

C.N.E.A. Biblioteca	
ARCHIVO PUBLICACIONES	
Nº 1	AÑO 1974

04.74.08

CNEA-IN 13/155

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION
AREA INVESTIGACION, DESARROLLO Y SERVICIOS

DETERMINACION DE LA TEXTURA DE LAMINACION EN UNA ALEACION Fe - Si, POR DIFRACCION RASANTE DE ELECTRONES.

M. Ipohorski y A. Cabo

Buenos Aires

1974

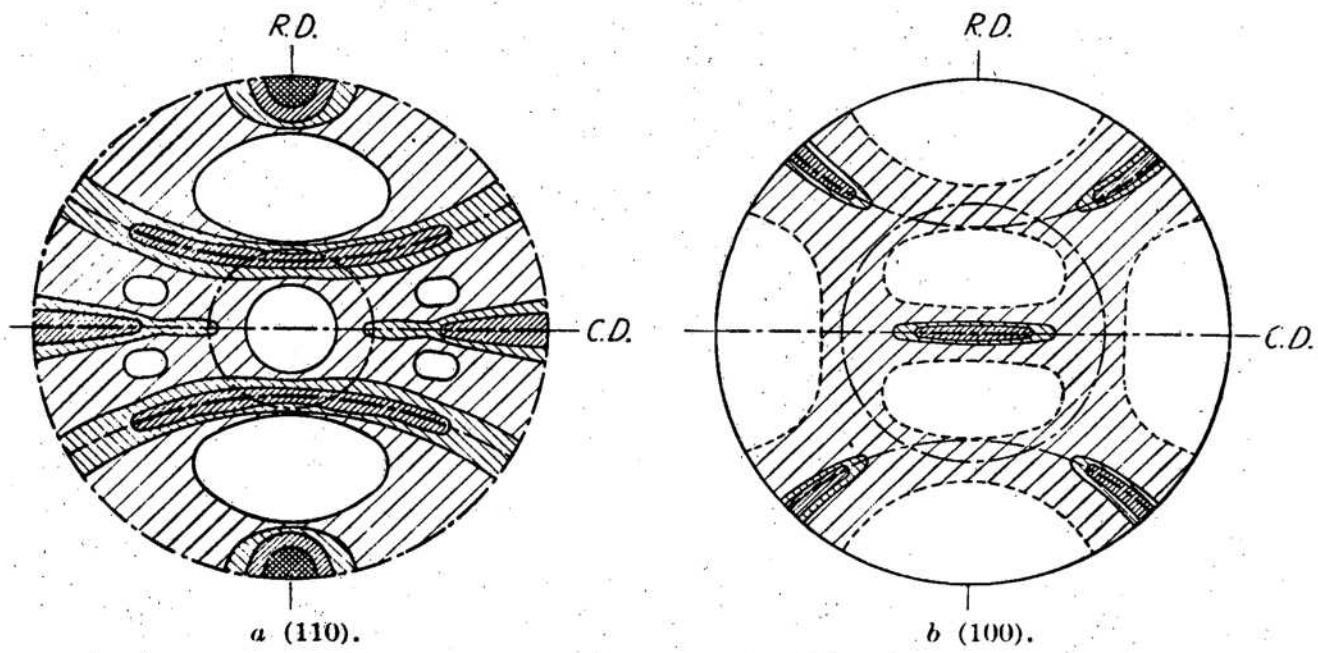


Fig.1 Figuras de polo (110) y (100) correspondientes a una aleación Fe-4.6% Si laminada hasta un 95% de deformación (referencia 3).
R.D. : Dirección de laminación.
C.D. : Dirección transversal.

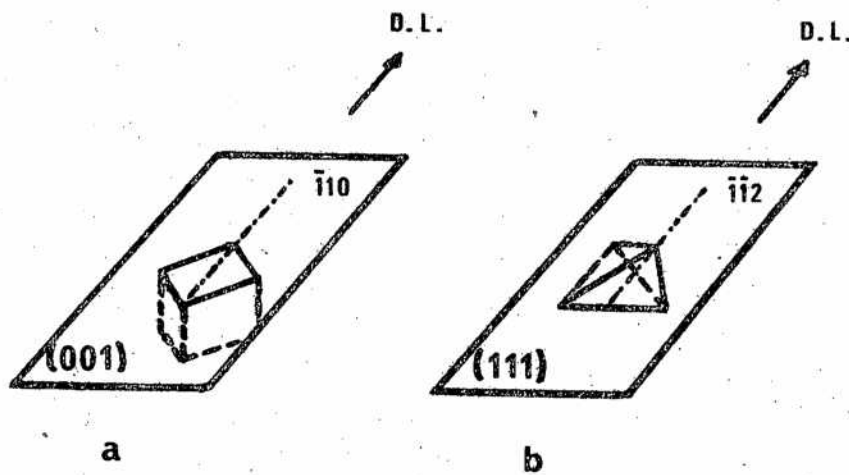


Fig.2 Texturas de laminación en frío de materiales de cuerpo centrado.

a) textura $(001)[110]$, "cubo sobre la cara".

b) textura $(111)[112]$, "cubo sobre el vértice".

