

**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**

**ESCUELA SUPERIOR DE FÍSICA Y MATEMÁTICAS**

**Determinación de la energía almacenada en  
aleaciones deformadas por laminación  
mediante Difracción de Rayos-X**

TESIS PRESENTADA ANTE EL COLEGIO DE PROFESORES  
DE LA SECCIÓN DE GRADUADOS  
DE LA ESCUELA SUPERIOR DE FÍSICA Y MATEMÁTICAS  
DEL INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL,  
PARA SATISFACER LOS REQUISITOS NECESARIOS  
PARA LA OBTENCIÓN DEL GRADO DE:

**MAESTRO EN CIENCIAS DE LOS MATERIALES**

**POR:**

**ANA MARÍA SALCEDO GARRIDO**

**DIRECTOR DE TESIS:**

**DR. FRANCISCO CRUZ GANDARILLA**



**MÉXICO; D. F., 2011**



# INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

## SECRETARIA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

### ACTA DE REGISTRO DE TEMA DE TESIS Y DESIGNACIÓN DE DIRECTOR DE TESIS

México, D.F. a 27 de Octubre del 2011

El Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de ESFM en su sesión Extraordinaria No. 14 celebrada el día 19 del mes de Noviembre de 2010 conoció la solicitud presentada por el(la) alumno(a):

**Salcedo**

Apellido paterno

**Garrido**

Apellido materno

**Ana María**

Nombre (s)

Con registro: 

B	0	8	1	0	6	1
---	---	---	---	---	---	---

Aspirante de: **Maestro en Ciencias de los Materiales**

1.- Se designa al aspirante el tema de tesis titulado:

**"Determinación de la energía almacenada en aleaciones deformadas por laminación mediante Difracción de Rayos-X (DRX)"**

De manera general el tema abarcará los siguientes aspectos:

**Se anexa hoja**

2.- Se designa como Director de Tesis al Profesor:

**Dr. Francisco Cruz Gandarilla**

3.- El trabajo de investigación base para el desarrollo de la tesis será elaborado por el alumno en:

**El Departamento de Física**

que cuenta con los recursos e infraestructura necesarios.

4.- El interesado deberá asistir a los seminarios desarrollados en el área de adscripción del trabajo desde la fecha en que se suscribe la presente hasta la aceptación de la tesis por la Comisión Revisora correspondiente:

Director(a) de Tesis

  
**Dr. Francisco Cruz Gandarilla**

Aspirante

  
**Ana María Salcedo Garrido**

Presidente del Colegio

  
**Dr. Miguel Turíño Velázquez**



**ESCUELA SUPERIOR DE  
FÍSICA Y MATEMÁTICAS  
I. P. N.  
SECCION DE GRADUADOS**



# INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

## SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO

### ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la Ciudad México, D. F., siendo las 14:00 horas del día 27 del mes de Octubre del 2011 se reunieron los miembros de la Comisión Revisora de Tesis, designada por el Colegio de Profesores de Estudios de Posgrado e Investigación de ESFM para examinar la tesis titulada:  
"Determinación de la energía almacenada en aleaciones deformadas por laminación mediante Difracción de Rayos-X (DRX)"

Presentada por el alumno:

**Salcedo**

Apellido paterno

**Garrido**

Apellido materno

**Ana María**

Nombre(s)

Con registro:

B	0	8	1	0	6	1
---	---	---	---	---	---	---

aspirante de:

**Maestro en Ciencias de los Materiales**

Después de intercambiar opiniones, los miembros de la Comisión manifestaron **APROBAR LA DEFENSA DE LA TESIS**, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

### LA COMISIÓN REVISORA

Director(a) de tesis

Dr. Francisco Cruz Gandarilla

Dr. Jaime Ortiz López

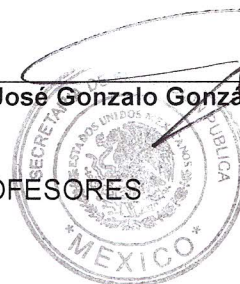
Dr. Osvaldo Vigil Galán

Dr. José Gerardo Cabañas Moreno

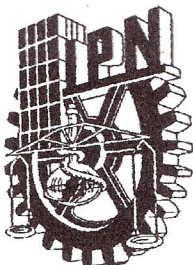
Dr. José Gonzalo González Reyes

PRESIDENTE DEL COLEGIO DE PROFESORES

Dr. Miguel Tufiño Velázquez



ESCUELA SUPERIOR DE  
FÍSICA Y MATEMÁTICAS  
I. P. N.  
SECCIÓN DE GRADUADOS



**INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**  
**SECRETARÍA DE INVESTIGACIÓN Y POSGRADO**

**CARTA CESIÓN DE DERECHOS**

En la Ciudad de México el día 17 del mes Noviembre del año 2011, el (la) que suscribe Ana María Salcedo Garrido alumno (a) del Programa de Maestría en Ciencia de los Materiales con número de registro B081061, adscrito a la Escuela Superior de Física y Matemáticas, manifiesta que es autor (a) intelectual del presente trabajo de Tesis bajo la dirección del Dr. Francisco Cruz Gandarilla y cede los derechos del trabajo intitulado **Determinación de la energía almacenada en aleaciones deformadas por laminación mediante Difracción de Rayos-X (DRX)**, al Instituto Politécnico Nacional para su difusión, con fines académicos y de investigación.

Los usuarios de la información no deben reproducir el contenido textual, gráficas o datos del trabajo sin el permiso expreso del autor y/o director del trabajo. Este puede ser obtenido escribiendo a la siguiente dirección Edificio de Ciencia de los Materiales de la ESFM-IPN, UPALM, o a los correos salcedo.marya@gmail.com y fcruz@esfm.ipn.mx. Si el permiso se otorga, el usuario deberá dar el agradecimiento correspondiente y citar la fuente del mismo.

Ana María Salcedo Garrido

Nombre y firma



*Este trabajo está dedicado a todas aquellas personas que siempre me han apoyado, animado, aconsejado y ayudado en todo momento.*

## **AGRADECIMIENTOS**

Al H. Jurado

Dr. Francisco Cruz Gandarilla

Dr. José Gerardo Cabañas Moreno

Dr. Edmundo del Valle Gallegos

Dr. Jaime Ortiz López

Dr. José Gonzalo González Reyes

Dr. Osvaldo Vigil Galán

Por sus sugerencia para mejorar el contenido y presentación de este trabajo

Al IPN por la concesión de una beca de estudio, la cual fue un estímulo para esforzarme en alcanzar mi objetivo propuesto. Así como también a los proyectos de investigación SIP-20100508, SIP-20090941 y SIP-20080823.

Al Dr. Francisco Cruz Gandarilla, director de tesis y maestro, por todas las enseñanzas y la dirección de esta tesis y quien es una persona digna de mi admiración y un ejemplo a seguir.

Al M. en C. Miguel Hesiquio Garduño por encaminarme en esta área, por confiar en mí y en mi trabajo y por apoyarme en todo el camino que he recorrido, por ser mi amigo y un segundo padre.

Al Dr. Edmundo del Valle Gallegos y su esposa, con quienes estaré infinitamente agradecida por adoptarme, darme un hogar, escucharme, aconsejarme, en fin, por todo lo que significan para mí, por ser mis padres.

Al M. en C. Héctor Francisco Mendoza León por sus enseñanzas en el laboratorio, y por su amistad, como olvidar todas las travesuras que hicimos.

También quiero agradecer a mi familia por aceptar mis sueños.

Finalmente, agradezco a todos mis amigos por su apoyo y amistad durante estos años de maestría.

# Índice

	<b>Página</b>
<b>Lista de Figuras</b>	IV
<b>Lista de Tablas</b>	VIII
<b>Acrónimos</b>	IX
<b>Objetivos</b>	X
<b>Abstract</b>	XI
<b>Resumen</b>	XII
<b>Capítulo 1. Conceptos y definiciones</b>	
1.1    Antecedentes	1
1.2    Figura de Polos Generalizadas (FPG)	3
1.3    Energía almacenada en metales deformados	9
1.4    Métodos de medición de la energía almacenada	10
1.4.1.    Métodos globales y locales	11
1.4.2.    Energía almacenada. Función de Distribución de Energía Almacenada	11
1.4.3.    Principales componentes de textura en aceros deformados y su energía almacenada	13
1.5    Resumen del Capítulo 1	15
<b>Capítulo 2. Materiales y método</b>	
2.1    Materiales	16
2.1.1.    Elaboración del estándar y descripción de la muestra de Fe-50%Ni	16
2.1.1.1.    Estándar para DRX	16

2.1.1.2.	Aleación de Fe-50%Ni.	19
2.2	Técnica de evaluación de las FPG	19
2.2.1	Difracción de Rayos-X (DRX)	19
2.3	Programas utilizados para el ajuste de los perfiles de difracción y archivos de salida donde se toman los datos para el procesamiento de las FPG	21
2.4	Resumen del Capítulo 2	25

### **Capítulo 3. Software del goniómetro de Texturas y software de procesamiento de datos**

3.1	Descripción general de los programas desarrollados	26
3.1.1	Software para la medición de FPG para todas las posiciones polar y azimutal	27
3.1.2	METEFPG2, Medición de FPG para posiciones polar y azimutal específicas.	30
3.1.3	Software para las mediciones del estándar	34
3.2	Software para el procesamiento de los datos obtenidos mediante DRX	37
3.2.1	Software para la generación de la Figura de Polos Generalizadas (FPG)	37
3.2.2	Software para el cálculo de la energía almacenada	43
3.3	Resumen del Capítulo 3	46

### **Capítulo 4. Discusión y Resultados**

4.1	Resultados y discusiones	47
4.2	Estándar de Ni	47
4.2.1	Gráficas de FWHM vs $2\theta$ del estándar de Ni después de cada recocido	47
4.2.2	Funciones de corrección a partir de la muestra estándar de Ni	49



4.3	Figuras de Polos Generalizadas del 48%Fe-52%Ni (Fe-50%Ni)	53
4.3.1	Figura de Polos Generalizada del pico (111) de una aleación Fe-50%Ni	53
4.3.2	Figura de Polos Generalizada del pico (200) de una aleación Fe-50%Ni	56
4.3.3	Figura de Polos Generalizada del pico (220) de una aleación Fe-50%Ni	59
4.3.4	FPG de Tamaño de Cristalito y Energía Almacenada de una aleación Fe-50%Ni	62
4.4	Función de Distribución de Energía Almacenada (SEDF) del Fe-50%Ni	65
<b>Conclusiones</b>		69
<b>Perspectivas</b>		70
<b>Referencias</b>		71
<b>Anexos</b>		
A1.	Elaboración de la rendija	75
A2.	Comunicación entre la PC y los motores del goniómetro	78
A3.	Figuras 3D de las FPG	80
A4.	ODF y SEDF del Fe-50%Ni	93
<b>Trabajos académicos</b>		103

## Lista de Figuras

Núm. de Figura	Leyenda	Página
1.1	Granos con los mismos planos ( <i>hkl</i> ) pero con orientaciones diferentes.	4
1.2	Figura de Polos Generalizada para una lámina de molibdeno. a) Intensidades, b) los anchos medios físicos y c) posiciones	9
1.3	Principales componentes de textura en los aceros	14
2.1	Horno con atmósfera de Hidrógeno	17
2.2	Diagrama de bloque de la elaboración del estándar de Ni	17
2.3	Pastilla del Ni estándar	18
2.4	Foto del goniómetro de Textura	20
2.5	a) Rendija para la reducción de la divergencia axial b) Rendija para la reducción de la divergencia ecuatorial	21
2.6	Pantalla inicial del programa WinplotR ®.	21
2.7	Ajuste final de un pico de difracción (220) del Fe-50%Ni para la posición polar = 0° y azimutal = 0°.	22
2.8	Archivo de salida *.out., los recuadros muestra los datos que se toman para la FPG.	23
2.9	Parte del fichero de datos obtenida a partir de los ajustes de los máximos para las FPG (*.dat)	24
2.10	Parte del fichero obtenido a partir de los ajustes de los máximos de la muestra estándar utilizado para el cálculo de las funciones instrumentales (*.dat)	24
3.1	Diagrama de Flujo del programa <b>METEFPG</b>	29
3.2	Pantalla del programa <b>METEFPG</b> , en la pantalla se muestran los datos iniciales que solicita el programa	30

3.3	Diagrama de flujo del programa <b>METEFPG2</b>	32
3.4	Pantalla del programa <b>METEFPG2</b> , donde se muestran parte los datos iniciales que solicita el programa	33
3.5	Diagrama de Flujo del programa para la medición del estándar	35
3.6	Pantalla del programa <b>Standarg</b> , en ella se muestran los datos solicitados por el programa	36
3.7	Archivo de salida <b>correc-hkl.int</b> del programa <i>Corrección de las muestras random para Figuras de Polos Generalizadas</i> .	38
3.8	Diagrama de flujo del programa <b>Corrección de las muestras random para Figuras de Polos Generalizadas.nb</b>	39
3.9	Diagramas de Flujo del programa <b>Complete-Smoothing-FP-Eta.nb (-FWHM, -position ó -Intensity)</b>	40
3.10	Diagrama de Flujo del programa <b>Obtención-Correccion-FPG-BETA-ENERGIA.nb</b>	42
3.11	Diagrama de Flujo del programa <b>Multip_FPG_FP_LABOTEX.nb</b>	44
3.12	Diagrama de Flujo del programa <b>Calculo de la constante de Normalización.nb</b>	45
3.13	Diagrama de Flujo del programa <b>DEC-SEDF-Odf-Labotex.nb</b>	46
4.1	a. Gráfica de los FWHM del polvo de Ni recocido una hora, Ni recocido 2.5 horas y LaB <sub>6</sub>	48
	b. Gráfica de los FWHM del polvo de Ni recocido 4.5 horas y LaB <sub>6</sub>	48
4.2	a. Gráficas de los corrimientos $\Delta 2\theta$ y Funciones instrumentales para los datos de $\Delta 2\theta$ en función de la posición polar para los picos a) (111) y c) (220) del Ni.	49

	<b>b.</b> Gráficas de los corrimientos $\Delta 2\theta$ y Funciones instrumentales para los	
<b>4.2</b>	datos de $\Delta 2\theta$ en función de la posición polar para los picos a) (111) y c) (220) del Ni.	50
<b>4.3</b>	Funciones instrumentales de los datos de FWHM en función de la posición polar para los picos a) (111), b) (200) y c) (220) del Ni.	51
<b>4.4</b>	Funciones instrumentales de los datos de Eta ( $\eta$ ) en función de la posición polar para los picos a) (111), b) (200) y c) (220) del Ni.	52
<b>4.5</b>	Figura de Polos Generalizada del pico (111) del Fe-50%Ni: <b>a)</b> Intensidades, <b>b)</b> FWHM, <b>c)</b> Eta y <b>d)</b> Posiciones $2\theta$ .	54
	Figura de Polos Generalizada del pico (111) del Fe-50%Ni:	
<b>4.6</b>	<b>a)</b> Tamaño de Cristalito[Å], <b>b)</b> desplazamiento del pico $\Delta d/d$ [%%]	55
	Figura de Polos Generalizada del pico (111) del Fe-50%Ni:	
	c) Microtensiones [%%] y d) Energía Almacenada [J/mol]).	56
<b>4.7</b>	Figura de Polos Generalizada del pico (200) del Fe-50%Ni: <b>a)</b> Intensidades, <b>b)</b> FWHM, <b>c)</b> Eta y <b>d)</b> Posiciones.	57
	Figura de Polos Generalizada del pico (200) del Fe-50%Ni: <b>a)</b> Tamaño	
<b>4.8</b>	de Cristalito[Å], <b>b)</b> desplazamiento $\Delta d/d$ [%%], <b>c)</b> Microtensiones [%%] y <b>d)</b> Energía Almacenada [J/mol]	58
	Figura de Polos Generalizada del pico (220) del Fe-50%Ni:	
<b>4.9</b>	<b>a)</b> Intensidades, <b>b)</b> FWHM [ $^{\circ}$ ]	59
	Figura de Polos Generalizada del pico (220) del Fe-50%Ni:	
	c) Eta y <b>d)</b> Posiciones	60
	Figura de Polos Generalizada del pico (220) del Fe-50%Ni: <b>a)</b> Tamaño	
<b>4.10</b>	de Cristalito [Å] <b>b)</b> desplazamiento $\Delta d/d$ [%%], <b>c)</b> Microtensiones [%%] y <b>d)</b> Energía Almacenada [J/mol].	61
<b>4.11</b>	Figura de Polos Generalizada de Tamaño de Cristalito del Fe-50%Ni para las reflexiones (111), (200) y (220) [Å]	62
<b>4.12</b>	Figura de Polos Generalizada de Energía Almacenada del Fe-50%Ni para las reflexiones (111), (200) y (220) [J/mol]	64
<b>4.13</b>	<b>a)</b> ODF y SEDF para $\varphi_2 = 0^{\circ}$ del Fe-50%Ni [J/mol].	67



<b>b)</b> ODF y SEDF para $\varphi_2 = 45^0$ del Fe-50%Ni [J/mol].	67
<b>c)</b> ODF y SEDF para $\varphi_2 = 60^0$ del Fe-50%Ni [J/mol].	68

## ***Lista de Tablas***

<b>Num. de Tabla</b>	<b>Leyenda</b>	<b>Página</b>
<b>1.1</b>	Valores $S_{ij}$ para la aleación de Fe-50%Ni	8
<b>1.2</b>	Valores de la Energía Almacenada obtenidos mediante DRX y distintas metodologías para las familias de orientaciones de algunos aceros deformados	14
<b>1.3</b>	Valor de la Energía Almacenada obtenido mediante Neutrones para las familias de orientaciones de un acero IF deformado.	15
<b>4.1</b>	Simbología de los componentes de Textura del Fe-50%Ni	63
<b>4.2</b>	Promedio de la energía almacenada para cada uno de los componentes presentes en el Fe-50%Ni	66

## ***Acrónimos***

Abreviatura	Significado
FPG	Figura de Polos Generalizadas
Ni	Niquel
Fe-50%Ni	Aleación Hierro-50% de Niquel
RD	Dirección de Laminación (Roll Direction)
TD	Dirección transversal (Transversal Direction)
ND	Dirección Normal (Normal Direction)
FP	Figura de Polos
FWHM	Ancho medio físico, (Full Width at High Maximum)
$\eta$	Eta, parámetro de mezcla de la función Pseudo-Voigt
ODF	Función de Distribución de Orientaciones Cristalina (Orientation Distribution Function)
SEDF	Función de Distribución de Energía Almacenada (Stored Energy Distribution Function)
$\alpha$	Posición Polar
$\beta$	Posición azimutal
TC	Tamaño de Cristalito
EA	Energía Almacenada

# *Abstract*

The study of anisotropic properties of polycrystalline materials, which are related to structural and microstructural aspects of them, have gained importance in recent times by two factors, the increase in the use of low-symmetry materials that are intrinsic anisotropic materials and the production of materials with strong microstructural effects due to micro and nano dimension of the structure.

The Generalized Pole Figure, GPF, is an approach developed for this type of study, the GPF is the spatial representation of a physical property or a system descriptor anisotropic,  $\Omega(\vec{y})$ , according to the directions on the sample space,  $\vec{y} = \vec{y}(\alpha, \beta)$  (stereographic projection), properties such like grain size, subgrain size, lattice deformations, crystallographic texture, etc., and the particular case, the stored energy, are some examples of this methodology.

This work the GPF measurement methodology was implemented, which involved the development of software to control a texture goniometer to perform  $\theta$ - $2\theta$  scans in particular positions from stereographic projection, preparation of an axial divergence slit, and the development of processing software GPF and Stored Energy Distribution Function (SEDF) determination.

The developed methodology was applied to a metal alloy of Fe-50%Ni, where GPF crystallite size, shift the positions of the peaks of X-ray diffraction, stored energy, and SEDF was determined.



# ***RESUMEN***

El estudio de las propiedades de los materiales policristalinos anisótropos, que están relacionadas con aspectos estructurales y microestructurales de los mismos, ha cobrado importancia en los últimos tiempos por dos factores, que son el incremento en el uso de materiales de baja simetría que son intrínsecamente anisótropos y la producción de materiales con fuertes efectos microestructurales debido a las dimensiones micro y nano de su estructura.

Las FPG son un enfoque desarrollado para este tipo de estudio, el cual consiste en la representación espacial de una propiedad física o descriptor anisotrópico de un sistema  $\Omega(\vec{y})$  en función de las direcciones en el espacio de la muestra  $\vec{y} = \vec{y}(\alpha, \beta)$ , propiedades como el tamaño de grano, el tamaño de subgrano, las deformaciones en la red, la textura cristalográfica, etc., y en particular, la Energía Almacenada, son algunos ejemplos de esta metodología.

En este trabajo se implementó la metodología de medición de FPG, que involucró el desarrollo de software de control de un goniómetro de textura para poder realizar barridos en  $\theta$ - $2\theta$  para posiciones particulares de la Figura de Polos, elaboración de una rendija de divergencia axial, así como el desarrollo del software de procesamiento de las diferentes FPG y de la SEDF.

La metodología desarrollada se aplicó a una aleación metálica de Fe-50%Ni, donde se determinaron FPG de tamaño de cristalito, de corrimiento las posiciones de los picos de difracción de Rayos-X y de energía almacenada, y se determinó la Función de Distribución de Energía Almacenada (SEDF).

# Capítulo 1. Conceptos y Definiciones

## 1.1 Antecedentes

Las propiedades físicas de los materiales policristalinos anisótropos depende tanto de aspectos estructurales (relacionados con la celda unidad perfecta) como microestructurales (defectos en general, deformaciones, etc.) [1]. El estudio de las propiedades anisótropas de los mismos está por tanto relacionado con aspectos de la anisotropía de los monocristales que componen el material masivo así como de aspectos anisotrópicos microestructurales del masivo (deformaciones, orientación de los granos, dimensiones de granos y subgranos, etc.). El estudio de estas propiedades ha cobrado importancia en los últimos tiempos por dos factores que son el incremento en el uso de materiales de baja simetría que son intrínsecamente anisótropos y la producción de materiales con fuertes efectos microestructurales debido a las dimensiones micro y nano de los constituyen.

Se han desarrollado diferentes enfoques para el estudio microestructural de los policristales anisótropos micro y nanoestructurados, uno de ellos es el que se conoce en la literatura como Figura de Polos Generalizada (que se abreviará FPG en este trabajo) que consiste en la representación espacial de una propiedad física anisotrópica o un descriptor del sistema  $\Omega(\vec{y})$  en función de las direcciones en el espacio de la muestra  $\vec{y} = \vec{y}(\alpha, \beta)$  [2]. Entre las FPG que permiten describir el comportamiento anisótropo de un policristal, son ampliamente conocidas las FPG de la propiedad “*densidad de planos cristalinos del tipo  $(hkl)$  en la dirección  $\vec{y}$  o  $P_{(hkl)}(\vec{y})$* ”, que son las figuras de polos comúnmente medidas por difracción de Rayos-X, neutrones o reconstruidas mediante mediciones de Microscopia de Imagen Orientacional.

Entre las FPG están las denominadas microestructurales como por ejemplo el corrimiento de los máximos de difracción  $\left(\frac{\Delta d}{d}\right)_{(hkl)}(\vec{y})$ , la orientación global de los granos cristalinos  $P_{(hkl)}(\vec{y})$ , el ensanchamiento de los máximos de difracción debido al tamaño de grano

(subgrano)  $\varepsilon_{(hkl)}(\vec{y})$ , o las deformaciones internas del mismo  $\xi_{(hkl)}(\vec{y})$ , etc. Perlovich fue de los primeros autores en medir figuras de polos de estos tipos, en particular de desplazamiento de los picos de difracción y de ancho integral de los mismos [3, 4, 5, 6]. Existen FPG que se obtiene a partir de las FPG microestructurales primarias, como es el caso de la energía almacenada durante el proceso de deformación, la cual se obtiene a partir de la FPG de las deformaciones internas utilizando la ecuación de Stibitz [7, 8, 9, 10, 11] que relaciona la energía almacenada con la microdeformaciones, el módulo de Young y la razón de Poisson. La energía almacenada es un aspecto primordial en procesos como la recristalización de los materiales, sobre todo en aspectos como: qué granos con determinadas orientaciones evolucionan más rápidamente que otros, aspecto ligado entre otras cosas a la energía almacenada en función de la orientación de esos granos [12].

La medición de la energía almacenada se ha realizado utilizando dos grupos de técnicas, las que miden la energía almacenada globalmente (sin importar aspectos locales como orientación de los granos, etc.) y métodos locales (donde se tiene en cuenta la orientaciones de los granos, su distribución espacial, etc.) [13,14].

Entre los métodos de medición globales de la energía almacenada esta la calorimetría, en donde las mediciones se obtienen de un volumen de material que promedia varios granos y que es influenciado por el tamaño de grano, la composición de la muestra y magnitud, temperatura y tipo de deformación; entre los métodos locales tenemos el análisis del ensanchamiento de los picos de difracción en difracción de Rayos X (DRX) y de neutrones, el estudio de los índices de calidad (IQ) del indizado de los patrones de difracción de electrones retrodispersados (EBSD, por sus siglas en inglés) en la imágenes reconstruidas de los granos para equipos de baja resolución, donde se relaciona el nivel de deformación local de los mismos con el IQ o un análisis por microscopía electrónica de transmisión (TEM, por sus siglas en inglés) donde se determina la densidad de dislocaciones. Los valores de la energía almacenada medidas mediante DRX, MEB o TEM son utilizados en el estudio del proceso de recristalización, donde es una de las magnitudes fundamentales en la simulación por computadora de este proceso.

