

# DETERMINACION DE LA ORIENTACION CRISTALOGRAFICA DE GRANOS EN POLICRISTALES DE ESTRUCTURA CUBICA

G. Vigna, D. Saulino, L. Marango

Departamento Materiales, Gerencia Desarrollo, Av. Libertador 8250. 1429, Buenos Aires

Determinaciones de orientación cristalográfica de pequeños granos (diámetro equivalente  $> 20 \mu\text{m}$ ) en materiales policristalinos base Fe y base Ni, de estructura BCC y FCC respectivamente, fueron realizadas a partir de diagramas de difracción de un haz divergente de rayos X. Los diagramas fueron obtenidos, por reflexión, en una cámara de Kossel instalada en una microsonda electrónica.

El método utilizado permite determinar dos direcciones cristalográficas, una correspondiente a la normal a la superficie de la muestra y la otra según una dirección contenida en el plano de la muestra. Se estimó la indeterminación del método utilizado para el cálculo de dichas direcciones en aproximadamente medio grado.

## INTRODUCCION

La técnica de obtención de diagramas de difracción de un haz divergente de rayos X (Diagramas de Kossel) es utilizada para adquirir información cristalográfica a escala de granos de un policristal. La posibilidad de enfocar un haz de electrones en la superficie de un monocristal reduce las dimensiones de la fuente puntual de rayos X que requiere la técnica, y permite determinar la orientación de cristales de dimensiones inferiores a aquellas que exigen las técnicas convencionales de difracción de rayos X. Por otro lado, la obtención de diagramas de Kossel por reflexión permite trabajar con muestras masivas (evitándose los métodos de adelgazamiento de muestras).

El presente trabajo se describirán las condiciones experimentales y el método de cálculo utilizado para determinar la orientación de granos en una muestra policristalina de acero ferrítico y en una muestra de Ni puro.

La determinación de orientación es absoluta, obteniéndose para cada cristal o grano estudiado su dirección normal y otra dirección en el plano ortogonal a aquella.

## DESCRIPCION DE LA TECNICA Y METODO UTILIZADOS

El haz de electrones de una microsonda electrónica, enfocado sobre la superficie del grano elegido para determinar su orientación, interactúa con los átomos que constituyen el cristal, generando una fuente puntual de rayos X. La longitud de onda de la radiación emitida dependerá de los átomos que constituyen el volumen de interacción electrónica.

La figura 1 muestra como, de los rayos emitidos por la fuente puntual F, solamente aquellos que se encuentran sobre la superficie del cono de vértice F y generatriz FG inciden sobre la familia de planos  $\{hkl\}$  en condición de difracción de Bragg.

Los rayos difractados, a su vez, inciden sobre un film ubicado en un plano paralelo a la superficie de la muestra, dando origen a una línea oscura (la intensidad es mayor respecto al fondo). El conjunto de líneas o cónicas así originadas se denomina "Diagrama de Kossel".

Los diagramas de Kossel son fácilmente comparables a las proyecciones estereográficas de los círculos de Kossel. Estos círculos resultan de la intersección entre los conos de radiación difractada y una esfera de proyección que contiene en su centro la fuente puntual de rayos X.

El método elegido para determinar la orientación del cristal<sup>1</sup> consistió en elegir cuatro puntos (P1, ..., P4) resultante cada uno de ellos de la intersección de dos líneas del diagrama, de índices  $h_i k_i l_i$  ( $i = 1, 2$ ), (figura 2).

Calculando los vectores  $\vec{r}_{12}$ ,  $\vec{r}_n$  y habiendo medido las distancias entre  $P_i$  y T sobre el film que contiene el diagrama, es posible obtener los vectores  $\vec{r}_{12}$  y  $\vec{r}_{34}$  que van de T a P1 y a P3 respectivamente. Luego la normal al plano del film, que es paralela a la superficie del cristal, está dada por:

$$\vec{N} = \frac{\vec{r}_{12} \times \vec{r}_{34}}{|\vec{r}_{12} \times \vec{r}_{34}|}$$

La determinación de la orientación es completa, pues una dirección de referencia sobre el plano del film puede ser expresada en función de los vectores  $\vec{r}_{12}$  y  $\vec{r}_{34}$ .

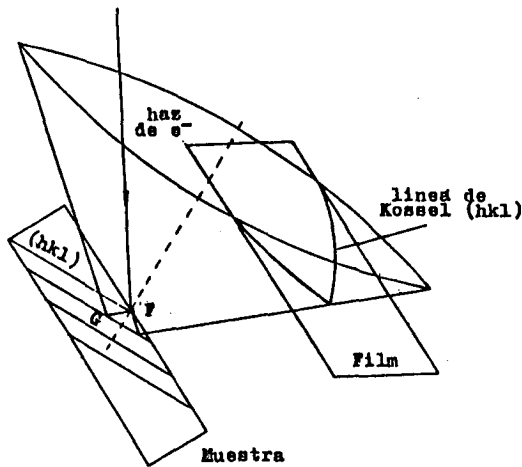


Figura 1: Formación de cónicas.