En las chapas de Fe-2.7% Si analizadas en el presente trabajo, la textura dominante es la descrita por a), aunque también existen evidencias de la textura b).

INTRODUCCION

En el presente trabajo se describen las experiencias de difracción rasante de electrones de 80 kV que se realizaron para determinar el tipo de textura existente en una chapa de Fe-2.7% Si comercial, laminada en frío hasta una reducción de espesor del orden del 50%. El método utilizado aquí está descrito en detalle en una publicación anterior del laboratorio (1).

Las texturas de laminación en frío de metales cúbicos de cuerpo centrado, y más concretamente de las aleaciones Fe-Si como las observadas en el presente trabajo, fueron determinadas hace tiempo utilizando las técnicas clásicas de difracción de Rayos X. En el libro de Barrett (2), capítulo XVIII, pág.465, se detallan las texturas más frecuentes, y se dan incluso las figuras de polo correspondientes. En general, tanto en chapas de Fe como de aleaciones Fe-Si la textura de laminación en frío es tal que las direcciones del tipo $\langle 110 \rangle$ de la mayoría de los granos cristalinos son coincidentes con la dirección de laminación, y los planos del tipo $\{001\}$ están contenidos en el plano de la chapa. Existen por supuesto desviaciones respecto de esta orientación promedio, que dependen principalmente de la reducción total por laminación en frío. Se ha observado que las desviaciones de la orientación promedio disminuyen con el aumento de la reducción en frío, o lo que es equivalente, la textura se hace más marcada a medida que se aumenta la deformación de la chapa. Se han medido desviaciones del orden de 45° respecto de la dirección de laminación, y de unos 20° respecto de la dirección transversal a ésta. En la Fig.1 (a) y (b) se reproducen las figuras de polo (110) y (001) correspondientes a una aleación Fe-4.6% Si laminada en frío hasta un 95% de deformación (3), obtenidas a partir de experiencias de difracción de Rayos X.

Comparando con una proyección estereográfica tipo (001), en la cual el polo (001) está situado en el centro de la proyección, se puede ver fácilmente que la densidad máxima de polos del tipo $\{110\}$ de la figura coincide aproximadamente con la posición de los polos $\{110\}$ de la proyección tipo. La dirección de laminación coincide con la dirección cristalográfica $[\bar{1}10]$. Además, superpuesta a esta textura dominante, también existen orientaciones preferenciales definidas por

$$(112) [\bar{1}10] \begin{cases} \text{plano } (112) \text{ paralelo a la superficie de la chapa} \\ \text{dirección } [\bar{1}10] \text{ paralela a la dirección de laminación} \end{cases}$$

(111)(11 $\bar{2}$) plano (111) paralelo a la superficie de la lámina
dirección (11 $\bar{2}$) paralela a la dirección de laminación

que fueron observadas en metales bcc ya en 1930 por Kurdjumow y Sachs (4).

EL DIFRACTOMETRO DE ELECTRONES

Los espaciados entre planos cristalinos d_{hkl} correspondientes a los índices de Miller (hkl) del hierro son, en orden decreciente

(hkl)	110	200	211	220	310	222	
d_{hkl} (Å)	2.027	1.433	1.170	1.013	0.906	0.827	

En una experiencia de difracción rasante de electrones aparecen en general no más de 6 o 7 anillos de difracción. Los radios r_{hkl} de los anillos de difracción que se registran en la pantalla fluorescente del difractómetro de electrones (o en la placa fotográfica) se calculan a partir de la ley de Bragg, resultando (1)

$$r_{hkl} = \frac{\lambda L}{d_{hkl}}$$

donde λ es la longitud de onda de los electrones incidentes, y L es la longitud de la cámara de difracción. Para el dispositivo de difracción de electrones adaptable al microscopio electrónico Philips EM 300, operado a 80 kV resultan finalmente

(hkl)	110	200	211	220	310	222	
r_{hkl} (mm)	7.28	10.29	12.62	14.60	16.28	17.83	

Por lo tanto los anillos correspondientes a las distintas familias de planos cristalinos (hkl) pueden ser inmediatamente identificados en las placas fotográficas midiendo sus respectivos radios. A partir de la observación cuidadosa de los refuerzos de intensidad sobre los anillos de difracción es posible obtener información acerca de las orientaciones preferenciales de los granos que componen la muestra, es decir su textura.