A partir de las mediciones de las FPG es posible calcular las funciones de distribución que caracterizan la física de los policristales, un ejemplo es la Función de Distribución de Orientaciones Cristalina (FDOC o ODF en inglés) [13, 15, 16], Kallend (1986) desarrolló una metodología para el cálculo de la Función de Distribución de Energía Almacenada (Stored Energy Distribution Function SEDF) que describe la energía almacenada en función con la orientación de los cristalitos.

En este trabajo se realizó y probó la metodología de medición de las FPG microestructurales en aleaciones metálicas, se determinaron FPG de tamaño de cristalito, de corrimiento las posiciones de los picos de difracción de rayos-X y de energía almacenada así como se determinó la Función de Distribución de Energía Almacenada. La misma se aplicó a una aleación de Fe50%Ni deformada por laminación en frío al 90%. Lo anterior implicó el desarrollo de software de control de un goniómetro de textura para poder realizar barridos en  $\theta$ - $2\theta$  para cada posición de la figura de polos, el desarrollo del software de procesamiento de las mediciones, así como de criterios de para medir y procesar los datos. En este capítulo se describirán los fundamentos de esta metodología.

## 1.2 Figura de Polos Generalizadas (FPG)

Las Figuras de Polos Generalizados (FPG) es un método para el estudio de la dependencia espacial de una propiedad física  $\Omega(\vec{y})$  (o de un componente escalar de la misma en el caso de propiedades tensoriales o un descriptor del sistema) para las diferentes direcciones en espacio de la muestra  $\vec{y} = \vec{y}(\alpha, \beta)$  [2]. A cada punto de la Figura de Polos Generalizada donde  $(\alpha, \beta)$  son las coordenadas angulares polar y azimutal sobre la esfera de referencia [13] se asocia el valor de la propiedad  $\Omega(\vec{y})$ , en caso de las FPG microestructurales las propiedades que se representan son las siguientes [3,4]:

$\Delta 2\theta_{(hkl)}(\vec{y})$	Corrimiento de la posición de los máximos.
$P_{(hkl)}(\vec{y})$	Densidad de polos.
$\beta_{(hkl)}(\vec{y})$	Ancho Integral de los máximos de difracción
$FWHM_{(hkl)}(\vec{y})$	Ancho a la mitad de la altura del pico de difracción.



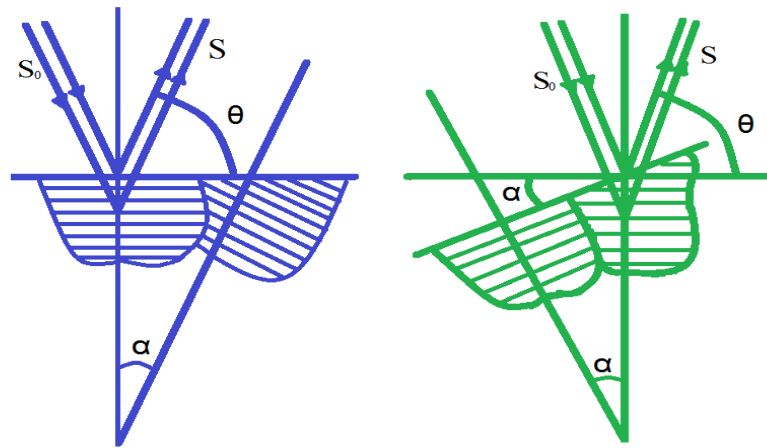
A partir de estas mediciones es posible obtener las FPG:

$\varepsilon_{(hkl)}(\vec{\gamma})$  FPG de tamaño de grano (subgrano o cristalito, obtenido usando la ecuación de Scherrer [15])

$\xi_{(hkl)}(\vec{\gamma})$  Microdeformaciones internas (según la ecuación de Stokes [15])

$E_{(hkl)}(\vec{\gamma})$  Energía almacenada (ecuación de Stibitz [7, 8, 9, 10, 11])

El principio del método consiste en medir los perfiles de los picos de difracción de Rayos-X para una selección de posición  $(\alpha, \beta)$  de la muestra (en relación al haz incidente) en el transcurso de la medición de textura. Dicho procedimiento brinda información sobre la anisotropía estructural asociada a una orientación  $(\alpha, \beta)$  dentro de la región medida de la Figura de Polos Generalizada, en la Figura 1.1 se muestran dos granos con los mismos planos  $(hkl)$  pero con orientación diferente con respecto al ángulo de incidencia  $S_0$ . Estas mediciones se diferencian de la medición del perfil en los difractómetros convencionales (focalización geométrica del tipo Bragg Brentano (Taylor 1961)) sin goniómetro de Euler donde se miden solamente los granos con orientaciones correspondientes al punto central de la Figura de Polos ( $\alpha=0^\circ, \beta=0^\circ$ ).



**Figura 1.1.** Granos con los mismos planos  $(hkl)$  pero con orientación diferente.

Una vez realizada la medición, los perfiles se ajustan utilizando una función adecuada, en este trabajo se utilizó la función Pseudo-Voigt (Thompson-Cox-Hasting, TCH) [14] que se describe a continuación:

Pseudo-Voigt

$$pV(H, \eta, x) = \eta L'(H, x) + (1 - \eta) G'(H, x) \quad (1.1)$$

donde

$H$  Ancho Medio a la mitad de la Altura

$\eta$  Parámetro de mezcla

$x = (2\theta - 2\theta_{max-medido})$   $2\theta$  ángulo de Bragg.

$G'(H, x) = a_G \exp(-b_G x^2)$  Componente Gaussiana

donde  $a_G = \frac{2}{H} \sqrt{\frac{\ln 2}{\pi}}$  y  $b_G = \frac{4 \ln 2}{H^2}$

$L'(H, x) = \frac{a_L}{(1 + b_L x^2)}$  Componente Lorentziana

donde  $a_L = \frac{2}{\pi H}$  y  $b_L = \frac{4}{H^2}$

Los valores de esta pseudo-Voigt se pueden asociar a la función de Voigt según el formalismo de Thompson Cox Hasting [14], la ecuación para el cálculo del FWHM de la componente Gaussiana de la Voigt viene dado por la siguiente:

$$H_G = H \sqrt{(1 - 0.74417 \eta - 0.24781 \eta^2 - 0.00810 \eta^3)} \quad (1.2)$$

Análogamente, la ecuación para el cálculo del FWHM de la componente Lorentziana de la Voigt es la siguiente:

$$H_L = H(0.72928 \eta + 0.19289 \eta^2 + 0.07783 \eta^3) \quad (1.3)$$

Con la ecuación 1.3 se calcula el Ancho Integral de la parte Lorentziana mediante la siguiente ecuación:

$$\beta_L = \frac{\pi H_L}{2} \quad (1.4)$$

y con la ecuación 1.2 se calcula el Ancho Integral de la parte Gaussiana mediante la siguiente ecuación:



Para las correcciones a los anchos instrumentales se utilizó el tratamiento de pico individual [14] mediante las siguientes expresiones.

$$H_{fG} = \sqrt{H_{hG}^2 - H_{iG}^2} \quad (1.10)$$

$$H_{fL} = H_{hL} - H_{iL} \quad (1.11)$$

La parte Gaussiana del perfil físico fue relacionada con las microdeformaciones mediante la fórmula de Stokes [14], y la parte Lorentziana al tamaño de grano mediante la fórmula de Scherrer [15], las ecuaciones se muestran a continuación:

➤ Fórmula de Scherrer.

$$\epsilon_{hkl}(\alpha, \beta) = \frac{\lambda}{\left(\frac{\pi}{180} \beta_{fL}(\alpha, \beta) \cos\left(\frac{\pi}{180} 2\theta_{cor}/2\right)\right)} \quad (1.12)$$

➤ Deformación Máxima fórmula de Stokes

$$\xi_{max}(\alpha, \beta) = \frac{\frac{\pi}{180} \beta_{fG}(\alpha, \beta)}{4 \tan\left(\frac{\pi}{180} 2\theta_{cor}/2\right)} \quad (1.13)$$

$\beta_{fG}$  ,  $\beta_{fL}$  y  $\theta_{cor}$  están en grados

Los valores de las microdeformaciones calculadas a partir de la ecuación 1.13 son empleados en la ecuación de Van Arkel para calcular las microtensiones:

$$\langle \xi^2 \rangle^{1/2} = \frac{2}{\sqrt{2\pi}} \xi_{max} \quad (1.14)$$

A partir de los valores obtenidos de la ecuación 1.14 y utilizando la aproximación de Stibitz, se realiza el cálculo la energía almacenada mediante la siguiente expresión:

$$E_{hkl}(\alpha, \beta) = V_{mol} \frac{3}{2} \frac{Y_{hkl}}{(1+2\gamma_{hkl}^2)} \langle \xi^2 \rangle(\alpha, \beta) \quad (1.15)$$

donde  $Y_{hkl}$  es el módulo de Young y  $\gamma_{hkl}$  es la razón de Poisson. Los valores de  $Y_{hkl}$  y  $\gamma_{hkl}$  se calculan, para el caso de materiales cúbicos, con las siguientes expresiones [17]:

$$Y_{hkl} = \frac{1}{(S_{11}-2 A_{hkl} S)} \quad (1.16)$$

$$\gamma_{hkl} = \frac{-(S_{12}+A_{hkl} S)}{(S_{11}-2 A_{hkl} S)} \quad (1.17)$$

donde

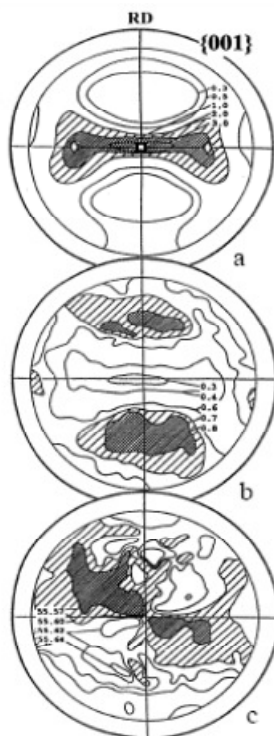
$$S = (S_{11} + S_{12}) - \frac{S_{44}}{2} \quad (1.18)$$

$$A_{hkl} = \frac{h^2 k^2 + h^2 l^2 + k^2 l^2}{(h^2 + k^2 + l^2)^2} \quad (1.19)$$

Los  $S_{ij}$  son las constantes de elasticidad (coeficientes de Compliance)  $S_{11}$ ,  $S_{12}$  y  $S_{44}$  en (1/GPa) y  $hkl$  son los índices de Miller, en la Tabla 1.1 se muestran varios de los valores  $S_{ij}$  de Fe-50%Ni y del Fe, en nuestro caso se utilizaron para el cálculo de la razón de Poisson y el Módulo de Young.

**Tabla 1.1.** Valores  $S_{ij}$  para la aleación de Fe-50%Ni

	$S_{11}$	$S_{44}$	$S_{12}$
<b>Fe-50%Ni</b> [18]	11.89	9.30	-4.94
<b>Fe</b> [17]	7.72	9.02	-2.85
<b>Fe</b> [19]	8.0	8.6	-2.58



**Figura 1.2.** Figura de Polos Generalizada para una lámina de molibdeno [3]. a) Intensidades, b) los anchos medios físicos y c) posiciones.

En la Figura 1.2 se muestra un ejemplo de FGP obtenidas por Perlovich [3], en la Figura 1.2 a) se muestra una FPG de la intensidad difractada, la Figura 1.2 b) es la FPG de los anchos integrales y en la Figura 1.2 c) se muestra la FPG de las posiciones  $2\theta$  para la reflexión (100) de una lámina de molibdeno deformada en frío al 70%.

### 1.3 Energía almacenada en metales deformados

Los materiales deformados plásticamente almacenan entre 1 y 10 % de la energía utilizada durante el proceso de deformación, mientras que el resto de esta energía se disipa en forma de calor durante el proceso. La energía almacenada en los materiales es responsable de cambios en las propiedades físicas de los materiales deformados y en la cinética de los procesos como la recristalización [11, 16, 17, 18].

La energía se almacena en la microestructura de los materiales deformados en forma de defectos (puntuales, dislocaciones, fronteras, etc.) que se generan durante el proceso de

deformación, siendo las dislocaciones las más importantes. Los defectos puntuales no contribuyen significativamente en el almacenamiento de energía, debido a la alta movilidad de vacancias y defectos intersticiales, excepto en casos especiales de deformación a muy bajas temperaturas. Otro defecto donde se almacena energía es en las fronteras de grano [3,5].

La energía almacenada total en metales deformados en frío depende de la orientación inicial de los granos vecinos y puede aproximarse a la suma de tres términos:

$$W = W_{disl} + W_{het} + W_{promedio} \quad (1.20)$$

donde

$W_{disl}$ : Debido a la densidad de dislocaciones.

$W_{het}$ : Debido a la interacción asociada a los campos de esfuerzos de alto rango en estructuras celulares de dislocaciones.

$W_{promedio}$ : Debido a la energía elástica por los esfuerzos intergranulares debido a la heterogeneidad en los granos individuales.

Se puede clasificar en dos tipos: energía intragranular y energía intergranular. La energía intragranular ( $W_{disl}, W_{het}$ ) produce el ensanchamiento de los picos de difracción (densidad de dislocaciones) y la energía intergranular ( $W_{mean}$ ) produce movimiento o desplazamiento del pico hacia valores mayores o menores (compresiones o dilataciones en  $2\theta$ ) debido al cambio en los parámetros de red promedio en los granos por esfuerzos intergranulares), disminuye con la deformación y es más pequeña que la energía intragranular [10].

#### 1.4 Métodos de medición de la energía almacenada

La energía almacenada puede ser medida por difracción de rayos X o neutrones, de electrones retrodispersados, o mediante el cambio de alguna propiedad en el material, que se pueda relacionar con la energía, tal es el caso de la microdureza. Las metodologías de medición de energía almacenada se clasifican en *Métodos globales y locales* [13,14].

### 1.4.1. Métodos globales y locales

La clasificación de los métodos de medición de energía almacenada se dividen en globales y locales. Los métodos globales son aquellos en los que la información se obtiene de un volumen de la muestra conformado por un gran número de granos a los que se asocia los valores promedios de la energía, esto es todas las componentes microestructurales tiene el mismo valor de la energía almacenada, este es el caso de la **calorimetría**. Los métodos locales son aquellos donde los valores de la energía almacenada medida se asocia a las diferentes componentes de textura siendo diferentes entre ellas en dependencia de la orientación, estos volúmenes son menores a los utilizado en los métodos globales, entre los métodos locales están los que utilizan las técnicas de medición como el ensanchamiento del perfil de los picos en los patrones de **Difracción de Rayos X (DRX)** o **Neutrones**, la **microdureza**, patrones de **Electrones Retrodispersados (EBSD)**, por las siglas en inglés Electron Backscattering Diffraction) y la **Microscopia de Transmisión (TEM)**, por sus siglas en inglés). En nuestro caso nos hemos enfocado al estudio de la medición de la energía almacenada mediante el ensanchamiento de los picos de difracción (DRX).

### 1.4.2. Energía almacenada. Función de Distribución de Energía Almacenada

La energía almacenada se caracteriza de forma similar a la orientación de los cristales mediante una función de distribución, en el caso de las orientaciones se utiliza la Función de Distribución de Orientaciones Cristalinas (ODF, por sus siglas en inglés) en el caso de la energía se introduce la Función de Distribución de Energía Almacenada (Stored Energy Distribution Function, SEDF). Se ha obtenido que los valores medidos por Rayos-X y neutrones son del orden de 8-80 J/mol para metales deformados en frío, mientras que los valores obtenidos por el método de calorimétrico son del orden de 250-800 J/mol [2].

El cálculo de la SEDF se realiza mediante el tratamiento de Kallend [3] que se describe a continuación:

Si la orientación de un grano en el espacio de Euler se denota por los ángulos  $(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$  (Bunge) y la SEDF por  $E(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ , la medición de la energía almacenada  $\bar{E}_j(\alpha, \beta)$  para



el  $j$ -ésimo vector de dispersión  $(hkl)$  en la posición  $(\alpha, \beta)$  de la FPG del  $(hkl)$  está dada por:

$$\overline{E}_j(\alpha, \beta) = \frac{\int_{p_j} E(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) dp}{\int_{p_j} f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) dp} \quad (1.21)$$

donde  $f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$  es la ODF y  $p_j$  es una trayectoria en el espacio de Euler donde se mantiene constantes los ángulos  $(\alpha, \beta)$  de la proyección estereográfica [2, 3]

Tomando en cuenta la ecuación fundamental de Textura donde  $P_j(\alpha, \beta)$ , densidad de polos, se puede reescribir de la siguiente manera:

$$P_j(\alpha, \beta) = \int_{p_j} f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) dp \quad (1.22)$$

Si introducimos la función  $\overline{\Omega}$  de la siguiente manera.

$$\overline{\Omega}_{kj}(\alpha, \beta) = \overline{E}_j(\alpha, \beta) P_j(\alpha, \beta) \quad (1.23)$$

y  $\Omega$  como se muestra a continuación

$$\Omega(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) = E(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) f(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) \quad (1.24)$$

al sustituir la ecuación 1.22 y 1.23 en la ecuación 1.20 se obtiene la siguiente ecuación:

$$\overline{\Omega}_j(\alpha, \beta) = \int_{p_j} \Omega(\varphi_1, \Phi, \varphi_2) dp \quad (1.25)$$

Esta ecuación es similar a la ecuación fundamental de la Textura (ecuación 1.21) por lo que se puede resolver con la misma metodología y formalismo matemático (método de armónicos esféricos, ADC, Componentes, etc.). Con la solución de las ecuaciones 1.24 se calcula  $\Omega(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ , y posteriormente se calcula la densidad de energía en el espacio de Euler,  $E_v(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ , de la siguiente manera.

$$E_v(\varphi_1, \phi, \varphi_2) = \frac{\Omega(\varphi_1, \phi, \varphi_2)}{Nf(\varphi_1, \phi, \varphi_2)} \quad (1.26)$$

donde

$N$  es una constante de los  $E_v(\varphi_1, \phi, \varphi_2)$  con las obtenidas de los componentes de Textura.

Similarmente se calcularían las figuras de polos de una propiedad (Figuras de Polos de Energía Recalculadas) a partir de las ecuaciones 1.21, 1.22 y 1.24.

$$\bar{E}_j(\alpha, \beta) = \frac{\bar{\Omega}'_j(\alpha, \beta)}{P_j(\alpha, \beta)} \quad (1.27)$$

donde

$$\bar{\Omega} = \frac{\bar{\Omega}'_j}{N_j} \quad \text{ó} \quad N_j = \frac{\bar{\Omega}'_j}{\bar{\Omega}} \quad (1.28)$$

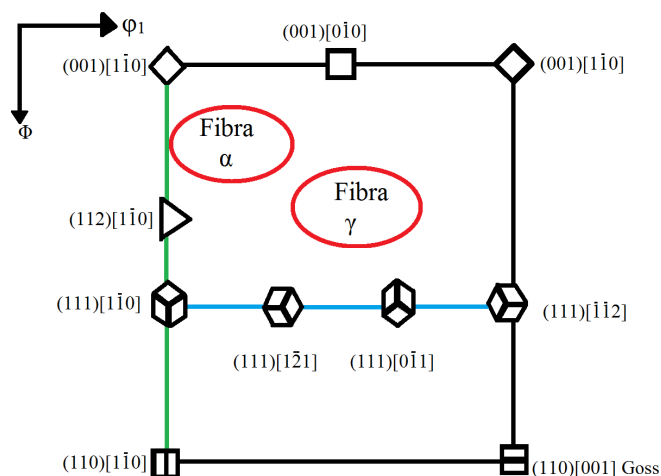
### 1.4.3. Principales componentes de textura en aceros deformados y su energía almacenada

Para el caso de los materiales BCC deformados, como son los aceros, las principales orientaciones que aparecen en el ODF son la fibra  $\alpha$ , con componentes  $\{001\}\langle\bar{1}\bar{1}0\rangle$  y  $\{112\}\langle\bar{1}\bar{1}0\rangle$ , la fibra  $\gamma$  con componentes  $\{111\}\langle0\bar{1}1\rangle$  y  $\{111\}\langle\bar{1}21\rangle$ , la Goss; mostradas en la Figura 1.3.

La energía almacenada reportada mediante mediciones de difracción de Rayos X [13, 14] para las familias de planos presentes guarda la relación  $W_{\{110\}} > W_{\{111\}} > W_{\{112\}} > W_{\{100\}}$ , donde se puede apreciar que la energía almacenada de la fibra  $\gamma$  es mayor a la energía almacenada de la fibra  $\alpha$  [13].

Algunos valores de energía almacenada de aceros deformados tomadas de diferentes trabajos se resumen en la tesis de doctorado de Samet [16] y algunos datos obtenidos para

difracción de Rayos-X se muestran en la Tabla 1.2 y en la Tabla 1.3 se muestra el valor de energía almacenada obtenida por difracción de neutrones.



**Figura 1.3.** Principales componentes de textura en los aceros

**Tabla 1.2.** Valores de la Energía Almacenada obtenidos mediante DRX y distintas metodologías para las familias de orientaciones de algunos aceros deformados

Materiales y tasa de deformación	Técnica utilizada	Energía almacenada (J/mol) de cada familia de orientaciones			
		{100}	{211}	{111}	{110}
Hierro de alta pureza, 70% (Matsuo et al. 1971)	DRX (ancho integral)	1.2		2.9	6.3
Fe-Al, 70% (Every et Hatherly, 1974)	DRX (Warren-Averbach)	3.8	5.6	7.8	11.4
Hierro de ultra alta pureza, 88% (Bordely el al. 2000)	DRX (Stibitz)	Fibra α: 2.75		11.45	
Hierro de ultra alta pureza, 88% (Bordely el al. 2000)	DRX (densidad de dislocaciones por factor de contraste)	Fibra α: 2.75		44	

**Tabla 1.3.** Valor de la Energía Almacenada obtenido mediante Neutrones para las familias de orientaciones de un acero IF deformado.

Materiales y tasa de deformación	Técnica utilizada	Energía almacenada (J/mol) de cada familia de orientaciones			
		{100}	{211}	{111}	{110}
Acero IF, 80% (Rajmohan <i>et al.</i> , 1997)	Difracción de Neutrones (ancho integral)	11.2	23.3	20.1- 25.5	20

Con esta metodología, metodología de Kallend, es fácil concluir que no es necesario medir todos los valores  $(\alpha, \beta)$  de la FPG, pues a partir de la expresión  $\bar{\Omega}(\alpha, \beta) = \bar{E}_j(\alpha, \beta) P_j(\alpha, \beta)$ , se aprecia que los valores donde  $P_j(\alpha, \beta)$  es nulo o muy pequeños no son necesarios medirlos. Además desde el punto de vista experimental, al ser tan pequeñas las intensidades, los valores de los ajustes de perfiles son muy imprecisos.

## 1.5 Resumen del Capítulo 1

En este Capítulo se han descrito las principales herramientas que se utilizan para la obtención y procesamiento de las Figuras de Polos Generalizadas así como la metodología para la determinación de la energía almacenada en metales deformados mediante el método de Kallend. Los siguientes capítulos de este trabajo se dividen de la siguiente manera: en el Capítulo 2 (Materiales y Métodos) se describirán los materiales que se utilizaron y el desarrollo de la metodología, el Capítulo 3 (Software) se describen el software de control, para implementar la técnica de medición de las FPG así como el software para el procesamiento de los datos obtenidos, en el Capítulo 4 (Resultados y Discusión) se mostrarán los resultados obtenidos al aplicar esta metodología a una aleación de Fe50%Ni deformada en frío al 90% y la discusión de estos, el Capítulo 5 se encuentran las conclusiones Globales del trabajo, en las ultimas Secciones se encuentra la bibliografía consultada, los anexos, las proposiciones de futuros trabajos y los trabajos presentados en congresos y publicaciones producto de este trabajo.

# ***Capítulo 2. Materiales y Métodos***

## **2.1 Materiales**

Para la obtención de las FPG se utilizó una lámina de Fe-50%Ni y para la corrección instrumental se elaboró una muestra estándar de Níquel (Ni).

### **2.1.1 Elaboración del estándar y descripción de la muestra de Fe-50%Ni**

En esta sección se describirá el procedimiento que se llevó a cabo para la elaboración de la muestra estándar de Ni y se describen las características de la lámina de Fe-50%Ni que se utilizaron en el presente trabajo.

