado a un microscopio electrónico de barrido Philips XL30 en un área de 1,5x1,5 mm. Los mapas OIM obtenidos para los dos materiales son mostrados en la Figura 14 (a) y (b); y en la Figura 14 (c) y (d) son mostradas figuras de polo inversa correspondientes a esos mapas en las cuales se evidencia que el material 318HTGN presenta textura preferencial con granos orientados según la familia de

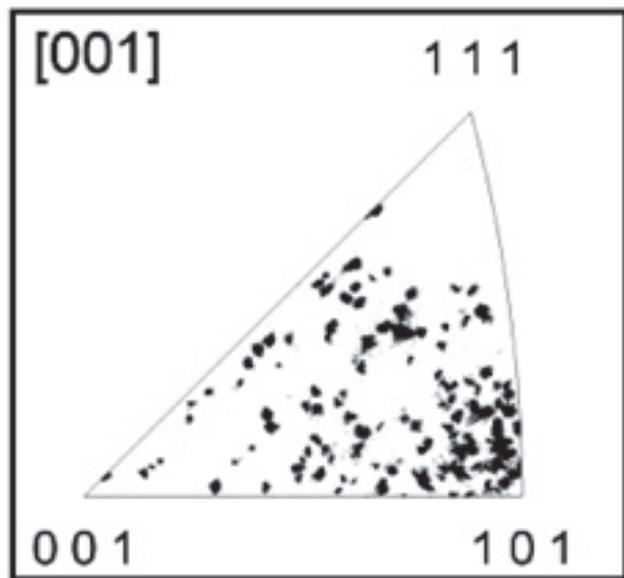
planos {110}, mientras el acero 318HTGN+Lam+Sol presenta textura aleatoria. Después del barrido EBSD las muestras fueron sometidas a ensayos de desgaste EC para estudiar los mecanismos de desgaste presentes. En ellos se pudieron correlacionar los resultados obtenidos con la orientación cristalina presente. En las Figuras 15 (a) y (b) se presentan dos micrografías SEM de la superficie expuesta a EC por 9 para los aceros 318 HTGN+Sol y 318HTGN+Lam+Sol.



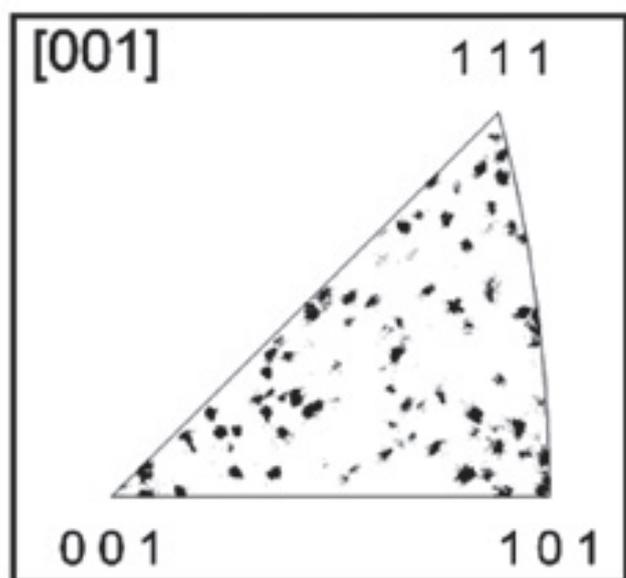
(a)



(b)



(c)



(d)

Figura 14. Resultados derivados de la técnica EBSD (a) y (b) mapas OIM del acero 318HTGN y 318HTGN+Lam+Sol respectivamente y (c) y (d) figuras de polo inversa que informan sobre el estado de la textura de los material (a) y (b) respectivamente.