PREPARACION DE LAS MUESTRAS

Las chapas laminadas de aproximadamente 1 mm de espesor y tamaño de grano $\approx 30 \mu$, fueron cortadas en pequeños rectángulos de 5 mm de largo x 3 mm de ancho, de tal manera que la dirección de laminación fuera paralela a la arista más larga del rectángulo resultante. Las muestras fueron incluidas en material acrílico, pulidas mecánicamente con papeles abrasivos, y con diamante de 7μ y 0.25μ . Luego de ser extraídas cuidadosamente de la inclusión fueron pegadas con un adhesivo conductor (pintura de plata) a los soportes del dispositivo de difracción rasante del microscopio electrónico Philips EM 300. La superficie de las muestras fue atacada con Nital 2% durante unos 20 segundos y lavada con alcohol y acetato de butilo. Después de un rápido secado, el soporte con la muestra adherida fue introducido rápidamente dentro de la columna del microscopio electrónico. La preparación de la superficie para la obtención de un diagrama de difracción claro y definido, representativo de la muestra, requiere una serie de operaciones, que serán descritas detalladamente en un trabajo próximo (5).

RESULTADOS

Los diagramas de difracción rasante de distintas partes de la muestra fueron obtenidos en tres orientaciones distintas:

- 1) Haz de electrones paralelo a la dirección de laminación ($\beta = 0$).

Concentraremos nuestra atención en la distribución de intensidades a lo largo de los tres primeros anillos de difracción, (110), (200) y (211). Sobre el primer anillo de difracción, correspondiente a los planos del tipo {110}, la intensidad difractada es bastante uniforme, aunque se nota en todos los casos un pequeño refuerzo para ángulos α mayores que unos $\pm 40^\circ$ o $\pm 50^\circ$. El origen de la coordenada angular α se toma en el punto medio de la semi-circunferencia que forma cada anillo de difracción, ver Fig.6 de la referencia (1). El segundo anillo de difracción, $(hkl) = (200)$ es muy débil y no se pueden distinguir variaciones de intensidad sobre el mismo. En cambio el anillo $(hkl) = (211)$ presenta ciertos refuerzos de intensidad en su parte media, es decir alrededor de $\alpha = 0$, y en regiones correspondientes a α mayor que $\pm 60^\circ$.

2) Haz de electrones formando 45° con la dirección de laminación ($\beta = 45^\circ$).

Sobre el anillo (110) se comienza a rotar un fuerte refuerzo en zonas cercanas a $\alpha = \pm 30^\circ$. Al igual que en el caso anterior no se nota claramente la distribución de intensidades sobre el segundo anillo (hkl) = (200). El tercer anillo, (112) es bastante uniforme, pudiéndose apreciar sin embargo un aumento de la intensidad difractada en zonas correspondientes a $\alpha = \pm 50^\circ$.

3) Haz de electrones perpendicular a la dirección de laminación ($\beta = 90^\circ$).

En este caso se nota un fuerte refuerzo de intensidad sobre el primer anillo de difracción, en zonas próximas a $\alpha = \pm 30^\circ$. El segundo anillo no es claramente visible, como sucede en los casos anteriores. El anillo (112) en cambio presenta refuerzos visibles de intensidad en su zona central y en regiones cercanas a $\alpha = \pm 60^\circ$.

Las distribuciones de intensidad a lo largo de la circunferencia de los tres primeros anillos de difracción, en las tres orientaciones descritas, son coherentes con una textura en la cual los planos de tipo {100} están contenidos en el plano de las chapas y las direcciones de tipo $\langle 110 \rangle$ son paralelas a la dirección de laminación. Esta textura se denomina en la literatura "cubo sobre la cara", Fig.2 (a), y se escribe en forma abreviada

$$(001) \{ \bar{1}10 \}$$

Esta es la textura dominante en las chapas de Fe-2.7% Si analizadas en el presente trabajo. Sin embargo existe también una textura del tipo

$$(111) \{ \bar{1}\bar{1}2 \}$$

es decir orientaciones en las cuales los planos de tipo {111} están contenidos en el plano de las chapas, y las direcciones del tipo $\langle 112 \rangle$ son paralelas a la dirección de laminación. Esta es la textura denominada "cubo sobre el vértice", Fig.2 (b). El hecho de que en las micrografías obtenidas con el haz electrónico a 45° respecto de la dirección de laminación, se observa un refuerzo en el anillo (112) en las cercanías de $\alpha = \pm 50^\circ$, es indicio claro de este tipo de textura (comparar con la proyección de tipo (111)).