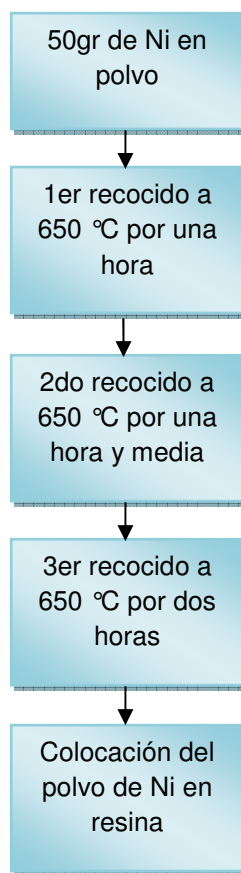
#### **2.1.1.1 Estándar para DRX**

El estándar fue elaborado a partir de polvo de Ni con una pureza especificada por el fabricante de 99.9% (Alfa-Aesar). El polvo de Ni fue recocido en un horno con atmósfera de hidrógeno para evitar la oxidación (Figura 2.1). Para recocer el polvo se colocó dentro de un envoltorio confeccionado con una lámina de Cobre. La Figura 2.2 muestra el esquema de los recocidos que se le realizaron al polvo de Ni. Las horas de recocido totales fueron de 4.5 h a 650 °C en una atmósfera de hidrógeno.

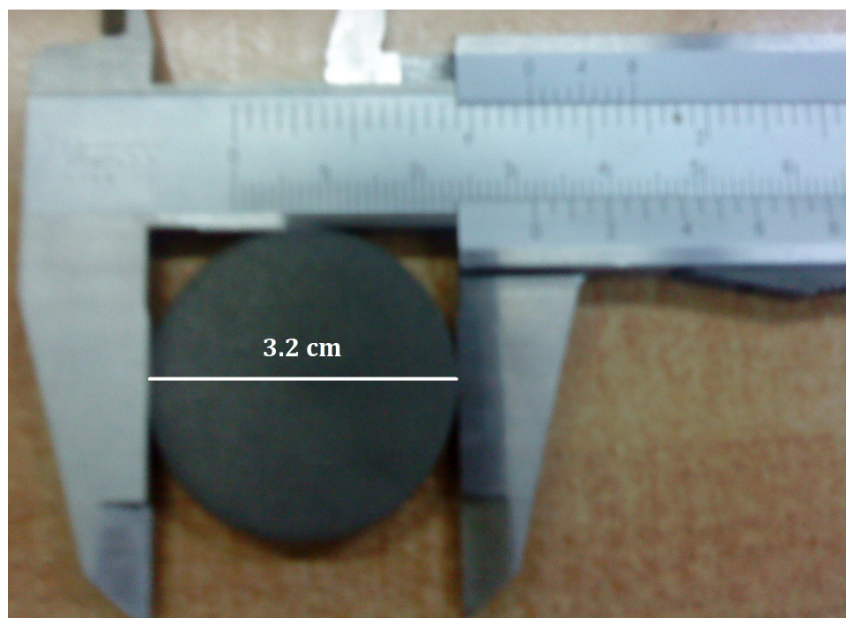
El polvo final se compactó en presencia de una resina (que no produce fondo en la difracción) formando una pastilla como se muestra en la Figura 2.3.



**Figura 2.1.** Horno con atmósfera de Hidrógeno



**Figura 2.2.** Diagrama de bloque de la elaboración del estándar de Ni.



**Figura 2.3.** Pastilla del Ni estándar.

El proceso de recocido fue realizado con el objetivo de recrystalizar el polvo de Ni y así crear una muestra aleatoria sin microdeformaciones y de tamaño de cristalito de alrededor de 2  $\mu\text{m}$ . Esta característica permite cuantificar los errores sistemáticos del equipo y corregirlos en las muestras texturadas, que en este caso es la lámina de Fe-50%Ni deformada. Como criterio de control del proceso de disminución de las microdeformaciones y el aumento del tamaño de cristalito en el polvo de Ni, después de cada recocido parcial se realizaron difractogramas de rayos-X del polvo tratado térmicamente, en un difractómetro GBC, los mismos fueron ajustados y los datos correspondientes a los Full Width and Half Maximum (FWHM) obtenidos se compararon con los datos de los FWHM de una muestra estándar de Hexaboruro de Lantano ( $\text{LaB}_6$  NIST-SRM 660a) y de esta forma se optimizó el tiempo de tratamiento.

### 2.1.1.2 Aleación de Fe-50%Ni

Para la medición de las Figuras de Polos Generalizadas se utilizó una muestra de una aleación de Fe-50%Ni. La lámina tiene una composición de 48%wt Ni-0.5%wt Mn-Fe, laminado hasta un 90% en frío, en fase  $\gamma$  (FCC), con una textura cristalográfica tipo Cobre, suministrada por el Laboratorio de Físico Química del Estado Sólido de la Universidad de Paris Sud (Paris XI- Orsay).

## 2.2 Técnica de evaluación de las FPG

La medición de la FPG se realizó mediante Difracción de Rayos X, la metodología se describe en esta sección, iniciando por las modificaciones realizadas al equipo y finalmente con la descripción del procesamiento de los datos obtenidos en el equipo y los programas utilizados para el procesamiento de las Figuras de Polos Generalizadas.

### 2.2.1 Difracción de Rayos-X (DRX)

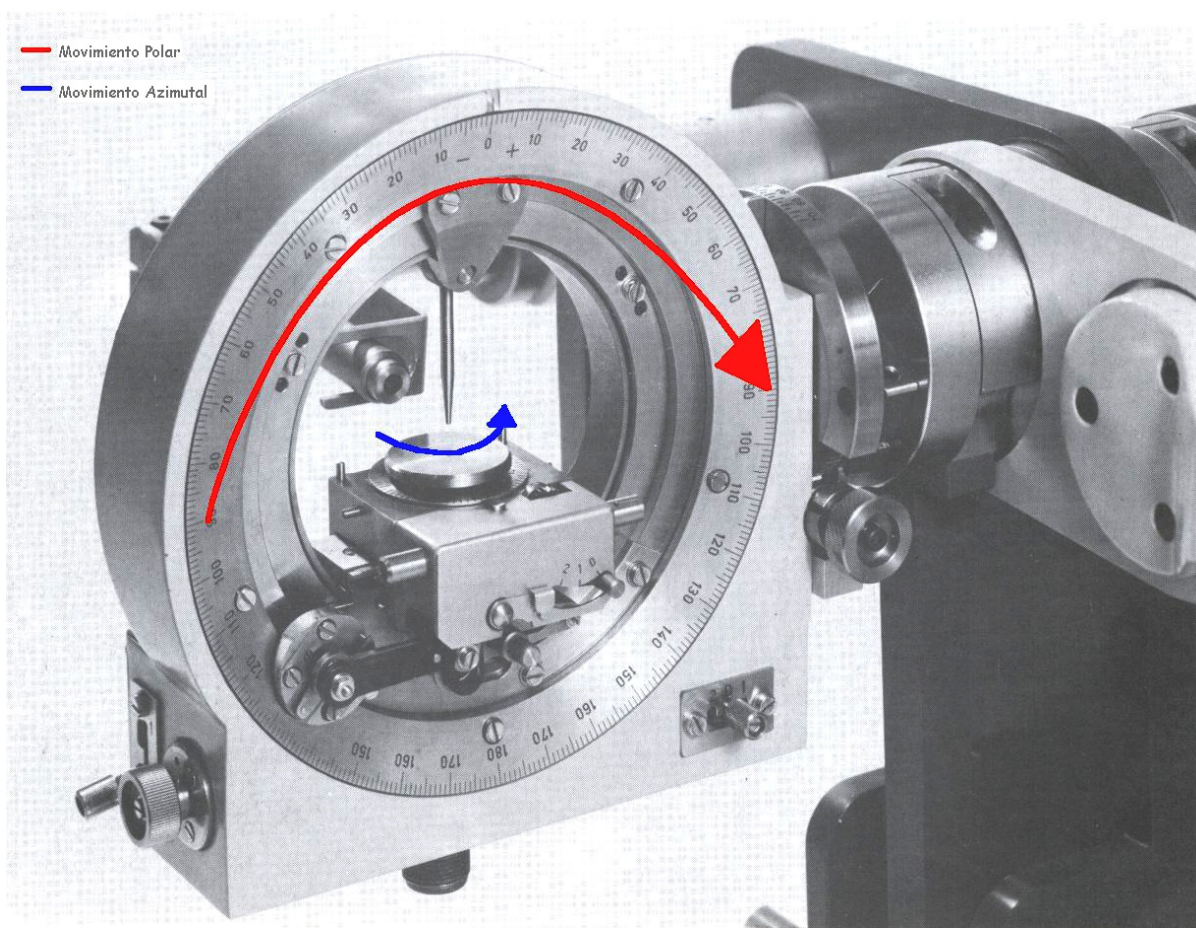
Las mediciones de los perfiles de Rayos-X para la obtención de las Figuras de Polos Generalizadas (FPG) se realizaron en un goniómetro de Textura modelo PW1050|25 instalado en un difractómetro marca Philips, modelo PW 1743, con radiación  $K\alpha$  de Molibdeno, ( $K\alpha$  Mo, longitud de onda de 0.7092 Å). La Figura 2.4 muestra los movimientos azimutal y polar del goniómetro. El equipo de medición se acondicionó para realizar mediciones de Figuras de Polos Generalizadas. La primera adaptación que se le realizó al goniómetro fue la elaboración de una rendija para reducir la divergencia axial (divergencia según el eje  $\theta$ - $2\theta$  del difractómetro), la rendija se realizó con una lámina de acero inoxidable, la Figura 2.5 a) muestra la rendija que se elaboró y la Figura 2.5 b) muestra la rendija que se utilizó para la reducción de la divergencia ecuatorial (divergencia en el plano del difractómetro). Este diseño se hizo sobre la base de que la rendija sólo dejara pasar 3 grados del ángulo polar. Para la divergencia en el ángulo azimutal (en este caso el  $2\theta$  del difractómetro) se eligió una rendija, de las que venían en el equipo, que dejara pasar 0.066 grados [ver Anexo 1, Elaboración de la rendija].

Se confeccionaron programas (en Lenguaje C) para el control de los movimientos polar (flecha superior de la Figura 2.4), azimutal (flecha inferior de la Figura 2.4) y de  $2\theta$ - $\theta$ . Los programas confeccionados se describen en detalle en el Capítulo 3 (Software elaborado



para la medición de las Figuras de Polos Generalizadas), estos programas se utilizaron para realizar las mediciones en la pastilla de Ni (muestra estándar) y en la lámina de Fe-50%Ni (muestra texturada).

Las mediciones para obtener la Figura de Polos Generalizada se realizaron de forma tal que la condición  $\alpha=0$  corresponde a la dirección que bisecta el haz de rayos X y el haz difractado es paralelo a la normal a la superficie de la muestra (plano RD-TD, Rolling Direction-Transverse Direction) y  $\beta=0$  cuando la dirección RD es perpendicular al eje de movimiento polar del goniómetro. Se utilizó un voltaje de 40 kV, un amperaje de 25 mA, con pasos de  $0.05^\circ$  en  $2\theta$ ,  $5^\circ$  en  $\alpha$ ,  $5^\circ$  en  $\beta$  y un tiempo de 30 segundos por paso de  $2\theta$ .



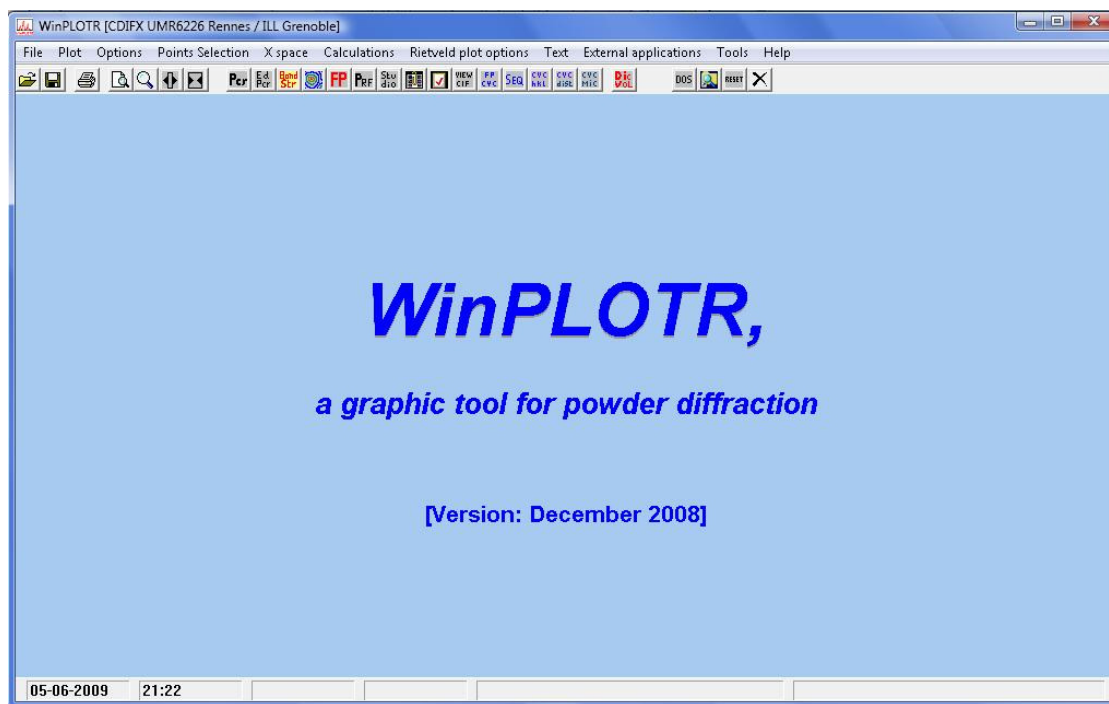
**Figura 2.4.** Foto del goniómetro de Textura



**Figura 2.5.** a) Rendija para la divergencia axial, b) Rendija para la divergencia ecuatorial

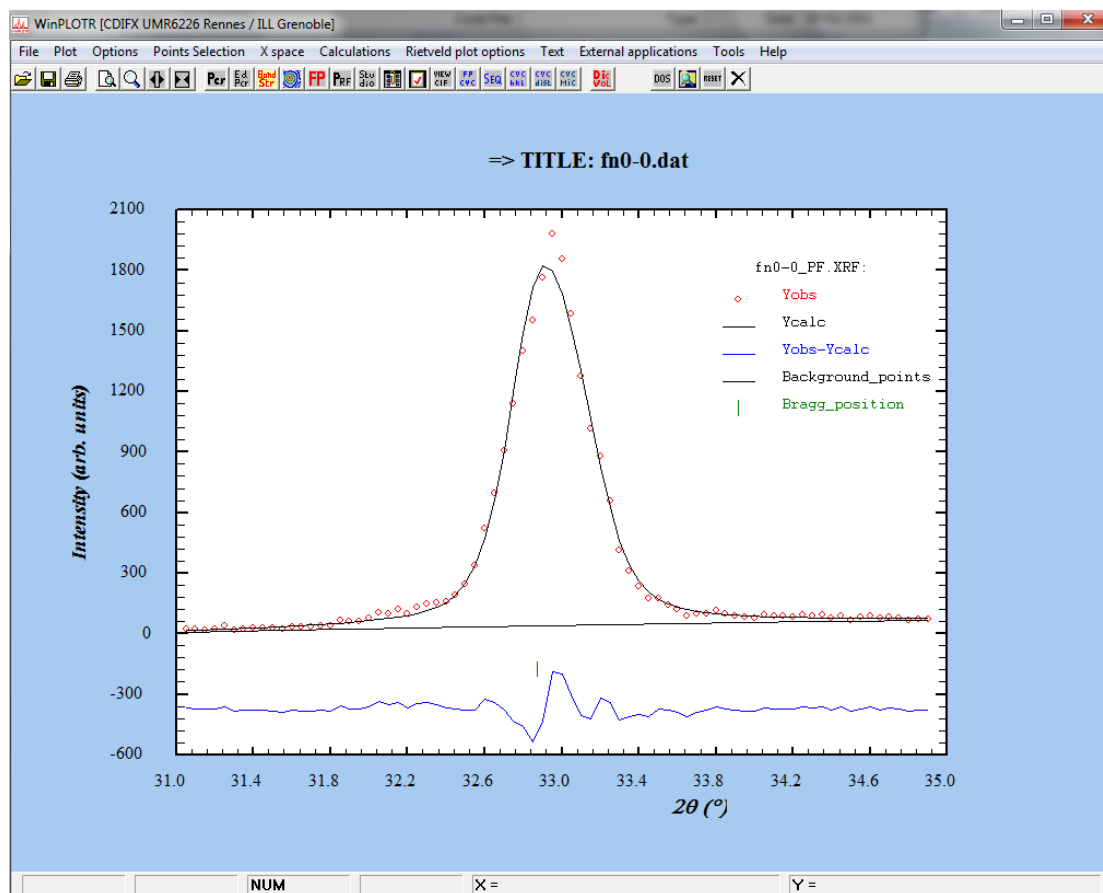
### 2.3 Programas utilizados para el ajuste de los perfiles de difracción y archivos de salida donde se toman los datos para el procesamiento de las FPG

El programa utilizado para el ajuste de los difractogramas obtenidos en el goniómetro de textura fue WinplotR ® [20], la Figura 2.6 muestra la pantalla inicial del programa WinplotR ®.



**Figura 2.6.** Pantalla inicial del programa WinplotR ®.

Los ajustes se realizaron mediante una función Pseudo-Voigt (p-V) TCH, cuya función se describió en la Sección 1.2 del Capítulo 1. En la Figura 2.7 se muestra un perfil ajustado del pico (220) de la lámina de Fe-50%Ni en la posición polar =  $0^0$  y azimutal =  $0^0$ .



**Figura 2.7.** Ajuste final de un pico de difracción (220) del Fe-50%Ni para la posición polar =  $0^0$  y azimutal =  $0^0$ .

El ajuste de los difractogramas con el programa genera archivos de salida, uno de ellos es el archivo \*.OUT de donde se toman los resultados de posición, intensidad, FWHM, eta ( $\eta$ ) y los resultados de los errores (Rfact, Rwfact y Rex). En la Figura 2.8 se muestra una parte de este archivo de salida y la sección de donde se tomaron los resultados (recuadros).

```

      Scatt. Variable      Background  Flag
      18.0500             27.9290    1
      19.0500             11.5911    1
      21.8000             247.5761   1
      22.7500             191.6223   1

  Position      Intensity      D-Gamma      D-Eta      Flags
  20.273439      2597.93      0.500462      0.120422      1 1 1 0

=> Total number of refined parameters:      9

-----
=> Marquardt Least Squares Fitting for 30 cycles
-----

=> Number of observations      :      95
=> Number of free parameters:      9
=> Range of variable X      : (      18.0500,      22.7500)

=> Cycle No.:      6  Chi2 =      21.068617

      Name-Par      No.      Old-Value      Change      New-Value      Sigma      Change/Sigma
Asym-1(S_L)        2          0.000306      0.000000      0.000306      0.000001      -0.017987
Asym-2(D_L)        3          0.000307      0.000000      0.000307      0.000001      -0.017987
background_1       10         27.971212     -0.000593      27.970619      1.476370      -0.000402
background_2       11         12.187193      0.007433      12.194626      1.097666      0.006772
background_3       12         248.274719      0.022064      248.296783      2.492090      0.008854
background_4       13         191.581284     -0.003632      191.577652      3.941897      -0.000921
Bragg_Pos_1        14         20.273384      0.000000      20.273384      0.000786      0.000000
Intensity_1        15         2594.285400      0.454590      2594.739990     10.276544      0.044236
Shf_Gamma_1        16          0.500801     -0.000013      0.500788      0.001513      -0.008628

=> Convergence reached! : Chi2(old)-Chi2(new) < 0.000001 * Chi2(old)

Rfact= 14.045  Rwfact= 16.678  Rex= 3.633

Final value of Marquardt F-Lambda = 0.000

=> Correlation Matrix:

Correlation:**** > 50% for parameters:      Asym-1(S_L) & Asym-2(D_L)
Correlation:1758 > 50% for parameters:      Asym-1(S_L) & Intensity_1
Correlation: 99 > 50% for parameters:      Bragg_Pos_1 & Intensity_1

```

**Figura 2.8.** Archivo de salida \*.OUT., los recuadros muestra los datos que se toman para la FPG.

Los resultados del archivo de salida \*.OUT se condensaron en un archivo \*.dat para el caso de las FPG, ver Figura 2.9; en el archivo sólo aparecen valores correspondientes al ángulo polar y azimutal donde la intensidad es medible y en un archivo \*.ang para el caso de las funciones instrumentales, ver Figura 2.10, en este caso se midieron cuatro valores azimutales ( $0^0$ ,  $90^0$ ,  $180^0$ ,  $270^0$ ) para cada ángulo polar. Estos ficheros fueron procesados en programas escritos en Mathematica 5.1 para la obtención de las Figuras de Polos Generalizadas y las funciones instrumentales. Los programas se describen en detalle en el Capítulo 3 (Software). En el Capítulo 3 se describe también el software elaborado para el cálculo de la energía almacenada.

Polar	Azimutal	2Theta	Intensity	FWHM	eta	Rfact	Rwfact	Rex
20.0	0.0	20.273439	2597.93	0.500462	0.120422	14.045	16.678	3.633
20.0	5.0	20.281237	1831.54	0.496124	0.160099	13.811	15.909	4.471
20.0	10.0	20.288380	1150.89	0.471227	0.199133	15.050	17.222	5.306
20.0	15.0	20.354376	701.09	0.483922	0.304904	15.534	18.094	6.860
20.0	165.0	20.240080	3099.00	0.273543	0.501255	7.174	10.294	3.471
20.0	170.0	20.208063	3570.30	0.290332	0.348788	7.726	13.504	3.198
20.0	175.0	20.219093	3409.79	0.267989	0.437093	7.249	12.084	3.284
20.0	180.0	20.230326	2771.80	0.263904	0.455298	7.164	11.951	3.612
20.0	185.0	20.235092	1923.02	0.244056	0.552172	7.687	10.952	4.337
20.0	190.0	20.242924	1194.28	0.235317	0.626332	8.003	11.972	5.372
20.0	340.0	20.322117	3374.22	0.468592	0.393956	14.115	17.568	3.512
20.0	345.0	20.344543	3745.74	0.503754	0.068695	12.495	15.187	3.110
20.0	350.0	20.348841	3691.18	0.506668	0.020995	13.685	16.400	3.074
20.0	355.0	20.361153	3290.28	0.509101	0.032861	13.856	16.518	3.247
25.0	0.0	20.363760	2759.73	0.526053	0.039634	12.366	14.717	3.526
25.0	5.0	20.358599	2592.78	0.528559	0.048278	12.462	15.181	3.636
25.0	10.0	20.380627	2349.57	0.531225	0.071071	11.934	14.624	3.821
25.0	15.0	20.397215	1882.18	0.526493	0.059560	13.826	15.953	4.196
25.0	20.0	20.623962	1381.02	0.501636	0.193725	14.584	17.240	4.983
25.0	25.0	20.435421	832.64	0.482387	0.132782	14.206	16.159	6.082
25.0	155.0	20.299364	3471.63	0.311467	0.233602	7.055	12.850	3.375
25.0	160.0	20.288988	4162.74	0.308636	0.231462	7.731	13.722	2.949
25.0	165.0	20.294119	4577.73	0.303115	0.209606	6.858	13.491	2.771
25.0	170.0	20.297119	4860.69	0.300638	0.215118	7.515	14.226	2.700
25.0	175.0	20.287285	4869.30	0.295290	0.225405	7.625	14.424	2.693
25.0	180.0	20.287094	4601.16	0.289701	0.246544	7.190	13.731	2.904
25.0	185.0	20.303795	4086.42	0.288730	0.254337	7.438	14.051	2.922
25.0	190.0	20.313770	3319.10	0.278859	0.303520	7.283	13.727	3.281
25.0	195.0	20.316193	2458.04	0.273146	0.365103	7.371	12.488	3.973
25.0	200.0	20.332170	1582.23	0.258671	0.469727	7.421	12.822	4.744
25.0	205.0	20.325821	882.94	0.258544	0.522009	7.072	11.901	6.013
25.0	335.0	20.282709	3114.40	0.513446	0.101236	13.669	15.986	3.342
25.0	340.0	20.348690	3267.01	0.523160	0.077073	12.522	15.010	3.293
25.0	345.0	20.370338	3168.04	0.518553	0.051902	12.849	15.603	3.476
25.0	350.0	20.387865	3038.55	0.523100	0.012306	13.120	15.622	3.484
25.0	355.0	20.394762	2910.07	0.524055	0.014778	12.780	15.537	3.549
30.0	0.0	20.304531	1354.38	0.572718	0.058078	10.877	12.877	4.903

**Figura 2.9.** Parte del fichero de datos obtenida a partir de los ajustes de los máximos para las FPG (\*.dat)

Polar	Azimutal	2Theta	Intensity	FWHM	eta	Rfact	Rwfact	Rex
0.0	0.0	20.587585	459.90	0.392963	0.131405	17.926	21.320	6.033
0.0	90.0	20.578125	459.14	0.353455	0.182618	17.590	21.188	5.878
0.0	180.0	20.568779	450.87	0.330108	0.176010	18.281	22.025	6.202
0.0	270.0	20.590467	468.76	0.341700	0.256094	17.248	21.313	6.184
5.0	0.0	20.599798	459.15	0.386875	0.127218	17.775	21.376	5.958
5.0	90.0	20.594862	497.98	0.345519	0.317234	17.021	20.627	5.600
5.0	180.0	20.572330	479.71	0.321214	0.280514	17.396	20.647	6.293
5.0	270.0	20.597015	471.91	0.364161	0.227937	18.656	21.761	5.980
10.0	0.0	20.593363	461.88	0.403858	0.098460	16.095	18.622	6.050
10.0	90.0	20.578426	476.86	0.368171	0.184113	17.359	20.358	6.400
10.0	180.0	20.565102	485.52	0.325005	0.243997	16.476	19.477	6.249
10.0	270.0	20.628067	457.18	0.357241	0.177893	17.437	20.435	6.086
15.0	0.0	20.604692	479.97	0.394070	0.155630	16.296	19.528	6.146
15.0	90.0	20.576122	474.60	0.368515	0.152780	16.756	18.986	6.205
15.0	180.0	20.608706	505.99	0.276464	0.356860	10.592	13.082	6.348
15.0	270.0	20.596665	447.95	0.358184	0.172388	16.038	18.553	6.300
20.0	0.0	20.592091	470.52	0.406064	0.094306	13.152	16.355	6.066
20.0	90.0	20.588303	478.85	0.366225	0.161437	13.149	16.044	6.106
20.0	180.0	20.562248	495.08	0.330747	0.245664	12.276	15.156	6.293
20.0	270.0	20.620207	458.99	0.384549	0.115860	12.903	16.070	6.363
25.0	0.0	20.587469	483.25	0.417517	0.200305	12.199	15.030	5.939
25.0	90.0	20.587265	490.93	0.385230	0.154378	12.281	14.401	6.231
25.0	180.0	20.559484	488.87	0.350575	0.198172	11.480	13.728	6.275
25.0	270.0	20.586681	475.25	0.383285	0.193520	9.475	12.120	6.349
30.0	0.0	20.590956	484.30	0.426800	0.165530	11.354	13.946	6.057
30.0	90.0	20.590752	497.51	0.389798	0.249563	8.737	11.487	6.267
30.0	180.0	20.578634	494.30	0.356075	0.328814	8.172	9.765	6.341
30.0	270.0	20.596786	482.34	0.405033	0.233168	8.351	10.108	6.392
35.0	0.0	20.597225	462.87	0.452454	0.090291	9.460	11.606	6.006
35.0	90.0	20.592905	494.13	0.409694	0.236810	6.967	8.745	6.471
35.0	180.0	20.573782	493.51	0.370363	0.287393	5.375	8.074	6.315
35.0	270.0	20.608047	459.54	0.424094	0.137549	7.222	8.971	6.325

**Figura 2.10.** Parte del fichero obtenido a partir de los ajustes de los máximos de la muestra estándar utilizado para el cálculo de las funciones instrumentales (\*.ang)

## **2.4 Resumen del Capítulo 2**

En este capítulo se ha descrito la metodología de medición realizada en este trabajo así como los materiales utilizados y su procesamiento, en el siguiente capítulo (Capítulo 3, Software) se describen los programas antes mencionados y se completa la descripción del trabajo realizado.