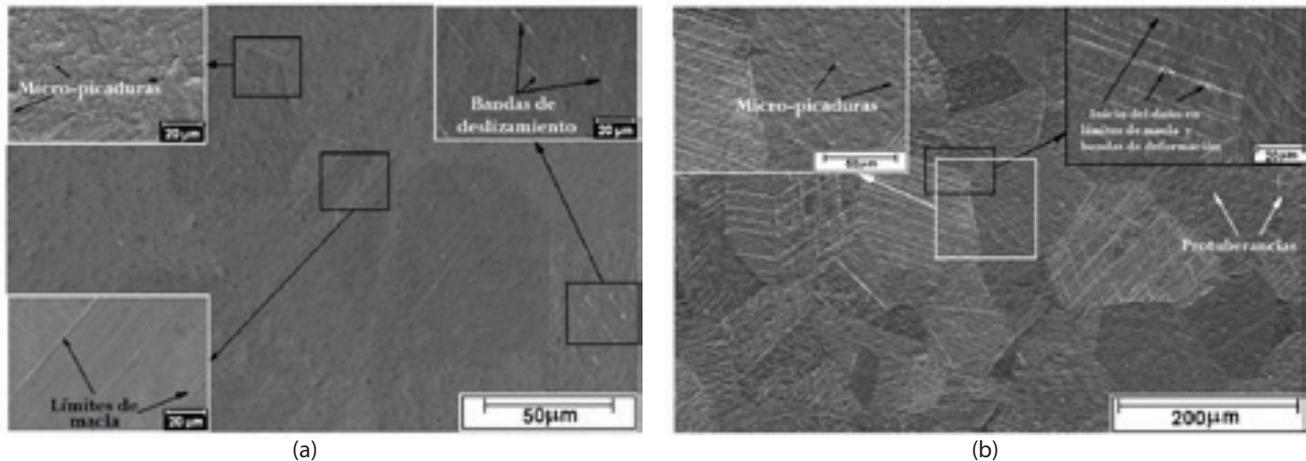


Figura 15. Evidencias del daño en superficies cavitadas por 9 h en (a) acero 318HTGNy (b) acero 318HTGN+Lam+Sol.

En las micrografías (a) y (b) de la Figura 15 se observa que los daños presentes consisten básicamente en deformación plástica evidenciada por la presencia de bandas de deslizamiento micro-picaduras y protuberancias dentro de los granos en el acero 318HTGN, mientras que en el acero 318HTGN+Lam+Sol los mecanismos de desgaste corresponden principalmente a deformación plástica acompañada de fractura frágil que actúa en límites de macla y en bandas de deslizamiento. En las micrografías anteriores también es posible observar que el daño en la superficie del acero 318HTGN+Lam+Sol fue más pronunciado que en el acero 318HTGN, lo que indica que la orientación cristalográfica influye de alguna manera los mecanismos de desgaste EC en este acero.

Conclusiones

- La técnica EBSD ha demostrado ser una herramienta bastante poderosa para estudiar, cualitativa y cuantitativamente, aspectos relacionados con la cristalografía de los materiales de ingeniería.
- Entre los estudios que pueden ser realizados con EBSD se encuentran: análisis de la textura, ingeniería de límites de grano, identificación de fases, caracterización de estructuras deformadas, medidas de deformación y fallas intra o trans-granulares, entre otras.
- La técnica EBSD en unión con el microscopio electrónico, permite correlacionar resultados cualitativos y cuantitativos en los procesos de deterioro de materiales como son fatiga, fractura y desgaste.
- A través de resultados obtenidos por la técnica EBSD fue posible correlacionar el desgaste EC en el acero inoxidable dúplex nitrurado a alta temperatura y modificado por tratamiento termomecánico de laminación.

Agradecimientos y reconocimientos

A Colciencias, por el apoyo económico para adelantar estudios de doctorado.

A los grupos de investigación, Materiales de Ingeniería de la UTP-Pereira-Colombia y Materiales para aplicaciones avanzadas de la USP-Brasil.

Referencias

- ADAM, J. S. and MUKUL, K. Electron Backscatter Diffraction in Materials Science. Cap 3. New York: Ed. Plenum Publishers, 2000. 339 p.
- ALAM, M. N.; BLACKMAN, M. and PASHLEY, D. W. High-Angle Kikuchi Patterns. **En: Proceedings of the Royal Society A.** London A221 (1954); p. 224-242.
- AMORIM, M. D. C. Avaliação da textura e da microestrutura de deformação de um aço elétrico GNO com 1,25% de Si laminado a frio. São Paulo, 2006. Tese de doutorado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
- BAILEY, J. E. and HIRSCH, P. B. **In:** Proc. R. Soc. London, Vol. A267 (1962); p. 11.
- BECK, P. A. and SPERRY, P. R. **En:** Journal of applied physics. 21:150 (1950).
- BELLER, S. P. and DOHERTY, R. D. **En:** Acta metallurgica. 25:521 (1977).
- BOECHER, P. and JONAS, J. J. Characteristics of nucleation and growth during the dynamic recrystallization of a 304 stainless steels. Proc. Of 4th Conf. on recrystallization and related phenomena. Ed. T. Sakai and H.G. Suzuki, J.I.M., 1999. p. 25-35.
- BOEHM, C.E. Introduction to EBSD (Electron Back-scattering Diffraction). Principle and applications. Laboratoire de simulation des matériaux LSMX, 2007.
- BUNGE, H. J. Mathematical methods of texture analysis. Berlin: Akademie Verlag, 1969.
- BUNGE, H. J. Texture analysis in material science mathematical methods. 1ed. Butterworths, 1982.