En nuestras experiencias no se ha podido detectar claramente

la presencia de la textura

$$(112)\{\bar{1}10\}$$

que se suele presentar en metales bcc fu rtemente laminados. Pero es muy probable que existan cristales con este tipo de orientación en las chapas de Fe-Si observadas, aunque en una proporción pequeña frente al total de los granos que componen la muestra. En efecto, teniendo en cuenta que el ángulo entre el plano (001) y el plano (112) es igual a 35.3° , una dispersión del orden de 45° alrededor del eje $\{\bar{1}10\}$ de la textura principal, caso común en metales bcc como se ha mencionado al principio, trae como consecuencia la existencia de la textura (112) $\{\bar{1}10\}$.

Finalmente en la Fig.3 se ha dibujado, en forma esquemática, la distribución de los polos de tipo $\{\bar{1}10\}$ que resulta del análisis de nuestras experiencias de difracción rasante de electrones.

REFERENCIAS.

1. M.IPOHORSKI, "Determinación de Texturas Cristalinas por Difracción de Electrones" Departamento de Metalurgia, CNEA/TE-27 111, Buenos Aires, 1973.
2. C.S.BARRETT, "Structure of Metals", McGraw Hill, New York, 1952.
3. C.S.BARRETT, G.ANSEL y R.F.MEHL, Trans. AIME, vol.125, p.516, 1937, citado en el libro de BARRETT mencionado anteriormente.
4. G.KURDJUMOW y G.SACHS, Z.Physic, vol.62, p.592, 1930.
5. M.IPOHORSKI y D.I.VASSALLO, a publicarse.

AGRADECIMIENTOS.

Los autores desean agradecer a los Sres.F.Segovia y P.Nieto por el trabajo fotográfico realizado, y al Sr.N.J.Marccone por su asistencia técnica durante las observaciones en el microscopio electrónico. Asimismo desean reconocer la colaboración prestada por la Srta. Susana Bermúdez y la Sra. Ligia Recalde, durante la preparación de las muestras.

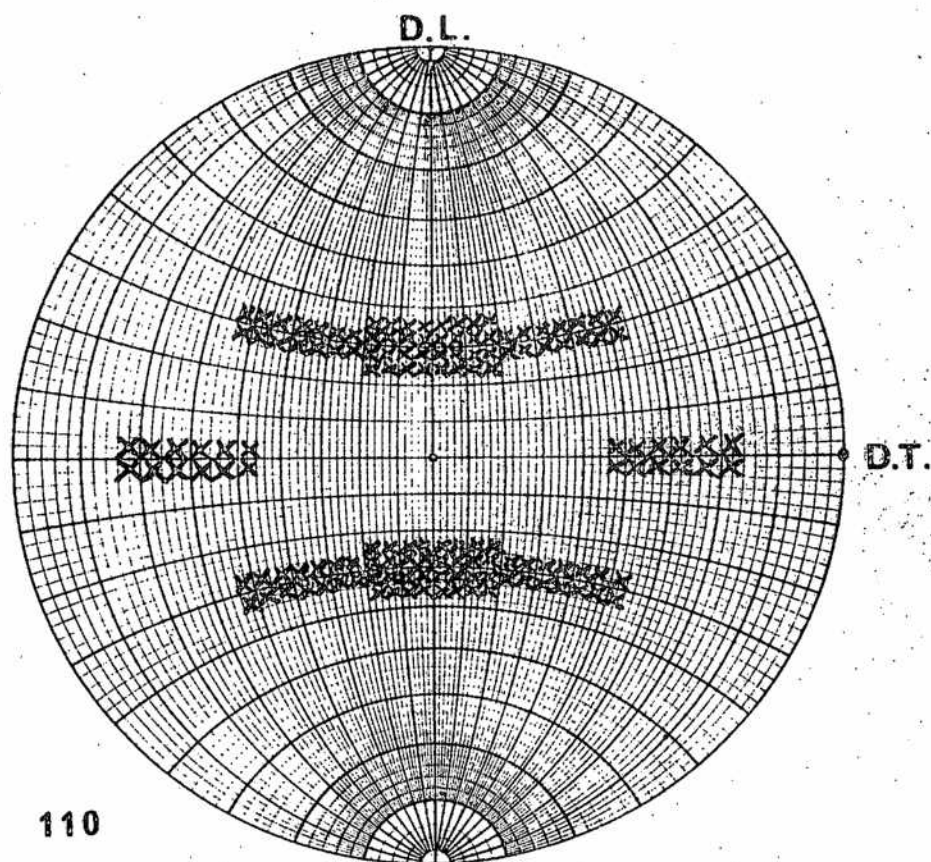


Fig.3 Figura de polos (110), aproximada, correspondiente a una muestra de Fe-2.7% Si laminada hasta una deformación del orden del 50%, construida a partir de diagramas de difracción rasante de electrones de 80 kV. Corresponde fundamentalmente a la textura $(001)[\bar{1}10]$, y en menor grado a la presencia de la textura $(111)[\bar{1}\bar{1}2]$. Compárese con la figura de polo (110) de la Fig.1 (a).