## ***Capítulo 3. Software desarrollado para la obtención de Figura de Polos Generalizada***

### **3.1 Descripción general de los programas desarrollados**

El conjunto de programas desarrollados para este trabajo se dividen en dos grupos, los desarrollados para el control de los motores del goniómetro de textura, los cuales se escribieron en Lenguaje C (Turbo C++ versión 3.0 ®, Borland International, 1992) y los desarrollados para el procesamiento de los datos y cálculo de la energía almacenada, los cuales se escribieron en Mathematica (5.1 Wolfram).

Como se discutió en el Capítulo 2, el difractómetro de Textura modelo PW1050|25 instalado en un difractómetro marca Philips, modelo PW 1743 tiene 3 movimientos angulares, el movimiento polar, el movimiento azimutal (del goniómetro correspondientes al goniómetro de textura) y el movimiento de  $\theta$ - $2\theta$  (del difractómetro), estos movimientos se controlan mediante una computadora, los programas existentes previos a este trabajo fueron diseñados para realizar mediciones de Figura de Polos de Orientaciones (Intensidades) o para la medición de un difractograma y no para la medición simultánea de difractogramas en una selección de ángulos azimutales y polares, por lo que fue necesario elaborar nuevos programas para combinar los tres movimientos en un solo software, adaptándolos a las necesidades de la medición de FPG. En el Anexo 2 se describe brevemente la comunicación entre la computadora del goniómetro y los motores.

Los programas en Mathematica se desarrollaron para el procesamiento de los resultados obtenidos y obtener las FPG y la Función de Distribución de Energía Almacenada (SEDF).

En las siguientes secciones se describen los programas desarrollados y se muestran los diagramas de flujo para cada uno de ellos.

### 3.1.1 Software para la medición de FPG para todas las posiciones polar y azimutal

**METEFPG** es la primera versión del programa de medición de FPG el cual se realizó con la idea de dividir el intervalo de medición de 0 a 75 grados polar y de 0 a 355 grados azimutal en intervalos de 5 grados, respectivamente, obteniendo 16 mediciones polares por 72 mediciones azimutales por 3 reflexiones (*hkl*) de la muestra a medir. Dando un total de 3456 mediciones.

El programa **METEFPG** se escribió en base al programa existente para la medición de un difractograma denominado **Difractograma**, se rediseñó de tal forma que el programa midiera varios difractogramas combinando el movimiento de  $\theta$ - $2\theta$  con el movimiento azimutal del goniómetro en un ángulo polar fijo, es decir, el programa permite la medición de difractogramas para un intervalo de 0 a 355 grados del movimiento azimutal con intervalos de 5 grados (72 mediciones) para una reflexión (*hkl*) y un ángulo polar fijo.

Con las condiciones de medición, el tiempo de medición para cada difractograma era aproximadamente 45 minutos, por lo que las mediciones que se podían realizar en un día eran 12 ó 13, con aproximadamente 10 horas de medición. El largo tiempo utilizado es la consecuencia de realizar las mediciones en este tipo de equipo sin detectores sensibles a la posición.

Después de fijar la posición polar y posicionarse en el valor del ángulo azimutal inicial manualmente, se introducen los datos necesarios en el programa **METEFPG**, que son los siguientes:

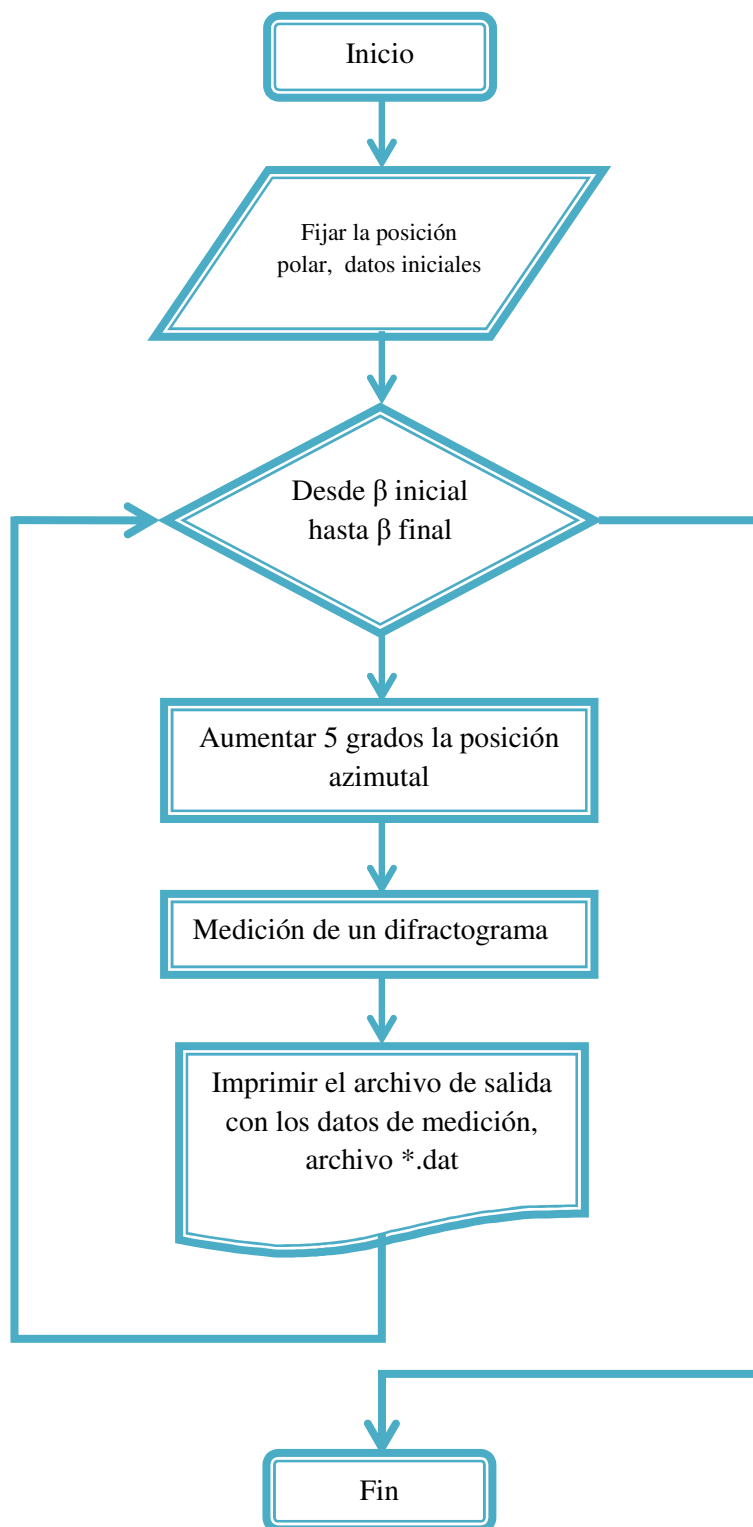
- ◆ Valor de  $2\theta$  inicial
- ◆ Valor de  $2\theta$  final
- ◆ Paso de medición de  $2\theta$  ( $\Delta 2\theta$ )
- ◆ Tiempo de medición en segundos del paso de  $2\theta$  (t)
- ◆ Valor del ángulo azimutal inicial ( $\beta$  inicial)
- ◆ Valor del ángulo azimutal final ( $\beta$  final)



◆ Nombre del archivo de salida, que se conforma de 3 caracteres para identificar el archivo de salida (XXX) y 2 caracteres para identificar el ángulo polar (PP). El nombre final del archivo con los datos de medición está integrado por 8 caracteres, los 5 caracteres anteriores más 3 de la posición azimutal (AAA) que fue medido.

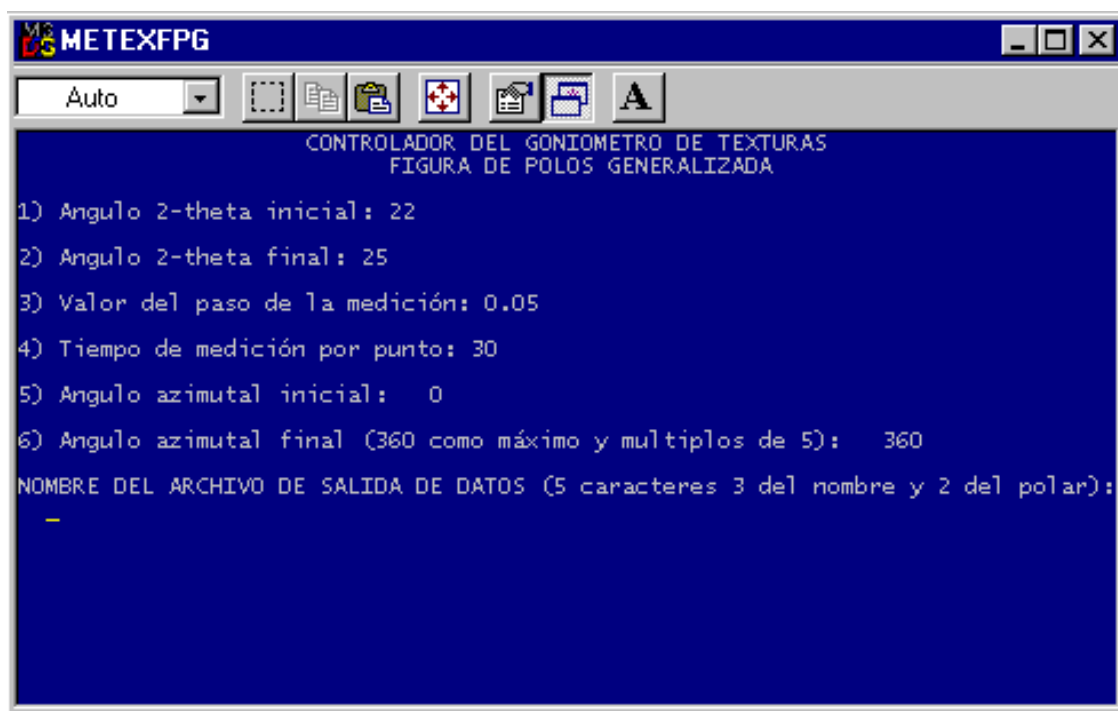
XXXPPAAA.dat

Con los datos anteriores **METEFPG** realiza las mediciones de los difractogramas desde  $2\theta$  inicial hasta  $2\theta$  final con un tiempo  $t$  por paso  $\Delta 2\theta$ . Al finalizar una medición, el programa incrementa 5 grados el ángulo azimutal, en el intervalo de  $\beta$  inicial a  $\beta$  final del ángulo polar fijo. La Figura 3.1 es el diagrama de flujo que describe el programa **METEFPG**.



**Figura 3.1.** Diagrama de Flujo del programa *METEFPG*

En la Figura 3.2 se muestra la pantalla del programa **METEFPG**, en la figura puede observarse los datos de entrada del programa para realizar las mediciones de los difractogramas para un círculo azimutal completo.



**Figura 3.2.** Pantalla del programa **METEFPG**

### 3.1.2 METEFPG2, Medición de FPG para posiciones polar y azimutal específicas

Debido a los largos tiempos de medición se rediseñó el primer programa **METEFPG** en una segunda versión denominada **METEFPG2**. Este programa tiene control sobre los tres movimientos, azimutal, polar y  $2\theta$ - $\theta$  para obtener difractogramas para las diferentes posiciones polares y azimutales especificadas.

Para realizar mediciones en este programa se debe tener previamente un archivo con la lista de los valores de posición polar y azimutal que se desean medir (donde la intensidad es

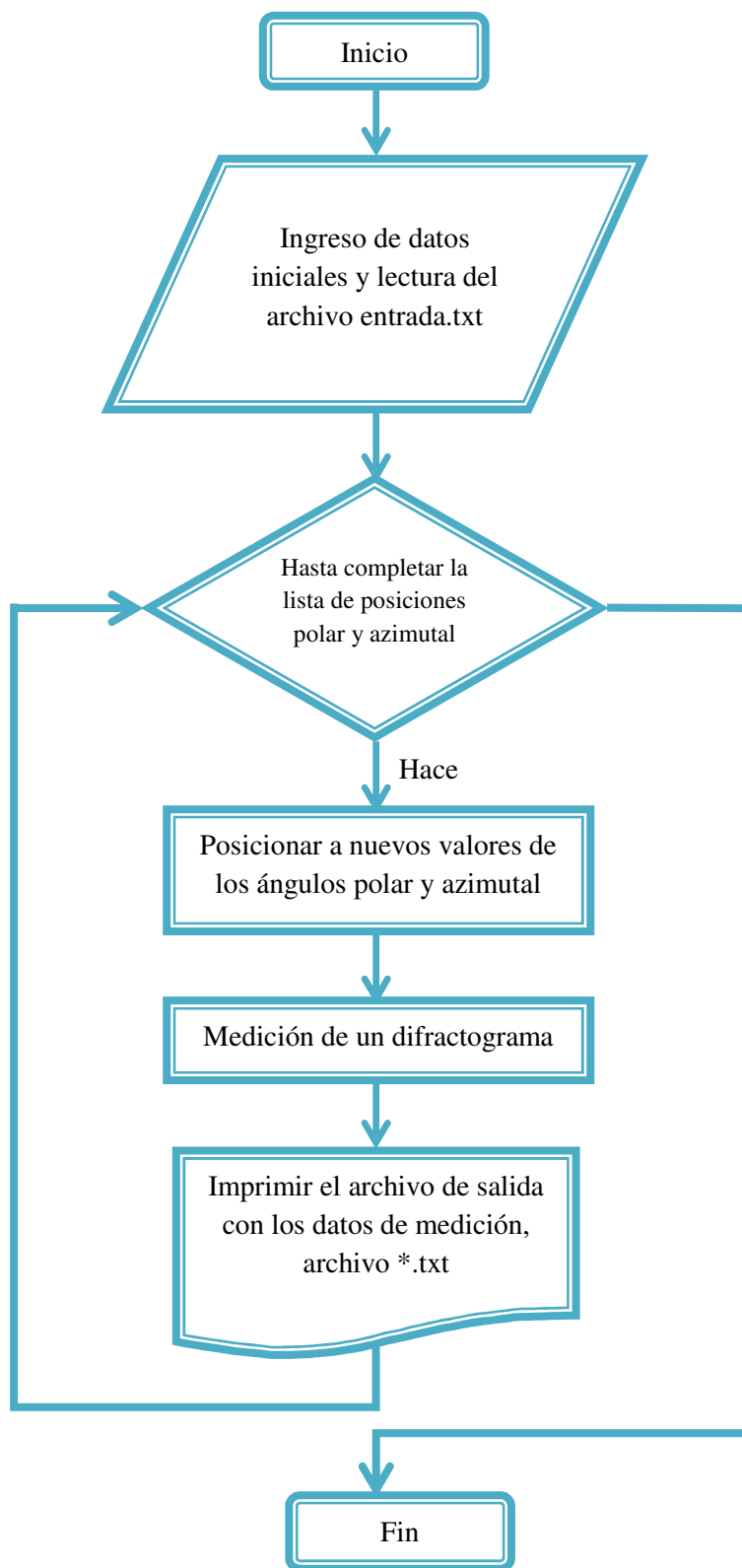
apreciable), el archivo debe llamarse **entrada.txt**. Para iniciar las mediciones el programa requiere de los siguientes datos:

- ◆ Número de mediciones que se realizarán
- ◆ Ángulo  $2\theta_o$  inicial
- ◆ Ángulo  $2\theta_f$  final
- ◆ Valor del paso de medición de  $2\theta$  ( $\Delta 2\theta$ )
- ◆ Tiempo de medición en segundos del paso de  $2\theta$
- ◆ Nombre del archivo de salida de los datos medidos. El nombre del archivo sólo debe tener dos caracteres para distinguirlos (XX), pero el nombre final del archivo de salida contendrá estos dos caracteres más 2 (PP) de la posición polar y 3 (AAA) de la posición azimutal, conformando un nombre de 8 caracteres:

XXPP-AAA.dat.

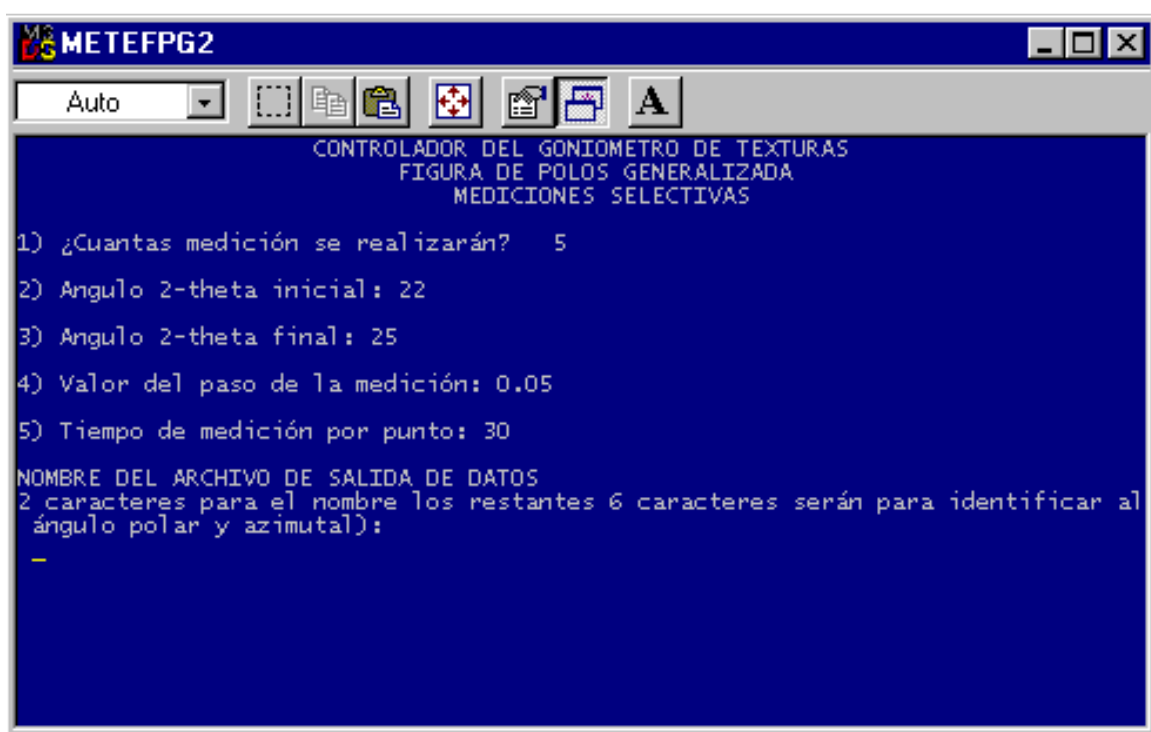
- ◆ Valor del ángulo azimutal en el que se encuentra posicionado el goniómetro (este dato corresponde a la posición física de la muestra antes de iniciar las mediciones)
- ◆ Valor del ángulo polar en el que se encuentra posicionado el goniómetro (este dato corresponde a la posición física de la muestra antes de iniciar las mediciones)

Los difractogramas se miden desde la posición  $2\theta_o$  inicial a  $2\theta_f$  final con el paso de medición y tiempo por paso indicados por el usuario para  $2\theta$ . Los valores de la posición azimutal y polar son la posición de referencia para colocar el goniómetro en la primera posición indicada por la lista del archivo **entrada.dat**. Con este programa se pueden realizar mediciones en cualquier posición polar y azimutal. La Figura 3.3 muestra el diagrama de flujo del programa **METEFPG2**.



**Figura 3.3.** Diagrama de flujo del programa *METEFPG2*

La Figura 3.4 muestra la pantalla del programa **METEFPG2** donde se muestran los datos de entrada del programa para realizar las mediciones de los difractogramas en posiciones azimutales y polares específicos, en la pantalla no se muestra la solicitud de los datos de posición azimutal y polar.



**Figura 3.4.** Pantalla del programa **METEFPG2**, donde se muestran parte los datos iniciales que se introducen en el programa

### 3.1.3 Software para las mediciones del estándar

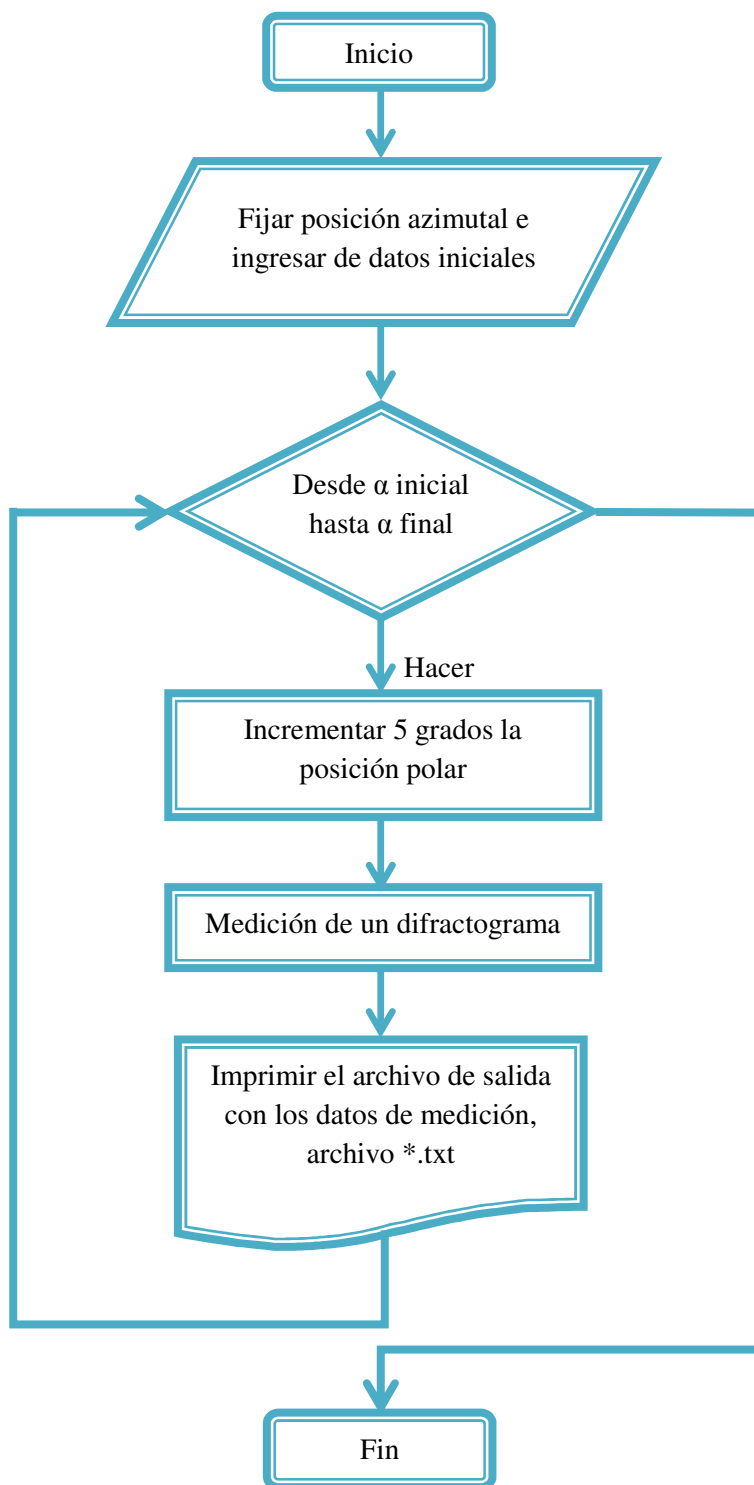
Para la medición de la muestra estándar se escribió el programa *Standarg*, el cual está diseñado para obtener difractogramas en un intervalo de 0 a 75 grados con incrementos de 5 grados en el movimiento polar y una posición azimutal fija, es decir, combinando el movimiento polar y  $\theta$ - $2\theta$  con un ángulo azimutal fijo. Este programa se diseñó para barrer 4 posiciones azimutales específicas ( $0^0$ ,  $90^0$ ,  $180^0$  y  $270^0$ ).