- CAHN, R. W. Measurement and control of texture. In: CAHN, R. W. Materials Science and technology: A comprehensive treatment. Vol.15. Weinheim: VCH, 1991. p. 429-484.
- CAMPOS, M. F. Microestrutura, textura e propriedades, magnéticas em aços elétricos. 2000. Tese de doutorado. Escola Politécnica da USP.
- CHIN, G. Y. Textured structures. In: Metal Handbook 9 ed, Metals Park. Ohio: ASM, 1985, p.700-705.
- DELGADO, E.F. Caracterización microestructural y cristalográfica de la concha prismatofoliada de pectinoidea, animioidea y ostreoidea (Pteriomorpha Bivalvia), Implicaciones evolutivas. Granada, España, 2006. Tesis Doctoral. Universidad de Granada.
- DINGLEY, D. J. Diffraction from sub-micron areas using electron backscattering in a scanning electron microscope. En: Scanning Electron Microscopy. 2 (1984); p. 569– 575.
- EDAX/ AMETEK, Inc. Introduction to Orientation Imaging Microscopy. [en línea] Disponible en: <http://www.stanford.edu/group/snl/SEM/OIMIntro.htm>.
- GARVART, L. and MONTHEILLET, F. Dynamic Recrystallization and grain refinement in a high purity 304L type austenitic stainless steel. En: Materiaux & techniques. No 5-6 (2000); p. 65-68.
- GODEC, M. J. Presentation methods of textures measurements. En: Materiali in Tehnoloije. Vol. 34 (2000); p. 359-364.
- GOEHNER, R. P. and MICHAEL, J. R. Phase identification in a scanning electron microscopy using back-scattered electron Kikuchi patterns. En: J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol. Vol. 101, No 3. (1996)
- HUMPHREYS, F. J. Characterization of fine-scale microstructures by electron back-scattering diffraction (EBSD). En: Scripta materialia, (2004); p. 771-776.
- MAHOMED, E.W. Caracterización termomecánica de aceros inoxidables austeníticos AISI 304. Catalunya, España, 2002. Tesis doctoral. Universidad de Catalunya.
- NOWELL, M. M.; WITT, R. A. and TRUE, B. EBSD Sample Preparation: Techniques, Tips, and Tricks. En: Microsc Microanal. Vol. 11, Suppl. 2 (2005).
- PADILHA, A. F. Utilização da técnica de difração de elétrons retro-espalhados na caracterização microestrutural dos materiais. São Paulo: Boletín Técnico da Escola Politécnica da USP, Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, 1999. 16 p.
- PAULA, A. D. S. and VIANA, C. S. Texturas de deformação. Cap. 3. En: Anais do II Workshop sobre textura e relações de orientação. São Paulo: Universidade de São Paulo, 2003. p. 35-56.
- PAULA, M. J. Evolução da microestrutura e da textura durante o processamento de chapas da liga Al-Mn-Fe-Si (3003) produzidas por lingotamento contínuo: um estudo comparativo com o processo contínuo. São Paulo, 2005. Tese de doutorado. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo.
- PINTO, A. L. y LOPES, A. M. A utilização da técnica EBSD em estudos de microtextura e mesotextura. Cap. 20. En: Anais do II Workshop sobre textura e relações de orientação. Universidade de São Paulo, 2003. p. 441-459.
- RANDLE, V. Microtexture determination and its applications. London: The Institute of materials, 1992.
- RANDLE, V. and ENGLER, O. Introduction to texture analysis. Macrotexture, microtexture and orientation mapping. Amsterdam: Gordon and Breach Science Publishes, 2000. 388 p.
- RAY, R. K.; JONAS, J. J. and HOOK, R. E. Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels. En: International materials reviews. Vol. 39 (1994); p. 129-171.
- TSCHIPTSCHIN, A. P. Difração de elétrons retroespalhados. En: Caderno Técnico. Metalurgia & Materiais. (Fevereiro de 2002); p. 119 a 121.
- TSCHIPTSCHIN, A. P.; PADILHA, A. F.; SHON, C. G.; LANDGRAF, F.; GOLDSTEIS, H.; IVAN, G. S. y BATISTA, N. L. Textura e Relações de Orientação: Deformação Plástica, Recristalização, Crescimento de grão. Universidade de São Paulo, 2001, 311 p.
- VENABLES, J.A. and HARLAND, C. J. Electron Back-Scattering Patterns. A new Technique for obtaining crystallographic information in the scanning electron microscopy. En: Philosophical Magazine, No. 27 (1973); p. 1193.
- VIANA, S. C. Deformação, recristalização textura. En: Apostila do curso de educação continuada da Associação Brasileira de metalurgia e materiais, 2001. p.16.
- WRIGHT, S. I. Fundamentals of automated EBSD in Electron Back-scatter diffraction in materials science. Cap. 5. En: SCHWARTZ, A. D.; KUMAR, M. Y ADAMS, B. L. (Ed.). New York: Plenum Publishers, 2000. p. 51-64.
- WRIGHT, S. I. and LARSEN, R. J. Extracting twins from orientation imaging microscopy scan data. En: Journal of Microscopy. Vol. 205, Pt 3 (March, 2002); p. 245–252.