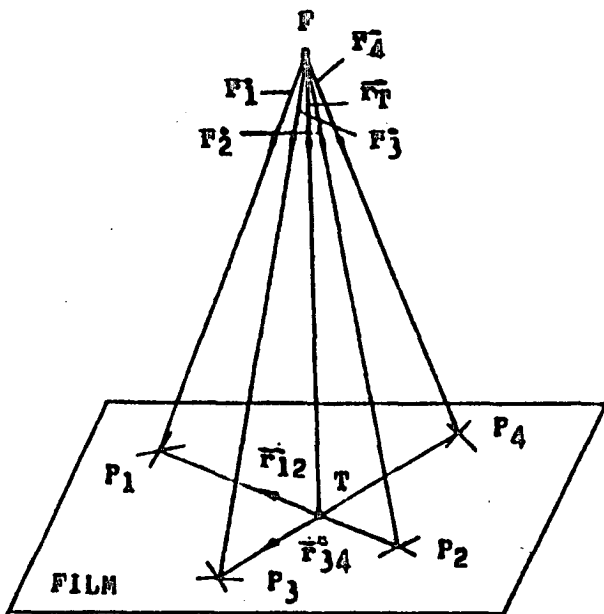


Figura 2: Método de Ryder.

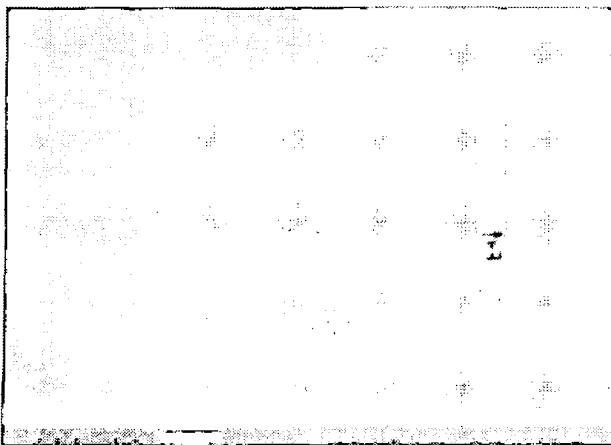


Figura 3: Imagen de electrones retrodifundidos en una muestra de acero ferrítico.

## RESULTADOS EXPERIMENTALES

Los diagramas de Kossel fueron obtenidos, por reflexión, utilizando para ello una cámara instalada en una microsonda electrónica CAMECA modelo SX-50, que posee una distancia fuente-film de 85 mm. Se utilizó una placa fotográfica KODAK tipo DEF 5 de 130 x 180 mm. y el tiempo de exposición fue de aproximadamente 10 minutos; la tensión de aceleración del haz electrónico fue de 30 KV.

La indexación de líneas de los diagramas fue realizada por comparación con proyecciones estereográficas obtenidas utilizando un programa de trazado de dichas proyecciones<sup>2</sup>.

La figura 3 muestra una imagen de electrones retrodifundidos obtenida sobre una muestra de acero ferrítico que presenta crecimiento anormal. En la imagen se observan 2 granos pequeños que aún no han sido absorbidos por los granos grandes. Las figuras 4 (a y b) muestran el diagrama de Kossel obtenido sobre el grano A de la figura 3 y la proyección utilizada para su identificación.

Del cálculo de orientación del grano A, resultó:

$$\vec{N} = (0.3768, 0.2508, 0.8917);$$

$$\vec{L} = (-0.8647, 0.4404, 0.2415)$$

donde  $\vec{N}$  es la dirección normal a la superficie de la muestra y  $\vec{L}$  es la dirección indicada junto a la figura 3 ( $\vec{L}$  es paralela a uno de los bordes de la muestra rectangular utilizada).

En la figura 5 (a y b) se observa el diagrama de Kossel y la proyección estereográfica utilizada para la determinación de orientación de un grano de diámetro equivalente a 20µm en una muestra policristalina de Niquel.

Para el caso del policristal de Niquel el grano elegido resultó tener:

$$\vec{N} = (0.7561, 0.6427, -0.1225);$$

$$\vec{L} = (-0.6297, 0.7657, 0.1312)$$

A los efectos de estimar la indeterminación en las direcciones obtenidas por este método, se recalcularon las direcciones  $\vec{N}$  y  $\vec{L}$  utilizando distintos conjuntos de intersecciones. Las variaciones angulares en  $\vec{N}$  y  $\vec{L}$  resultaron de 1/2 grado.

## CONCLUSIONES

La técnica de Kossel fue aplicada para determinar la orientación en granos de muestras policristalinas base Hierro y base Niquel. La cámara utilizada permitió obtener diagramas por reflexión, fácilmente explotables, en granos de dimensiones