Este programa necesita de los siguientes datos de entrada para realizar las mediciones:

- ◆ Valor de  $2\theta$  inicial
- ◆ Valor de  $2\theta$  final
- ◆ Paso de medición ( $\Delta 2\theta$ )
- ◆ Tiempo de medición en segundo del paso de  $2\theta$  (t)
- ◆ Valor del ángulo polar inicial ( $\alpha$  inicial)
- ◆ Valor del ángulo azimutal final ( $\alpha$  final)
- ◆ Nombre del archivo de salida, que se conforma de 3 caracteres para identificar el archivo de salida (XXX) y 3 caracteres para identificar el ángulo azimutal (AAA). El nombre final del archivo con los datos de medición está integrado por 8 caracteres, los 6 caracteres anteriores más 2 de la posición polar (PP) que fue medido.

XXXAAAPP.dat

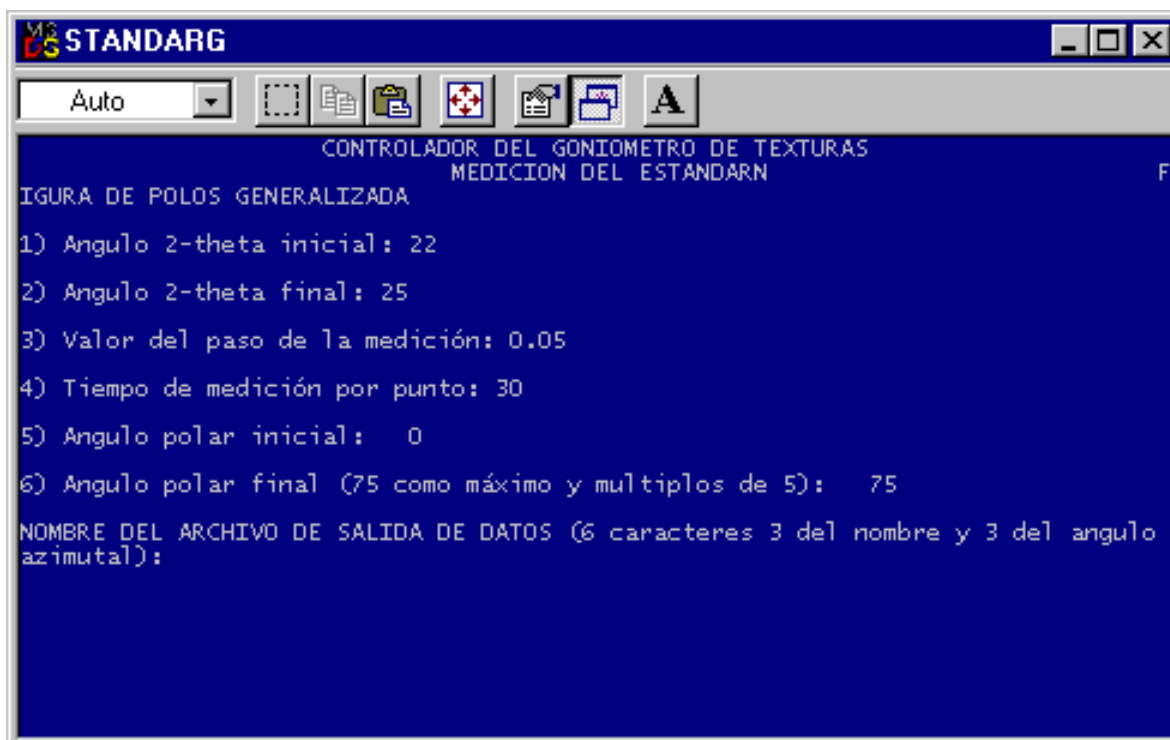
La Figura 3.5 es el diagrama de flujo que describe el programa *Standarg*.



**Figura 3.5.** Diagrama de Flujo del programa para la medición del estándar.



En la Figura 3.6 se muestra la pantalla del programa *Standarg*, en donde se observan los datos que se introducen para que el programa realice las mediciones de los difractogramas del estándar medidos sobre el ángulo azimutal fijo.



**Figura 3.6.** Pantalla del programa *Standarg*, en ella se muestran los datos solicitados por el programa

### 3.2 Software para el procesamiento de los datos obtenidos mediante DRX

Para la obtención de las FPG a partir de los datos obtenidos de los difractogramas medidos en el goniómetro de textura se emplearon programas escritos en Mathematica 5.1. Estos programas se describen en las siguientes secciones.

#### 3.2.1 Software para la generación de la Figura de Polos Generalizadas (FPG)

Los programas de procesamiento de datos están estructurados de la siguiente manera:

1. Programa para procesar la muestra estándar y calcular las diferentes funciones instrumentales.
2. Programa para completar las FPG con los valores correspondientes a los ángulos no medidos y grafica las FPG
3. Programa para corregir la FPG y generar nuevas FPG como la del tamaño de cristalito y la energía almacenada.

El primer programa para la muestra estándar es ***Calculos-coef-correccion-FPG-p.nb*** que se emplea para la obtención de los coeficientes de las funciones de corrección de las FPG a partir de los resultados obtenidos de una muestra estándar.

En el Capítulo 2 se mencionó que los resultados obtenidos del goniómetro son procesados mediante el programa WinPLOT<sup>®</sup> y del archivo de salida \*.OUT se obtienen los datos para las entradas de los programas de Mathematica 5.1, para el caso del programa ***Calculos-coef-correccion-FPG-p.nb*** se requiere de un archivo de entrada \*.dat, como el que se mostró en la Figura 2.10 del Capítulo 2.

Con los datos del archivo \*.dat se obtienen los coeficientes de corrección para la función de corrección de las posiciones de los picos de difracción, FWHM (función instrumental) y el parámetro de mezcla  $\eta$  en función de los ángulos polares y son calculados como un promedio de los 4 valores de las distintas posiciones azimutales ( $0^0$ ,  $90^0$ ,  $180^0$  y  $270^0$ ) de acuerdo a las ecuaciones 1.6, 1.7 y 1.8 del Capítulo 1. Finalmente, los valores de los

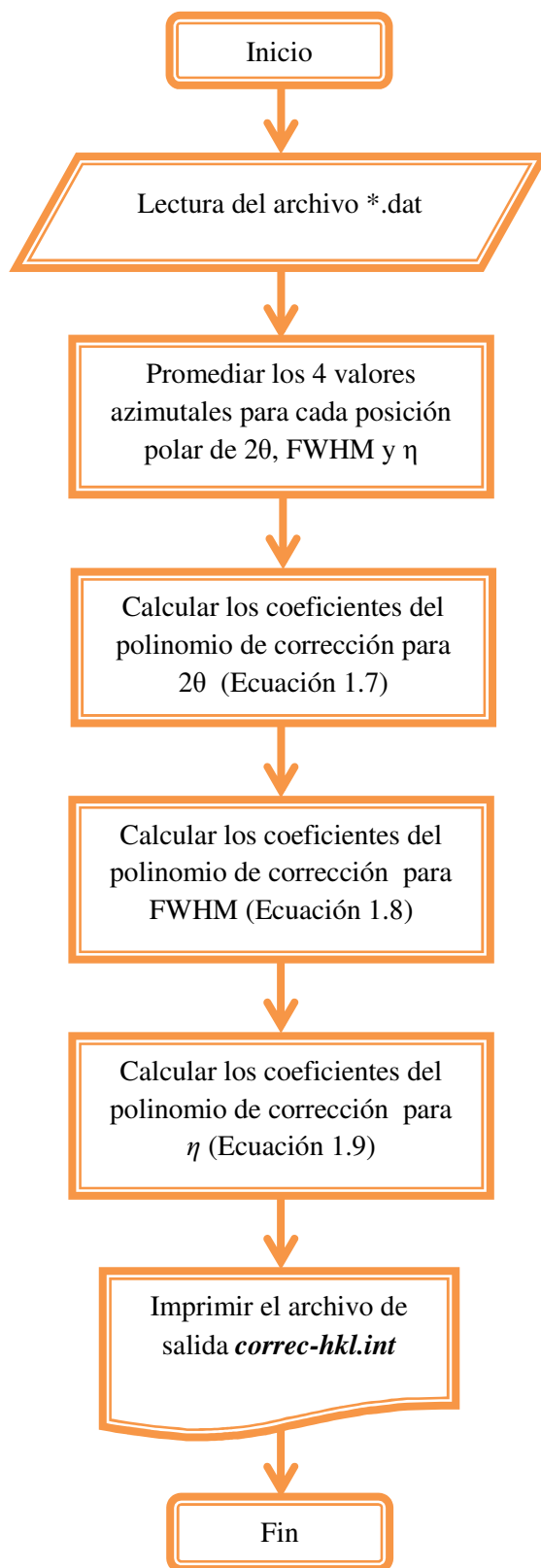
coeficientes son guardados en un archivo de salida **correc-hkl.int** (archivo de entrada de los programa **Obtencion-Correccion-FPG-BETA\_ENERGIA.nb** y **Obtencion-Correccion-FPG-posiciones**), en la Figura 3.7 se muestra el formato de este archivo. La Figura 3.8 muestra el diagrama de flujo de este programa para la obtención de los coeficientes de las funciones instrumentales.

```
-0.5148064590062884 -0.0009907002431962686 0.000030867502059029856 -5.779203051007323e-8 -2.1452002460892407e-9
0.3691509274703316 -0.008463507054176277 0.0007481974054090233 -0.00001929350163067919 1.749130715646577e-7
0.2065955621936275 -0.0002555078518907573 -0.000022793968837534982
```

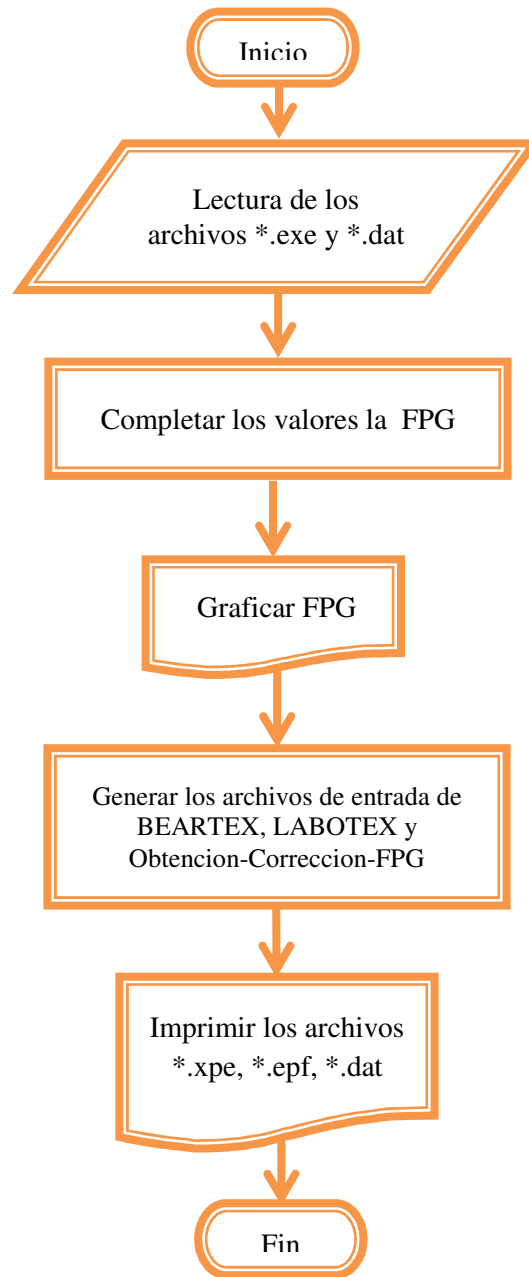
**Figura 3.7.** Archivo de salida **correc-hkl.int** del programa *Corrección de las muestras random para Figuras de Polos Generalizadas*.

El programa **Complete-Smoothing-FP-Eta.nb** (**-FWHM**, **-position** o **-Intensity**) completa los valores no medidos de la FPG, grafica los datos para presentar las FPG de los valores de eta (FWHM, posición ó intensidad, respectivamente) y genera archivos con el formato de los archivos de entrada (archivos con extensión \*.DAT, \*.XPE y \*.EPF) de los programas BEARTEX, LABOTEX y los programas **Obtención-Correccion-FPG-BETA-ENERGIA.nb** y **Obtencion-Correccion-FPG-posiciones.nb**, en estos se emplean los programas auxiliares BEAR-Lab.exe y NEU-BEAR.exe y los ficheros BEAR-Lab.dat y NEU-BEAR.dat para darle formatos a los ficheros de salida. Para completar las FPG se realiza una interpolación con los datos que se tienen de entrada para cada una de las posiciones polar y azimutal.

Este programa requiere como datos de entrada un archivo con extensión \*.DAT con los datos y formato que se mostró en la Figura 2.9 del Capítulo 2. El diagrama de flujo de este programa se muestra en la Figura 3.9.

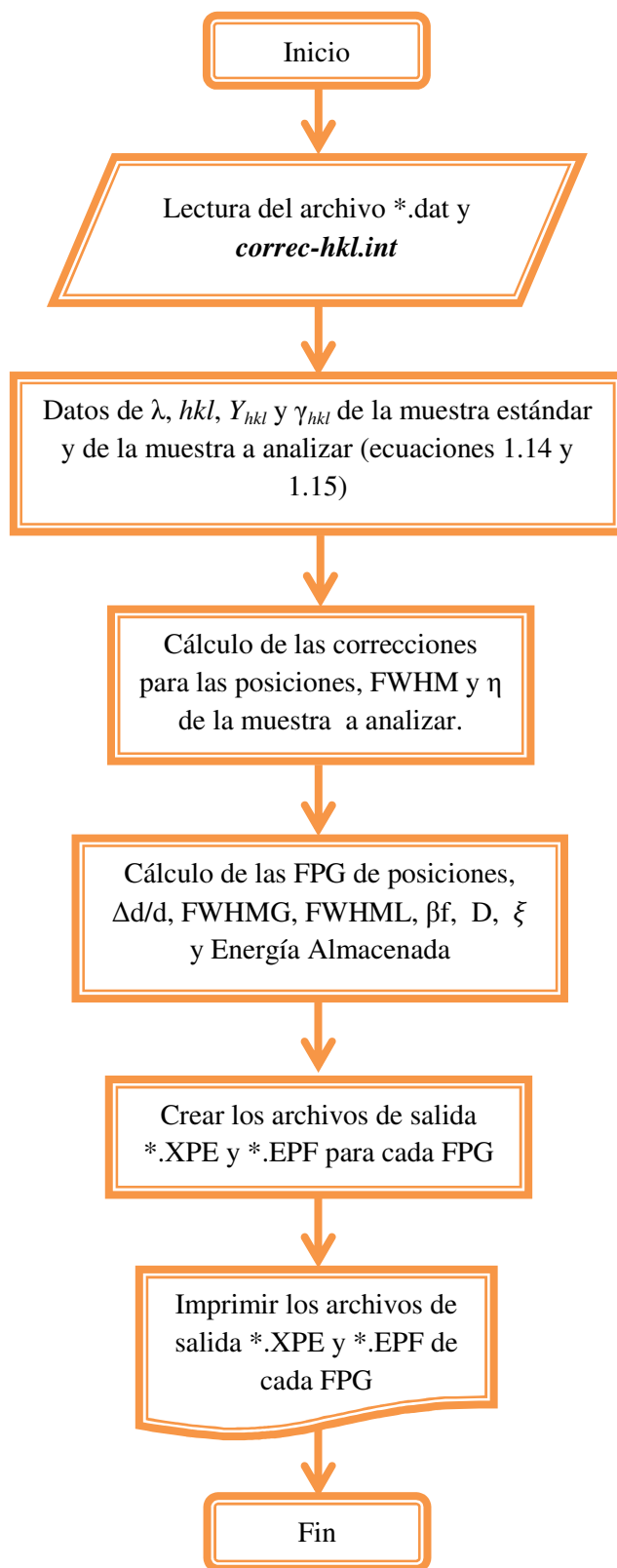


**Figura 3.8.** Diagrama de flujo del programa *Corrección de las muestras random para Figuras de Polos Generalizadas.nb*



**Figura 3.9.** Diagramas de Flujo del programa *Complete-Smoothing-FP-Eta.nb* (*-FWHM, -position ó -Intensity*)

El programa ***Obtención-Corrección-FPG-BETA-ENERGIA.nb*** (***-posiciones.nb***) realiza las correcciones de las posiciones  $2\theta$ , FWHM y  $\eta$ , determina las FPG de tamaño de cristalito, de microdeformaciones y de la Energía Almacenada de acuerdo a las ecuaciones 1.13, 1.14 y 1.15 para la muestra texturada. Este programa requiere como archivos de entrada a ***correc-hkl.int*** y un archivo \*.dat con los datos de posición polar, posición azimutal, posición  $2\theta$ , FWHM,  $\eta$  y errores (como se mostró en la Figura 2.9 del Capítulo 2). Además de los datos contenidos en los archivos se requiere de la longitud de onda,  $\lambda$ , utilizada,  $hkl$  de las reflexiones a trabajar, datos del Módulo de Young,  $Y_{hkl}$ , y la razón de Possion,  $\gamma_{hkl}$ , anisotropías calculadas con las ecuaciones 1.16 y 1.17 respectivamente (los cuales son obtenidos mediante un programa denominado ***Young.nb***, escrito en Mathematica 5.1). Los cálculos de los valores de tamaño de cristalito, de microdeformaciones y de la Energía Almacenada son guardados en archivos con extensión \*.XPE y \*.EPF. El diagrama de flujo del programa ***Obtención-Corrección-FPG-BETA-ENERGIA.nb*** (***-posiciones.nb***) se muestra en la Figura 3.10.



**Figura 3.10.** Diagrama de Flujo del programa *Obtención-Corrección-FPG-BETA-ENERGIA.nb*

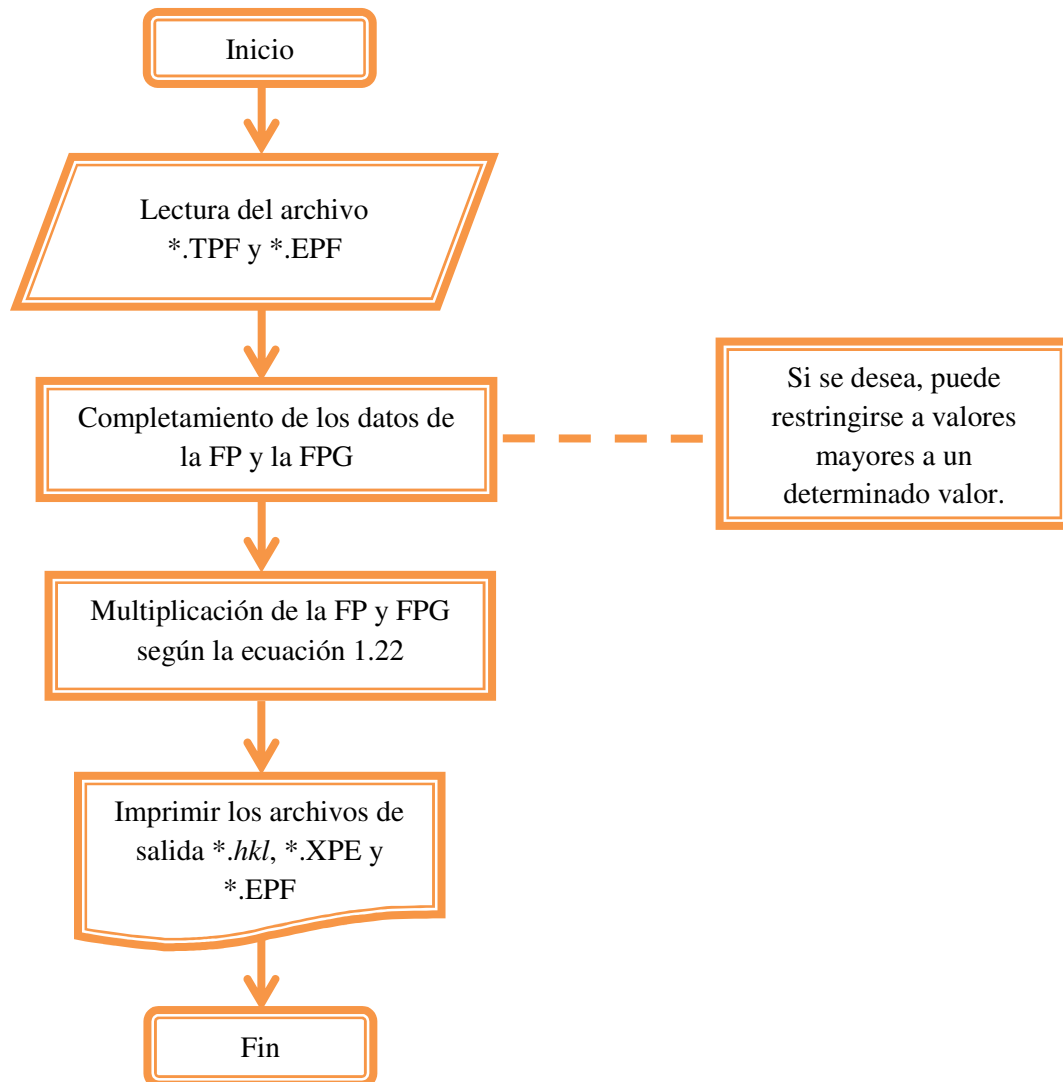
### 3.2.2 Software para el cálculo de la energía almacenada

Para el cálculo de la energía almacenada se utilizara como programas auxiliares ya sea el programa LaboTex o el BEARTEX pero para poderlos usar es necesario realizar una serie de operaciones antes de aplicarlos y después de haberlos aplicados el programa **Multip\_FPG\_FP\_LABOTEX.nb** multiplica las Figura de Polos de Energía por la Figura de Polos de Textura, el diagrama de Flujo se muestra en la Figura 3.11. Para obtener la las Figuras de Polos  $\Omega'(\alpha, \beta)$  (ecuación 1.23, 1.27) que serán los datos de entrada del programa Labotex.

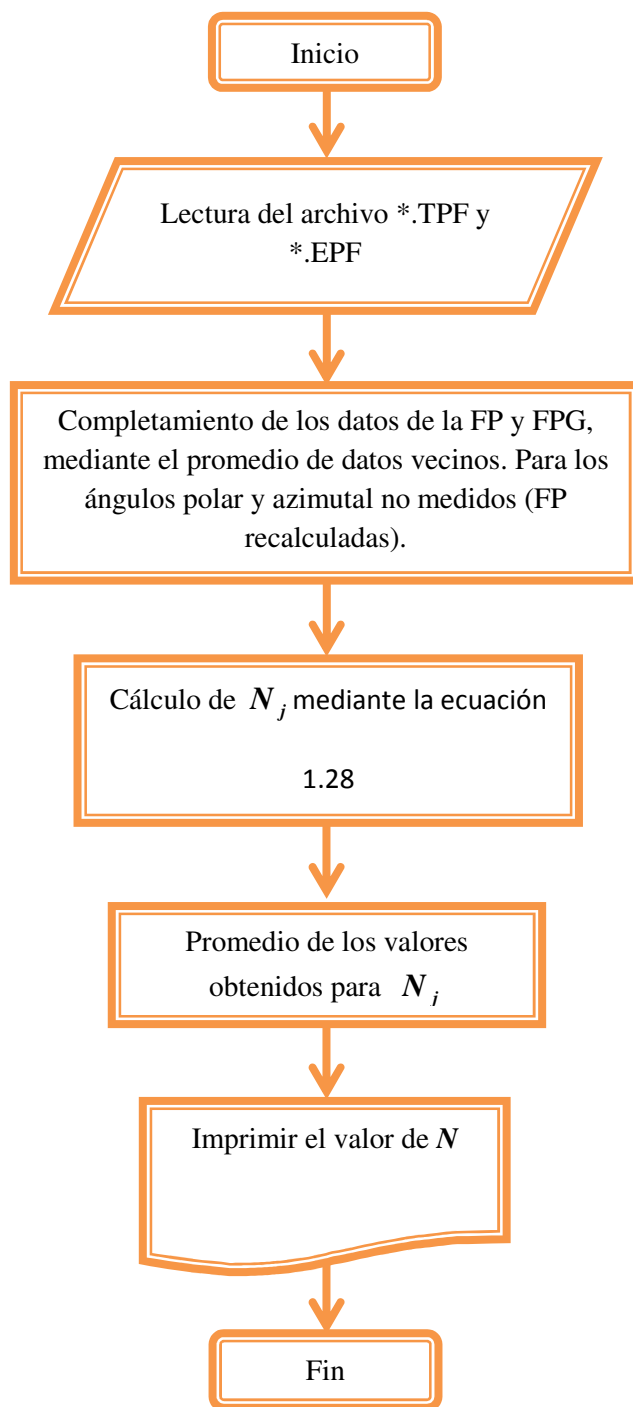
El programa Labotex calcula la FDOC a partir de figuras de polos de intensidades pero usando los datos de  $\Omega'(\alpha, \beta)$  y de Textura para calcular  $\Omega(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$  y las  $\Omega'(\alpha, \beta)$  recalculadas.

Para poder obtener SEDF a partir de  $\Omega(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$  son necesarias dos operaciones, una para el cálculo de la constante de ajuste (mediante el programa **Calculo de la constante de Normalización.nb**), ésta permite obtener los valores verdaderos de la SEDF producto de la normalización que introduce al utilizar los programas de Textura como LABOTEX para la solución de la ecuación general de la textura, el diagrama de flujo se muestra en la Figura 3.12. La segunda operación es deconvolucionar  $\Omega(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$  y FDOC para obtener la SEDF esto se hace mediante el programa **DEC-SEDF-Odf-Labotex.nb**. El programa DEC-SEDF-Odf-Labotex.nb permite la representación de FDOC o SEDF para los análisis, el Diagrama de Flujo se muestra en la Figura 3.12.

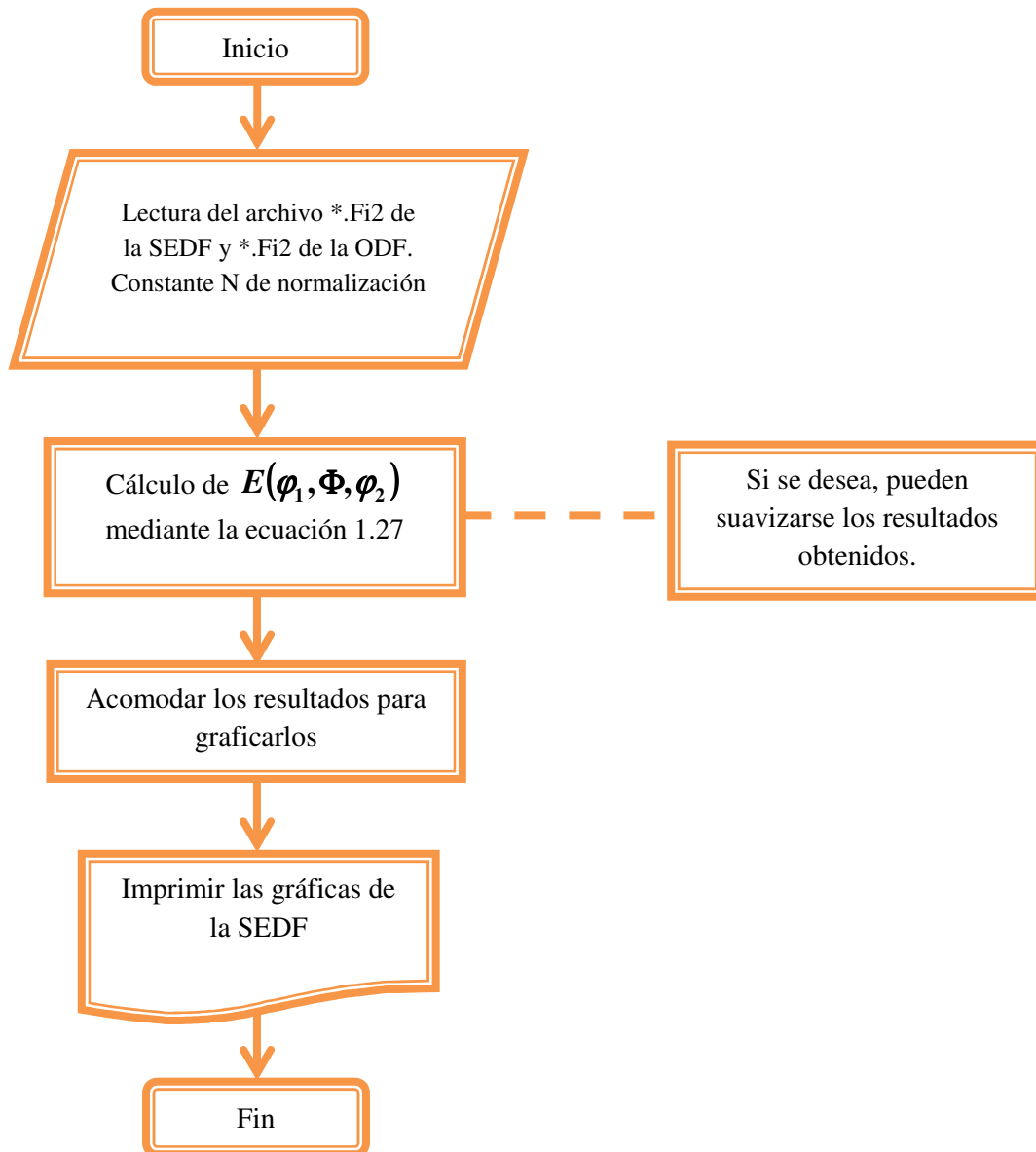




**Figura 3.11.** Diagrama de Flujo del programa **Multip\_FPG\_FP\_LABOTEX.nb**



**Figura 3.12.** Diagrama de Flujo del programa *Calculo de la constante de Normalización.nb*



**Figura 3.13.** Diagrama de Flujo del programa **DEC-SEDF-Odf-Labotex.nb**

### 3.3 Resumen del capítulo 3

En este capítulo se han descrito los programas utilizados para la medición de los datos y los programas de que se emplearon para procesar los datos después de haber sido ajustados mediante WinPLOT<sup>®</sup>. Con la descripción de estos programas se completa toda la metodología utilizada para la obtención de las Figuras de Polos Generalizadas, todos los resultados obtenidos se muestran y se discuten en el siguiente capítulo (Capítulo 4, Resultados y Discusión).

## Capítulo 4. Resultados y Discusión

### 4.1 Resultados y discusiones

En este capítulo se exponen y se discuten los resultados del trabajo, comenzando con los resultados de la evolución de los FWHM del polvo de Ni con el tiempo de recocido para la elaboración de la muestra estándar durante su etapa de preparación, posteriormente se muestran las gráficas de los resultados de las mediciones del estándar para el cálculo de los coeficientes de corrección de las funciones instrumentales (desplazamiento en  $2\theta$ , FWHM y Eta). Los resultados que se encontrarán después son las FPG del 48%Fe-52%Ni (Fe-50%Ni) de intensidad, FWHM, Eta, tamaño de cristalito, desplazamiento de los picos  $\Delta d/d$  (estos valores estarán multiplicados por  $10^4$  lo que se denotará por el símbolo %%), microdeformaciones y energía almacenada para las reflexiones (111), (200) y (220) del Fe-50%Ni. También se muestran las SEDF para los principales cortes de  $\varphi_2$  de los materiales FCC ( $\varphi_2 = 0^\circ, 45^\circ$  y  $60^\circ$ ). Las mediciones en esta muestra se realizaron en la superficie de la muestra.

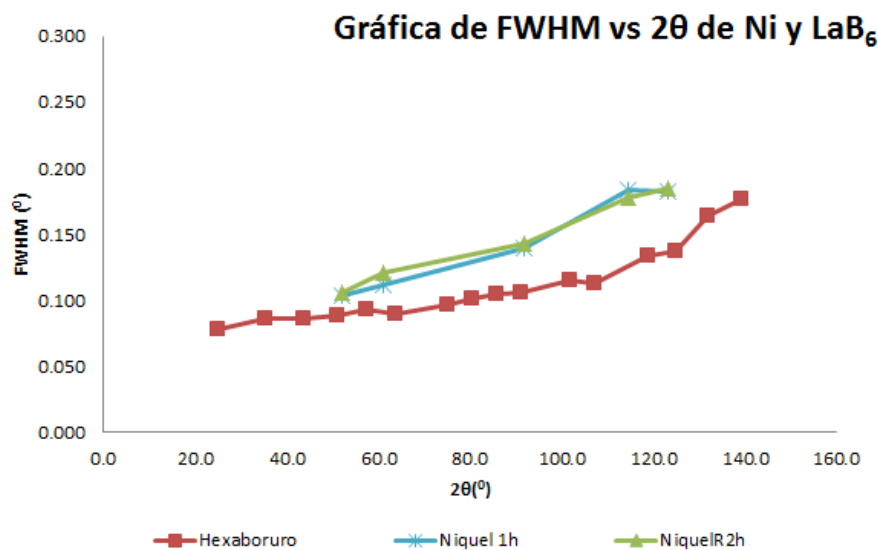
### 4.2 Estándar de Ni

Como explicamos anteriormente, el polvo de Ni de tamaño de partícula fino fue sometido a diferentes tratamientos isotérmicos con el fin de eliminar microdeformaciones y que el tamaño de cristalito creciera lo suficiente para no influir en los picos de difracción y así poder determinar las funciones instrumentales

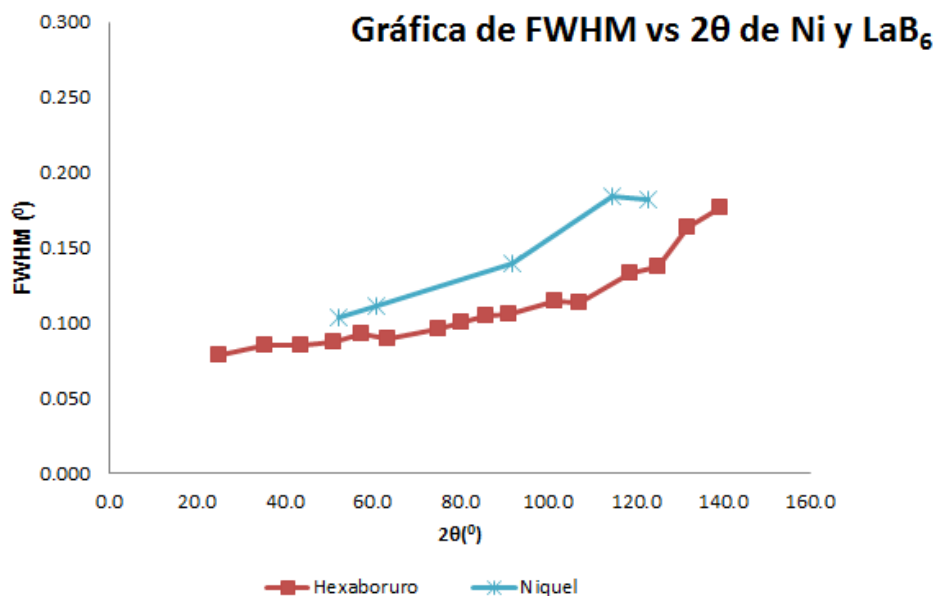
#### 4.2.1 Gráficas de FWHM vs $2\theta$ del estándar de Ni después de cada recocido

En las Figuras 4.1a y 4.1b se muestran las gráficas de los FWHM vs  $2\theta$  de los FWHM de los picos del Ni en polvo comparados con los FWHM instrumental del estándar SRM 660a (LaB<sub>6</sub>) medidos en un difractómetro GBC con radiación CoK $\alpha$  ( $\lambda = 1.78892$ ). En estas gráficas se observa que después del tercer recocido los valores FWHM no han variado significativamente respecto de los valores de FWHM del primer recocido, por lo que se consideró que ya no era práctico recocerlo más y que utilizaríamos este polvo para la confección del estándar para realizar las correcciones instrumentales para este

trabajo (teniendo como criterio que el difractómetro con goniómetro de textura tiene una óptica de menor calidad que el difractómetro GBC).



**Figura 4.1a.** Gráfica de los FWHM del polvo de Ni recocido una hora, Ni recocido 2.5 horas y  $\text{LaB}_6$



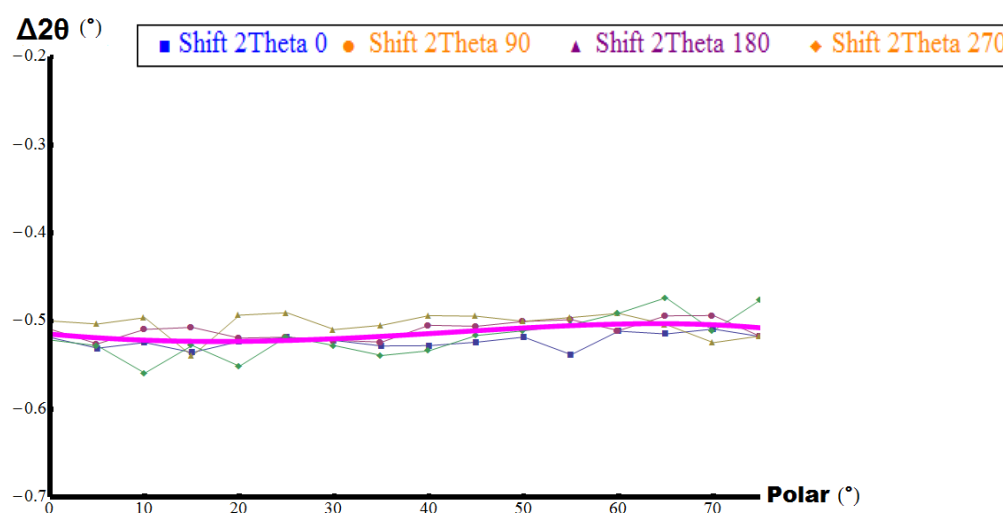
**Figura 4.1b.** Gráfica de los FWHM del polvo de Ni recocido 4.5 horas y  $\text{LaB}_6$

### 4.2.2 Funciones de corrección instrumental a partir del estándar de Ni

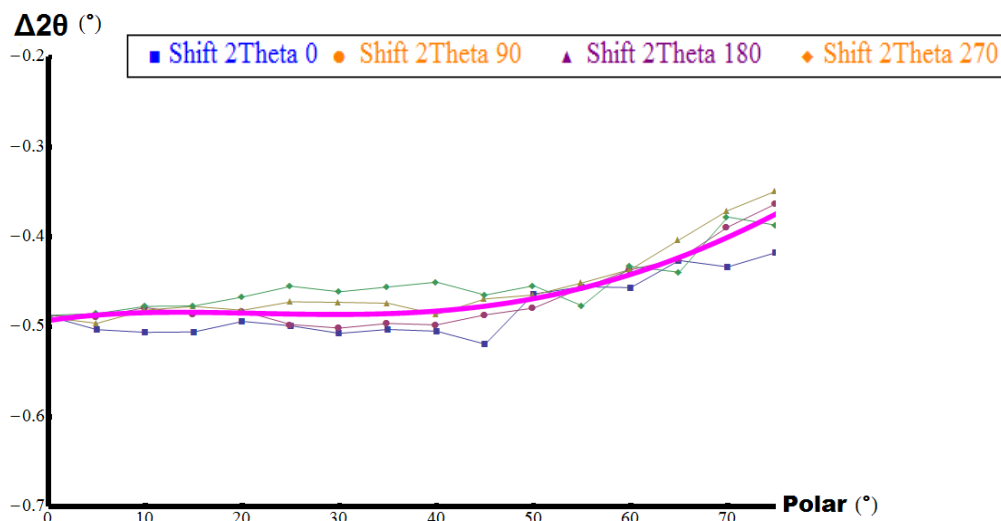
En la Figuras 4.2 a 4.4 se muestran los resultados que se obtuvieron de las mediciones del estándar de Ni, son de  $\Delta 2\theta$  vs. ángulo polar (diferencia de la posición del pico medido en relación con la posición del pico teórico), en la Figura 4.4 se muestran las gráficas de FWHM vs. ángulo polar y en la Figura 4.5 las gráficas de Eta vs. ángulo polar.

En la Figura 4.2a y 4.2b se observan los valores de  $\Delta 2\theta$  de los picos (111) y (220) respectivamente, y puede observarse que las tendencias de los datos varían de forma diferente para cada pico, la variación de los datos es menor para el pico (111) que para el pico (220), además se observa que para el pico (220) la variación aumenta después del ángulo polar  $50^\circ$ . Lo que es de esperar en estos tipos de mediciones cuando no existe un ajuste perfecto entre los diferentes ejes de los goniómetros.

Las gráficas obtenidas entre los valores de  $\Delta 2\theta$  vs ángulo polar se ajustaron a un polinomio, ecuación 1.6 del Capítulo 1, mediante el programa Calculos-coef-correccion-FPG-p.nb, la gráfica de los polinomios obtenidos se muestran en la Figura 4.3, donde se observan el polinomio para la corrección del corrimiento de los picos (111) y (220), estos polinomios se utilizan en la corrección instrumental de los datos de posición de las reflexiones del Fe-50%Ni deformado.



**Figura 4.2. a)** Gráficas de los corrimientos  $\Delta 2\theta$  y Función instrumental (línea magenta) para  $\Delta 2\theta$  en función de la posición polar para el pico (111) del Ni.

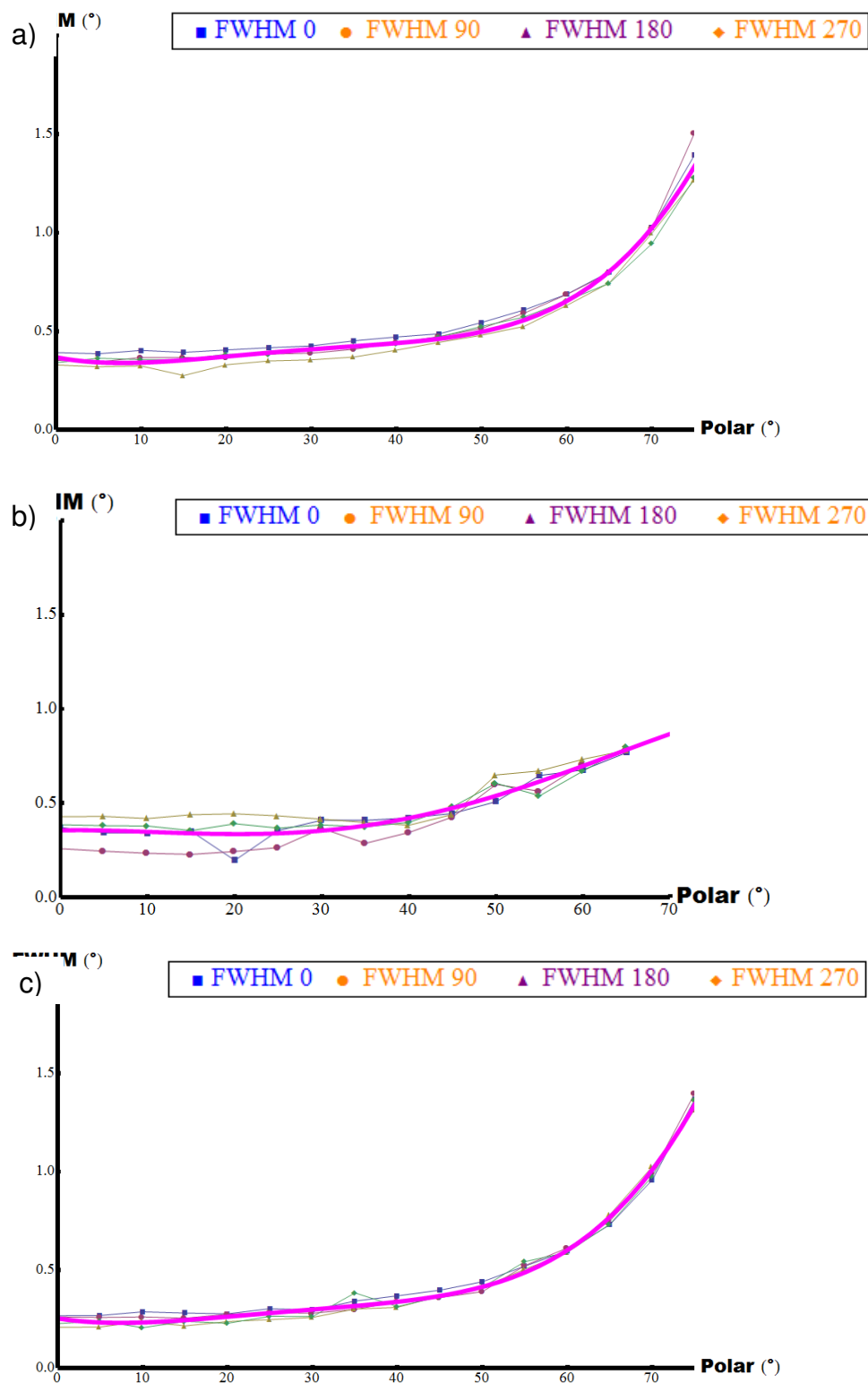


**Figura 4.2. b)** Gráficas de los corrimientos  $\Delta 2\theta$  y Función instrumental (línea magenta) para  $\Delta 2\theta$  en función de la posición polar para el pico (220) del Ni.

En la Figura 4.3 se muestran las gráficas de los FWHM en función con el ángulo polar, en estas gráficas se puede observar que las gráficas (111), (200) y (220) tienen la misma tendencia. En este caso el gráfico de (200), Figura 4.3b, existe una diferencia con respecto a los valores observados en los otros dos picos. Esto es, en los tres gráficos se observa que los valores por debajo de los  $50^\circ$  polar se mantienen por debajo de  $0.5^\circ$ , pero después, estos valores van incrementando de  $0.5^\circ$  hasta  $1.5^\circ$  grados para el caso de los picos (111) y (220) y a  $1^\circ$  grado para el caso del pico (200).

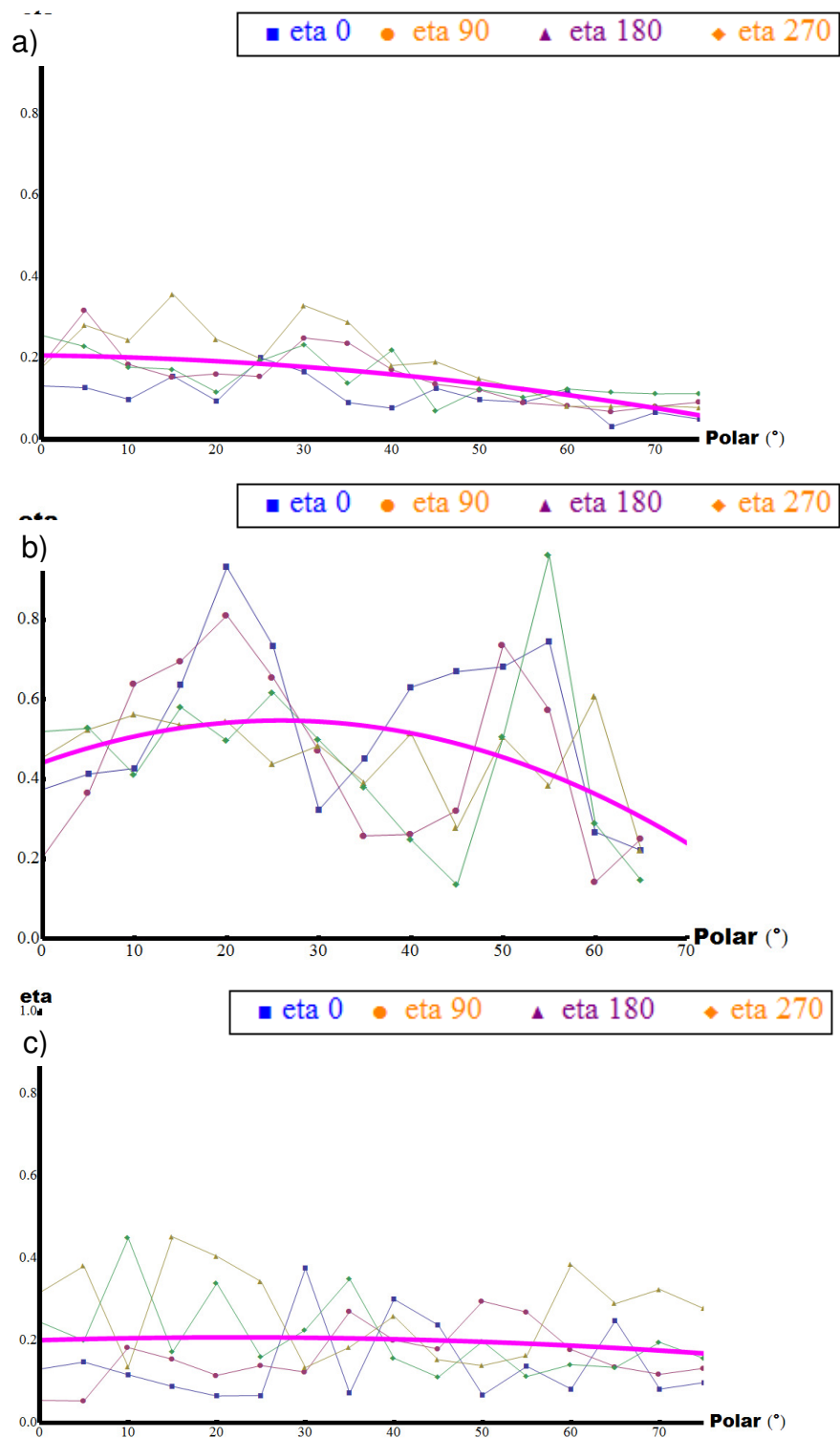
En la Figura 4.4 se observan los valores de Eta ( $\eta$ ) en función del ángulo polar, para el caso de eta no se observa una tendencia clara en los datos. Para los picos (111) y (220) los valores se mantienen entre 0 y 0.4 y para el caso del pico (200) varían de 0.5 hasta 0.75. Sin embargo, es muy clara la gran dispersión que presentan los valores. El mejoramiento de estos valores está muy ligado a la óptica y a la estadística de medición, en nuestro caso, dadas las características de nuestro equipo, se hace imposible mejorar los resultados.

En las Figuras 4.3 y 4.4 también se muestra el polinomio de ajuste (ecuaciones 1.7 y 1.8, respectivamente, del Capítulo 1, programa Calculos-coef-correccion-FPG-p.nb), utilizados para la correcciones instrumentales respectivas.



**Figura 4.3.** Funciones instrumentales (línea magenta) de los FWHM en función de la posición polar para los picos a) (111), b) (200) y c) (220) del estándar de Ni.





**Figura 4.4.** Funciones instrumentales (línea —) de los Eta ( $\eta$ ) en función de la posición polar para los picos a) (111), b) (200) y c) (220) del estándar de Ni.

### 4.3 Figuras de Polos Generalizadas del 48%Fe-52%Ni (Fe-50%Ni)

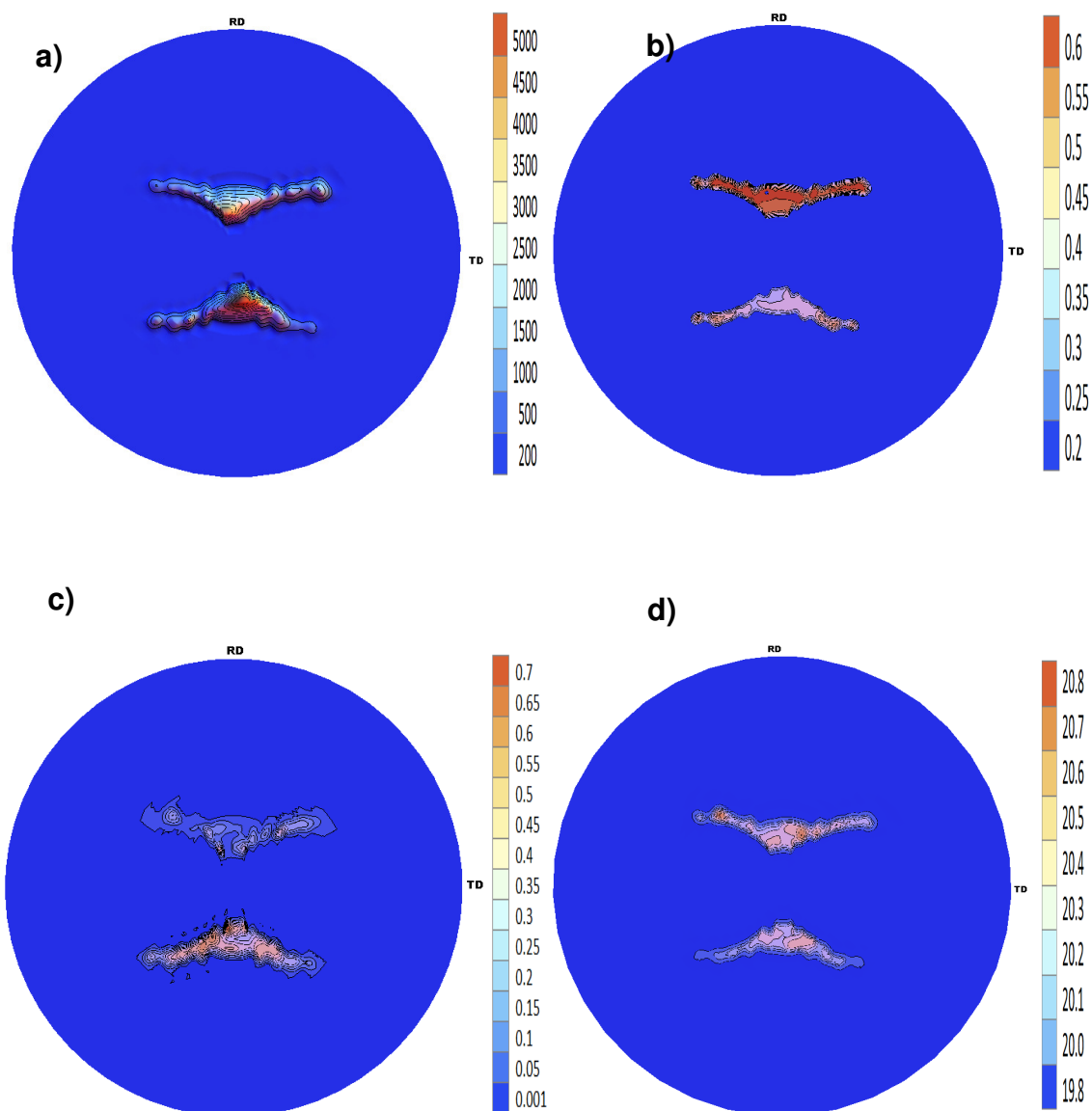
En esta sección se muestran todas las diferentes FPG ya corregidas de los efectos instrumentales obtenidas en este trabajo, las cuales corresponden a las FPG de intensidades, FWHM, Eta, posición, tamaño de cristalito, corrimiento del pico, microdeformaciones y energía almacenada. Las primeras cuatro son obtenidas a partir de los resultados obtenidos del programa WinPLOTR y los cuatro restantes se obtienen mediante las ecuaciones 1.9, 1.13, 1.14 y 1.15 y los resultados obtenidos de las primeras cuatro FPG.

En las secciones 4.3.1, 4.3.2 y 4.3.3 se muestran las FPG para las reflexiones del Fe-50%Ni y en la sección 4.3.4 se hace la discusión más detallada de las FPG con las FPG de Tamaño de Cristalito y Energía Almacenada de las tres reflexiones.

En la sección 4.4 se muestran los principales cortes de  $\varphi_2 = 0^\circ$ ,  $\varphi_2 = 45^\circ$  y  $\varphi_2 = 60^\circ$  de la SEDF del Fe-50%Ni, así como una discusión de las mismas

#### 4.3.1 Figura de Polos Generalizada del pico (111) de una aleación Fe-50%Ni

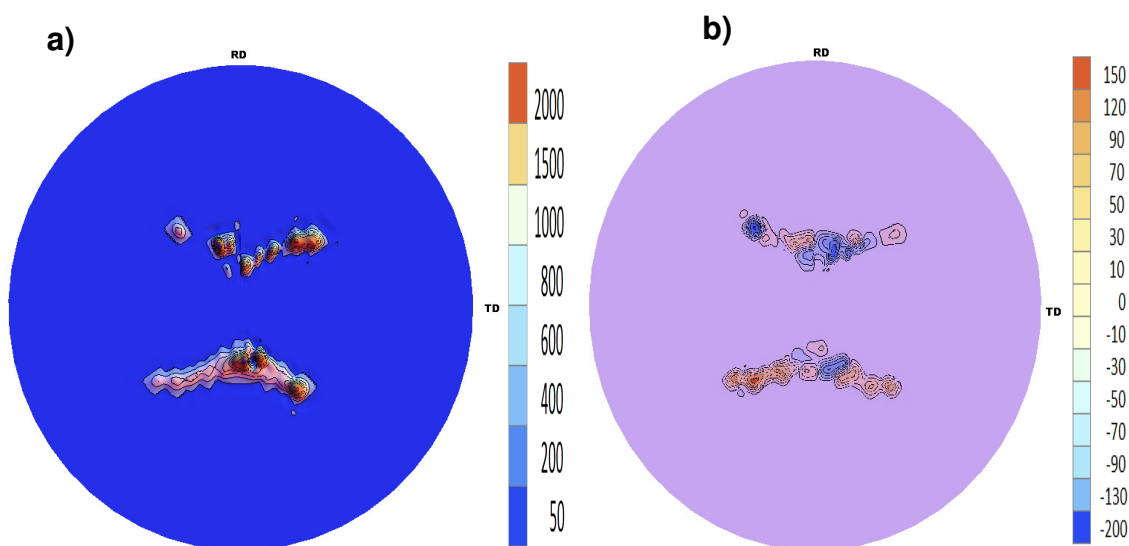
La Figura 4.8 muestra las FPG de a) Intensidades, b) FWHM, c) Eta y d) Posiciones del pico (111) del Fe-50%Ni, donde se observan las distribuciones de estos parámetros sobre los ángulos polares y azimutales. Las intensidades de los picos varían de 200 a 5000 cuentas, los FWHM están en un intervalo de 0.2 a 0.6 grados, los valores de eta están entre 0 y 0.7 y las posiciones de los picos varían desde posiciones de 19.8 hasta 21 grados, la posición teórica es de 20.07 grados ( $2\theta$ ).



**Figura 4.5.** Figura de Polos Generalizada del pico (111) del Fe-50%Ni:  
**a)** Intensidades (isolíneas 5000, 4500, 4000, 3500, 3000, 2500, 2000, 1500, 1000, 500, 200 cuentas) y **b)** FWHM (isolíneas 0.6, 0.55, 0.5, 0.45, 0.4, 0.35, 0.3, 0.25, 0.2 $^{\circ}$ )  
**c)** Eta (Isolíneas 0.7, 0.65, 0.6, 0.55, 0.5, 0.45, 0.4, 0.35, 0.3, 0.25, 0.2, 0.15, 0.1, 0.05, 0.001) y **d)** Posiciones  $2\theta$  (Isolíneas 20.8, 20.7, 20.6, 20.5, 20.4, 20.3, 20.2, 20.1, 20.0, 19.8 $^{\circ}$ ).

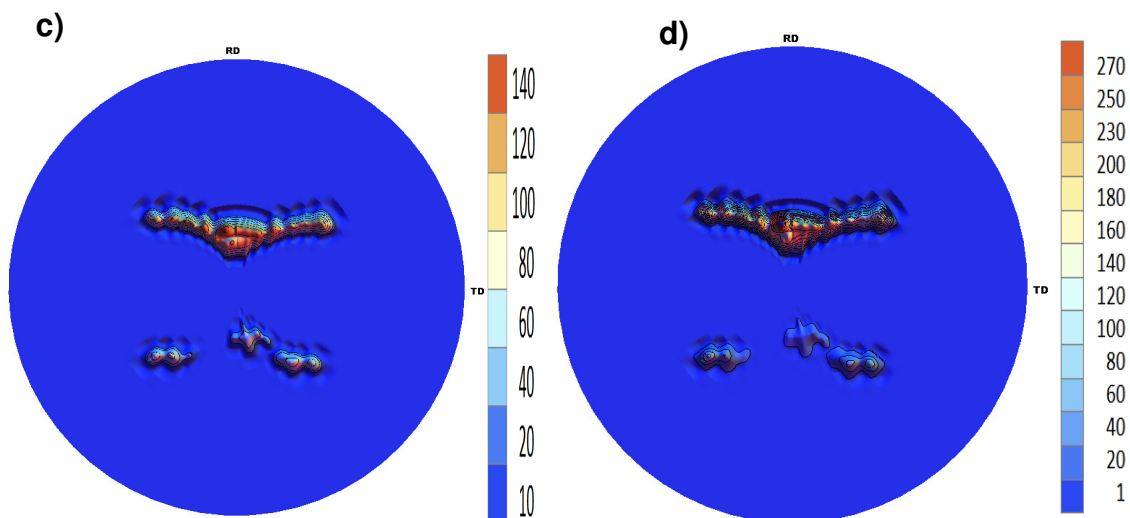
En la Figura 4.9 se muestran las FPG de Tamaño de Cristalito (Angstrom, Å), corrimiento de las posiciones de los picos  $\Delta d/d$  (%%), microtensiones y Energía almacenada (J/mol). En esta Figura se observa que el intervalo del tamaño de cristalito es desde 50 hasta 2000 (Å), los datos de desplazamiento están en un intervalo de -200 a 150 %% con respecto a la posición teórica del pico, para una mejor visualización de los valores negativos y positivos del desplazamientos de las posiciones de los picos pueden observarse la Figura A3-16 del Anexo 3, donde también pueden observarse todas las FPG del pico (111) en 3D. Las microtensiones varían de 10 a 140 %% y la energía almacenada de 1 a 270 J/mol.

La distribución del tamaño de cristalito es diferente entre la parte superior y la parte inferior de la FPG. Se puede observar que hay mayores valores del tamaño de cristalito que en la parte inferior que en la parte superior de la FPG.



**Figura 4.6.** Figura de Polos Generalizada del pico (111) del Fe-50%Ni:

- a)** Tamaño de Cristalito (Isolíneas 2000, 1500, 1000, 800, 600, 400, 200, 5)[Å] y
- b)** desplazamiento del pico  $\Delta d/d$  %% (Isolíneas 150, 120, 90, 70, 50, 30, 10, 0, -10, -30, -50, -70, -90, -130, -200 %%)

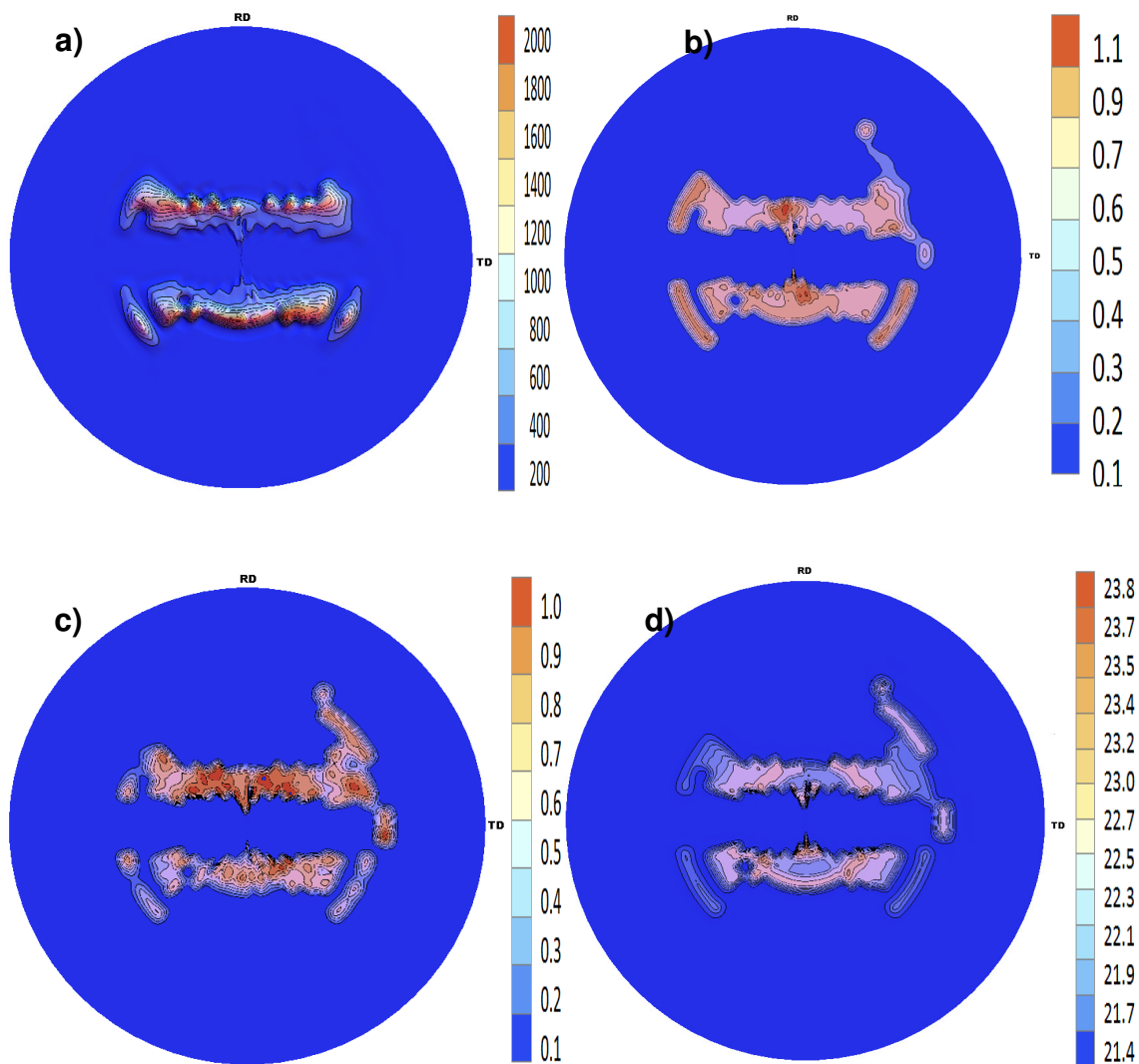


**Figura 4.6.** Figura de Polos Generalizada del pico (111) del Fe-50%Ni:

**c)** Microtensiones [%%] (Isolíneas 140, 120, 100, 80, 60, 40, 20, 10)  
**y d)** Energía Almacenada (Isolíneas 270, 250, 230, 200, 180, 160, 140, 120, 100, 80, 60, 40, 20, 1 [J/mol]).

#### 4.3.2 Figura de Polos Generalizada del pico (200) de una aleación Fe-50%Ni

La Figura 4.10 muestra las FPG de a) Intensidades, b) FWHM, c) Eta y d) Posiciones del pico (200) del Fe-50%Ni, en estas figuras se puede observar que la distribución de las intensidades, FWHM y Eta son más simétrica en toda la FPG que en el caso del pico (111). Las posiciones varían en un intervalo de 21.4 a 23.8 grados ( $2\theta$ ), la posición teórica es de  $23.214^0$  y se observa que hay una distribución casi simétrica entre el hemisferio superior e inferior, Figura 4.10d.



**Figura 4.7.** Figura de Polos Generalizada del pico (200) del Fe-50%Ni:

**a)** Intensidades (Isolíneas 2000, 1800, 1600, 1400, 1200, 1000, 800, 600, 400, 200 cuentas),

**b)** FWHM (Isolíneas 1.1, 0.9, 0.7, 0.6, 0.5, 0.4, 0.3, 0.2, 0.1  $^{\circ}$ ),

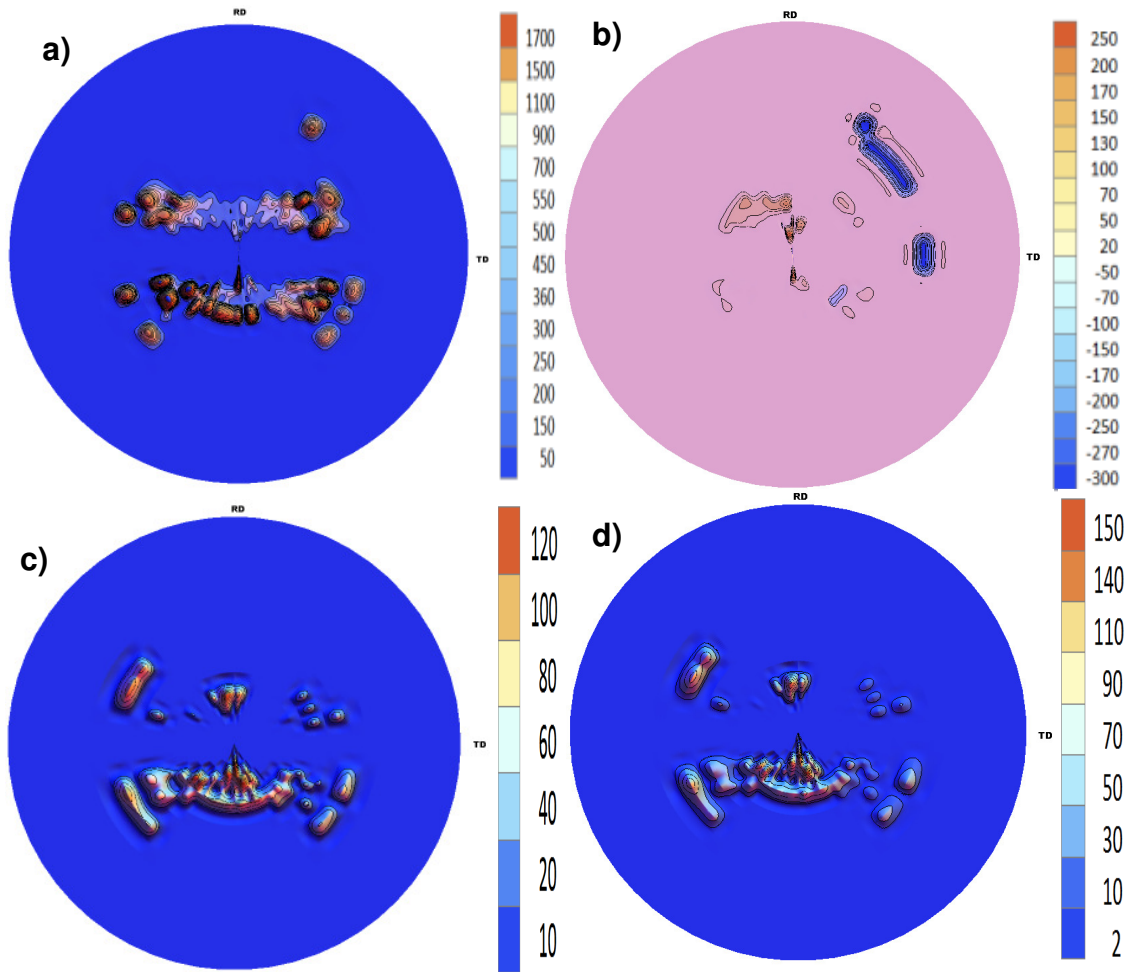
**c)** Eta (Isolíneas 1.0, 0.9, 0.8, 0.7, 0.6, 0.5, 0.4, 0.3, 0.2, 0.1) y

**d)** Posiciones (23.8, 23.7, 23.5, 23.4, 23.2, 23.0, 22.7, 22.5, 22.3, 22.1, 21.9, 21.7, 21.4  $^{\circ}$ ).

Las FPG de Tamaño de Cristalito, desplazamiento  $\Delta d/d$  (%), Microdeformaciones (%) y Energía Almacenada (J/mol) del Pico (220) del Fe-50%Ni se muestran en la Figura 4.11, en la Figura 4.11a se muestra que los tamaños de cristalito están entre 50 y

1700 Å, en la parte superior de la FPG hay más zonas con menor tamaño de cristalito, mientras en la zona inferior hay más zonas con mayor tamaño de cristalito, lo que concuerda con los resultados obtenidos para la FPG de tamaño de cristalito (111).

Para el caso del desplazamiento de los picos, Figura 4.11b, varían de -300 a 250 (%), siendo los desplazamientos negativos los de mayor presencia en zonas con valor de ángulo polar altos.



**Figura 4.8.** Figura de Polos Generalizada del pico (200) del Fe-50%Ni:

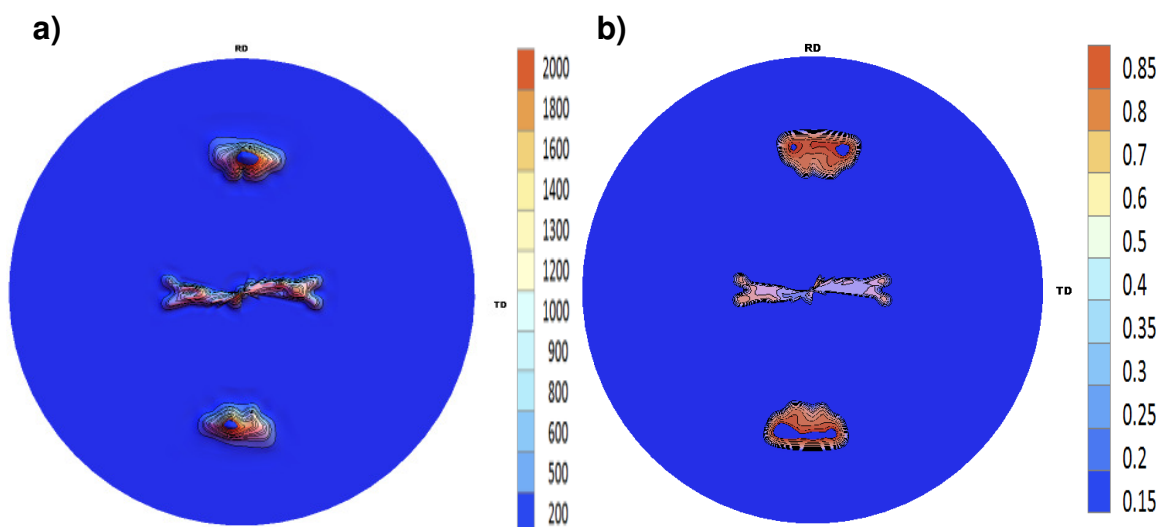
- a)** Tamaño de Cristalito (Isolíneas 1700, 1500, 1100, 900, 700, 550, 500, 450, 360, 300, 250, 200, 150, 50 [Å]), **b)** desplazamiento  $\Delta d/d$  %% (Isolíneas 250, 200, 170, 150, 130, 100, 70, 50, 20, -50, -70, -100, -150, -170, -200, -250, -270, -300 %%), **c)** Microtensiones (120, 100, 80, 60, 40, 20, 10 %% ) y **d)** Energía Almacenada (Isolíneas 150, 140, 110, 90, 70, 50, 30, 10, 2 [J/mol])

Los desplazamientos negativos y positivos pueden visualizarse mejor en la Figura A3-17 del Anexo 3.

### 4.3.3 Figura de Polos Generalizada del pico (220) de una aleación Fe-50%Ni

Para el caso del pico (220) se observa que la distribución de las intensidades, Figura 4.12a, se encuentran entre valores de 200 y 2000 cuentas, y éstas están distribuidas de forma más simétrica que en el caso de los picos (111) y (220) entre la parte superior e inferior de la FPG. En el caso de la distribución de FWHM y Eta en el pico (220), Figura 4.12 b y c, respectivamente, se observa una distribución casi simétrica de los valores entre la parte superior e inferior de la FPG.

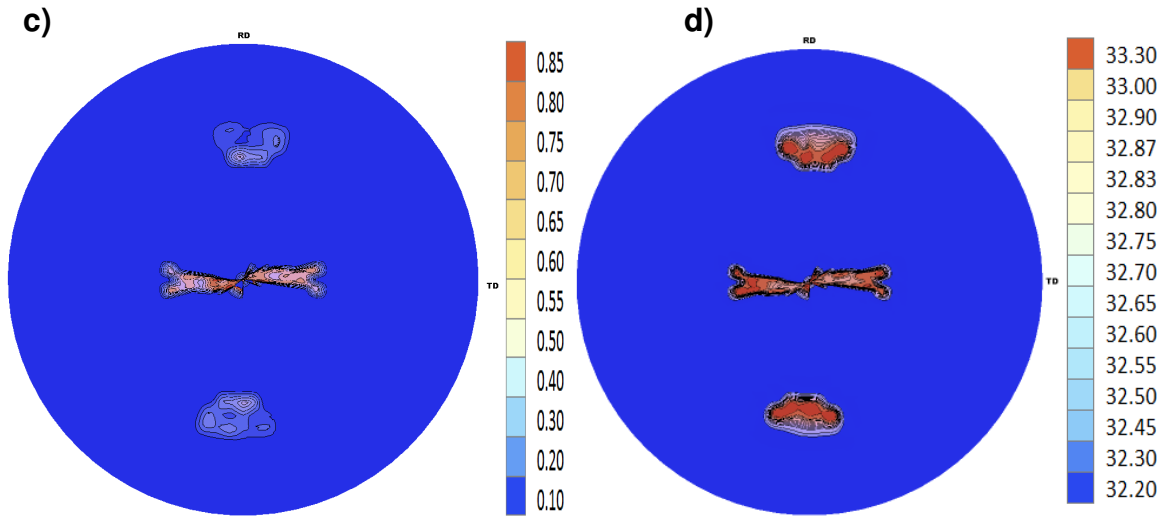
Los valores de las posiciones se encuentran en un intervalo de  $32.20^0$  a  $33.30^0$  en  $2\theta$ .



**Figura 4.9.** Figura de Polos Generalizada del pico (220) del Fe-50%Ni:

- a) Intensidades (Isolíneas 2000, 1800, 1600, 1400, 1300, 1200, 1000, 900, 800, 600, 500, 200 cuentas),
- b) FWHM (Isolíneas 0.85, 0.8, 0.7, 0.6, 0.5, 0.4, 0.35, 0.3, 0.25, 0.2, 0.15 [ $^0$ ])

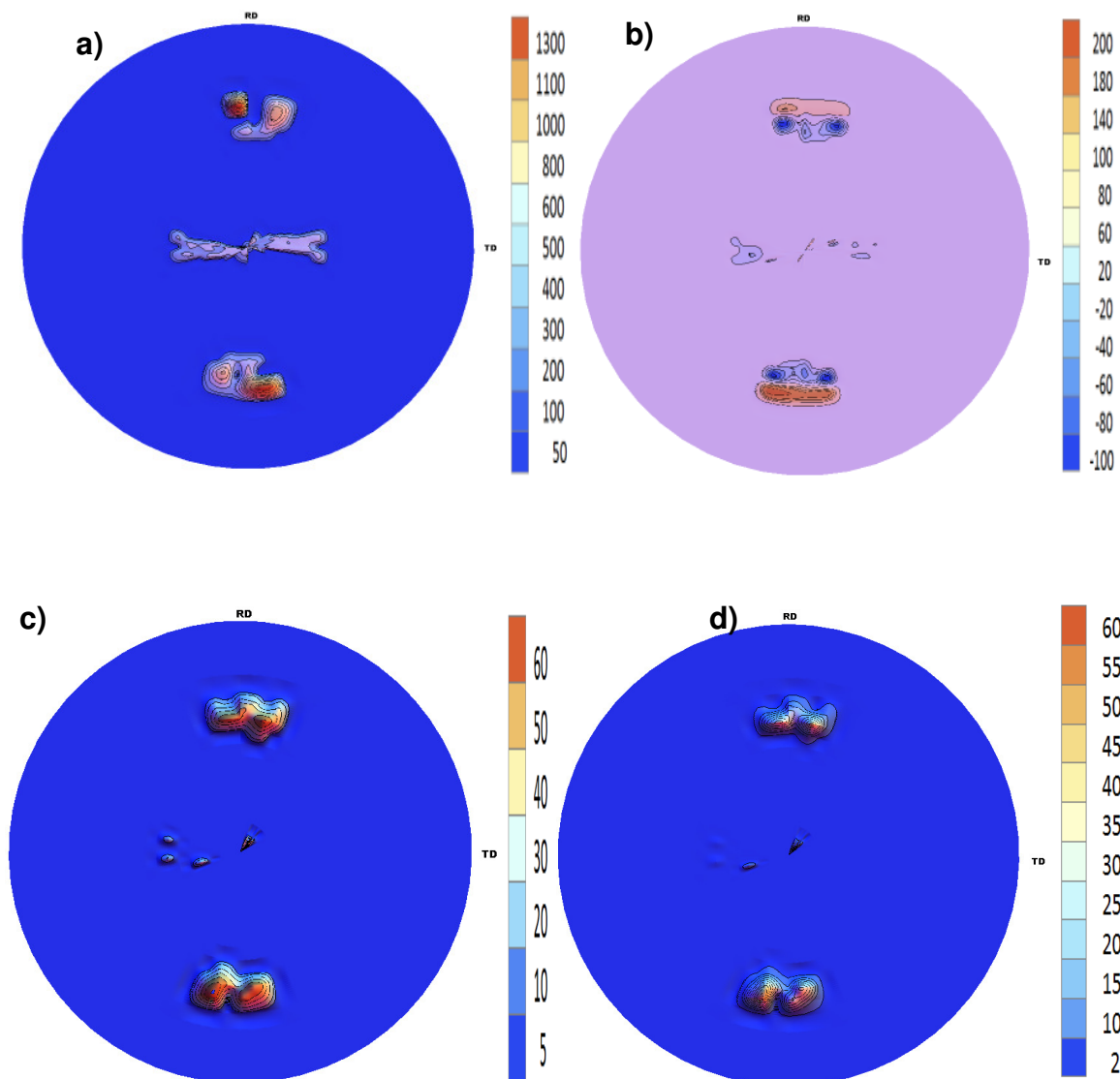




**Figura 4.9.** Figura de Polos Generalizada del pico (220) del Fe-50%Ni:

- c)** Eta (Isolíneas 0.85, 0.80, 0.75, 0.70, 0.65, 0.60, 0.55, 0.50, 0.40, 0.30, 0.20, 0.10) y  
**d)** Posiciones (Isolíneas 33.30, 33.00, 32.90, 32.87, 32.83, 32.80, 32.75, 32.70, 32.65, 32.60, 32.55, 32.50, 32.45, 32.30, 32.20 [ $^{\circ}$ ]).

En la Figura 4.13 se muestran las FPG de a) Tamaño de Cristalito, b) desplazamiento del pico, c) Microdeformaciones y d) Energía Almacenada. El tamaño de Cristalito, Figura 4.13a, se encuentran en un intervalo de 50 a 1300 [ $\text{\AA}$ ] y se distribuye de forma casi simétrica entre la parte superior y en la parte inferior de la FPG. El caso del desplazamiento de los picos, Figura 1.13b, el intervalo de valores está entre -100 y 200 (%%), la FPG en 3D se estos desplazamientos se encuentra en la Figura A.3-18, para una mejor visualización de estos valores. Las microtensiones y la energía almacenada están en un intervalo de 5 a 60 (%%), y 2 a 60 J/mol, respectivamente.



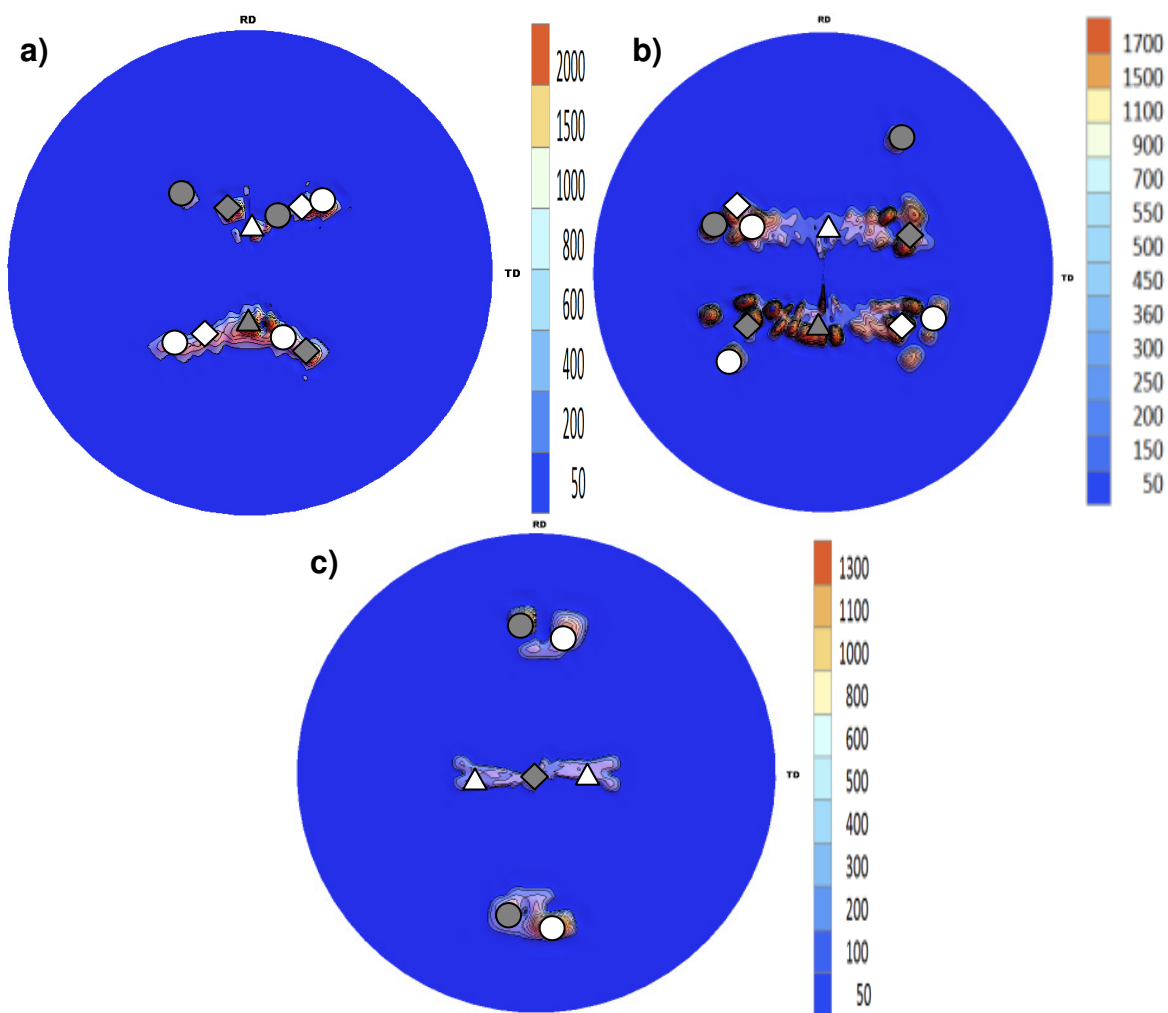
**Figura 4.10.** Figura de Polos Generalizada del pico (220) del Fe-50%Ni:

- a) Tamaño de Cristalito (1300, 1100, 1000, 800, 600, 500, 400, 300, 200, 100, 50[Å]),
- b) desplazamiento  $\Delta d/d$  %% (Isolíneas 200, 180, 140, 100, 80, 60, 20, -20, -40, -60, -80, -100 %%),
- c) Microtensiones %% (Isolíneas 60, 50, 40, 30, 20, 10, 5 %%)
- y d) Energía Almacenada (Isolíneas 60, 55, 50, 45, 40, 35, 30, 25, 20, 15, 10, 2 [J/mol])

En todas las FPG de Fe-50%Ni puede observarse que no hay una simetría entre la parte superior e inferior de las FPG, variando la distribución de los parámetros descritos en cada FPG.







#### 4.3.4 FPG de Tamaño de Cristalito y Energía Almacenada de una aleación Fe-50%Ni

En la Figura 4.14 se muestra las FPG de Tamaño de Cristalito (TC) para las tres reflexiones del Fe-50%Ni, en esta Figura se han marcado los principales componentes de textura en las 3 reflexiones. En la Tabla 4.1 se muestra la simbología utilizada para identificar los componentes de textura en las FPG de TC y EA, Figura 4.14 y Figura 4.15, respectivamente.



**Figura 4.11.** Figura de Polos Generalizada de Tamaño de Cristalito del Fe-50%Ni para las reflexiones (111), (200) y (220) [Å]

**Tabla 4.1.** Simbología de los componentes de Textura del Fe-50%Ni

Símbolo	Componente de Textura
	Brass1 {011}<-2-11>
	Brass2 {011}<2-11>
	Cobre1 {112}<11-1>
	Cobre2 {112}<-1-11>
	S1{213}<36-4>
	S3{213}<-3-64>

Las FPG de TC muestran que para la reflexión (111) las zonas con tamaños de 2000 Å corresponden al componente de Cobre1, Cobre2 y Brass1. Los componentes Brass2 y S1 tienen un menor tamaño.

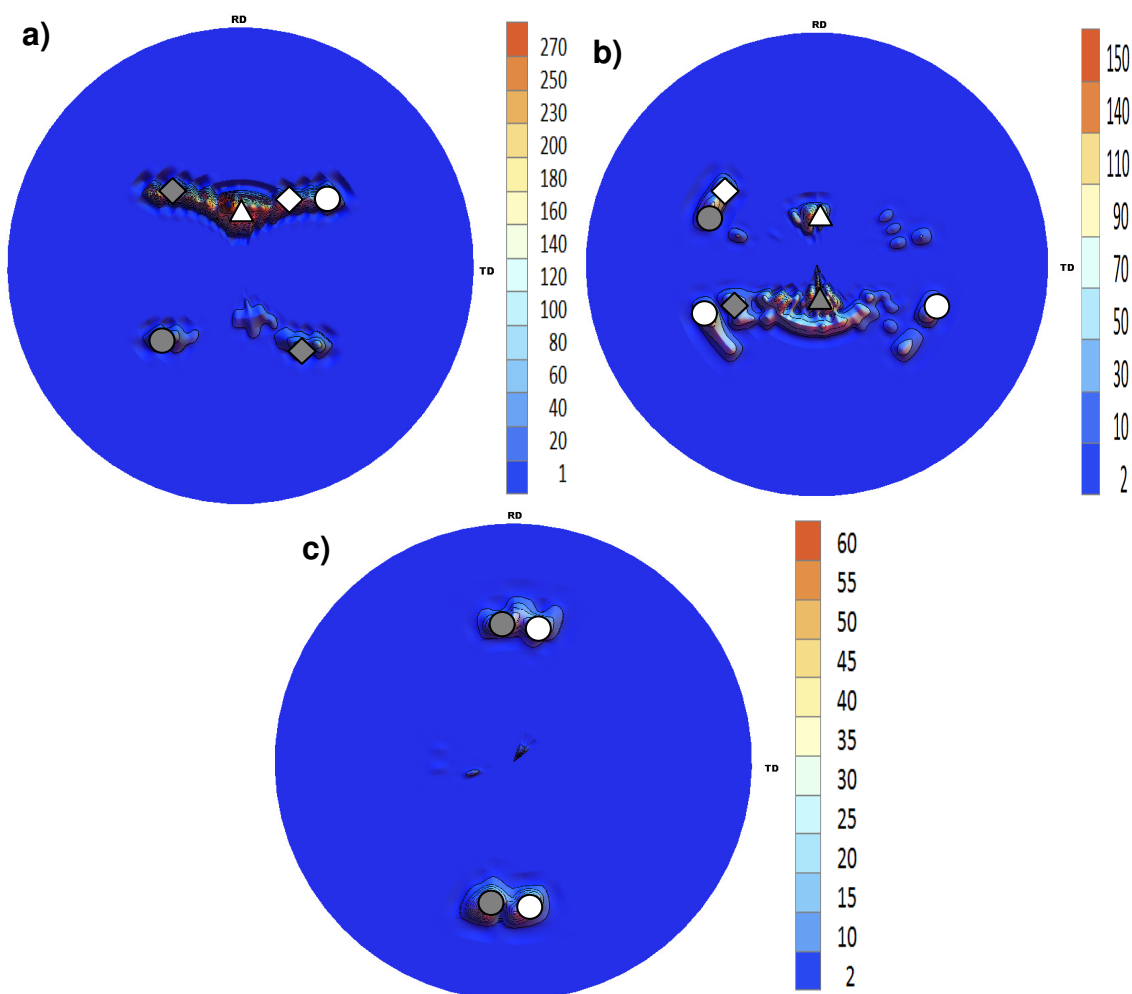
En el caso de la reflexión (200), los componentes Cobre2, Brass1, Brass2, S1 y S3 tienen un tamaño de cristalito cercano a 1700 Å, mientras que el Cobre1 tiene el menor tamaño de cristalito, que es una zona con tamaños de 150 Å.

Para la reflexión (211) los componentes con mayor tamaño son de 1300 Å y corresponden a los componentes de S1 y S3.

En el caso de la Energía Almacenada, EA, se observa que la distribución para los distintos componentes en cada reflexión es de la siguiente manera, para el caso de la reflexión (111), el componente con mayor EA es el tipo Cobre2, que corresponde a zonas con EA de 270 J/mol. Los otros componentes presentes corresponden a zonas con menor EA (140 y 200), que son el caso de Brass1 y Brass2 y los de menor energía (50-140) son los componentes S1 y S3.

Para el caso de la reflexión (200) las zonas con mayor EA (140-150) corresponden a los componentes tipo Cobre1, Cobre2 y S1. Los componentes Brass1, Brass2 y S3 son zonas con menor EA (30-110 J/mol)

En la reflexión (211) sólo están presentes los componentes S1 y S3 (E.A de 50-60 J/mol).



**Figura 4.12.** Figura de Polos Generalizada de Energía Almacenada del Fe-50%Ni para las reflexiones (111), (200) y (220)

En las Figuras anteriores (4.14 y 4.15) se muestra que los componentes de Textura presentes en las FPG de TC y EA, respectivamente, no todos los valores correspondientes a los polos de las componentes aparecen o tienen igual magnitud. Por ejemplo, en el caso de los valores de los polos de la componente de Cobre2,  $\triangle$ , en donde sólo aparece un polo en las reflexiones (111) y (200) y dos en (211) de diferente magnitud, el polo de la parte superior es de mayor magnitud que el polo la parte inferior.

Por lo anterior, se encuentra que la simetría de las FPG de TC y EA del material no es ortorrómbica, si no que presentan una simetría triclinica, aunque este resultado se tiene que corroborar con más experimentos, debido a que la asimetría en las FPG es un resultado no sólo de la asimetría de muestra, sino también la cristalinidad.

El aumento en la calidad de las mediciones implicaría una mejor estadística (error estadístico) y una mejor corrección instrumental para esta última se necesita una óptica de mejor resolución en función del ángulo polar (haces paralelos), de un mejor ajuste del equipo (alineación) y de un estándar con mejores características

#### 4.4 Función de Distribución de Energía Almacenada (SEDF) del Fe-50%Ni

Los principales cortes en  $\phi_2$  de las SEDF's para un acero son a  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  y  $60^\circ$  grados donde están presentes las componentes de textura fundamentales, y éstos cortes pueden observarse en las Figura 4.16a, 4.16b y 4.16c para el Fe-50%Ni, . Las SEDF se muestran con su respectivas ODF, en ellas pueden observarse que las componentes de textura presentes son las de Cobre (Cobre1  $\{112\}\langle 11-1 \rangle$  y Cobre2  $\{112\}\langle -1-11 \rangle$ ), Laton (Brass1  $\{011\}\langle -2-11 \rangle$  y Brass2  $\{011\}\langle 2-11 \rangle$ ), y Aluminio, S1 $\{213\}\langle 36-4 \rangle$  y S3 $\{213\}\langle -3-64 \rangle$ , todos los cortes de las ODF y las SEDF del Fe-50%Ni pueden observarse en el Anexo 4.

Los resultados obtenidos sólo pueden compararse en forma relativa con resultados encontrados en la literatura, debido a las siguientes circunstancias:

1. Las mediciones se realizaron en un equipo de baja resolución,
2. El no tener un estándar de mejores características,

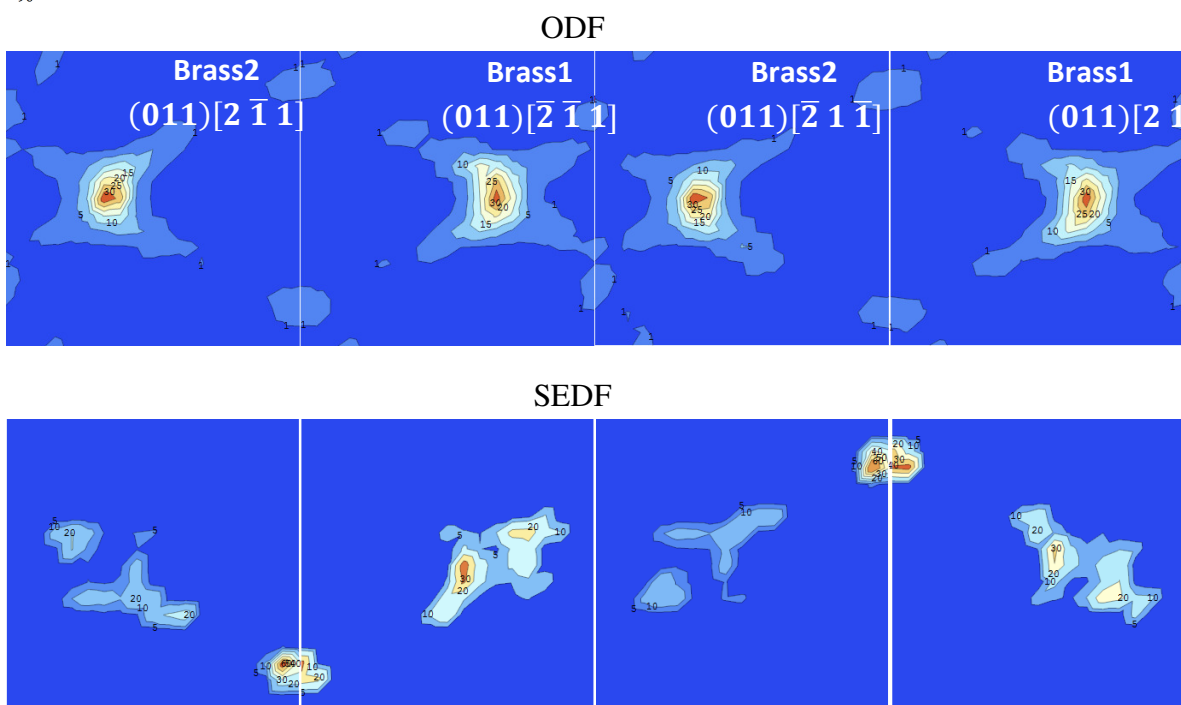
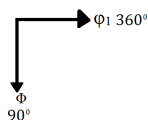
3. Las zonas donde fueron realizadas las mediciones de la muestra de Fe-50%Ni,
4. La elección de las ecuaciones para el cálculo del Módulo de Young y la razón de Poisson,
5. Elección de las constantes de elasticidad (Compliance),
6. El llenado de las zonas donde no es posible estimar el pico de difracción,
7. El cálculo del coeficiente de normalización utilizada para la solución de la ecuación de textura en términos de energía almacenada.

Los valores de energía almacenada para cada uno de los componentes de textura se muestran en la Tabla 4.2., en esta tabla se puede observar que las componentes con mayor energía es el componente de Cobre1, seguido de la componente de S1.

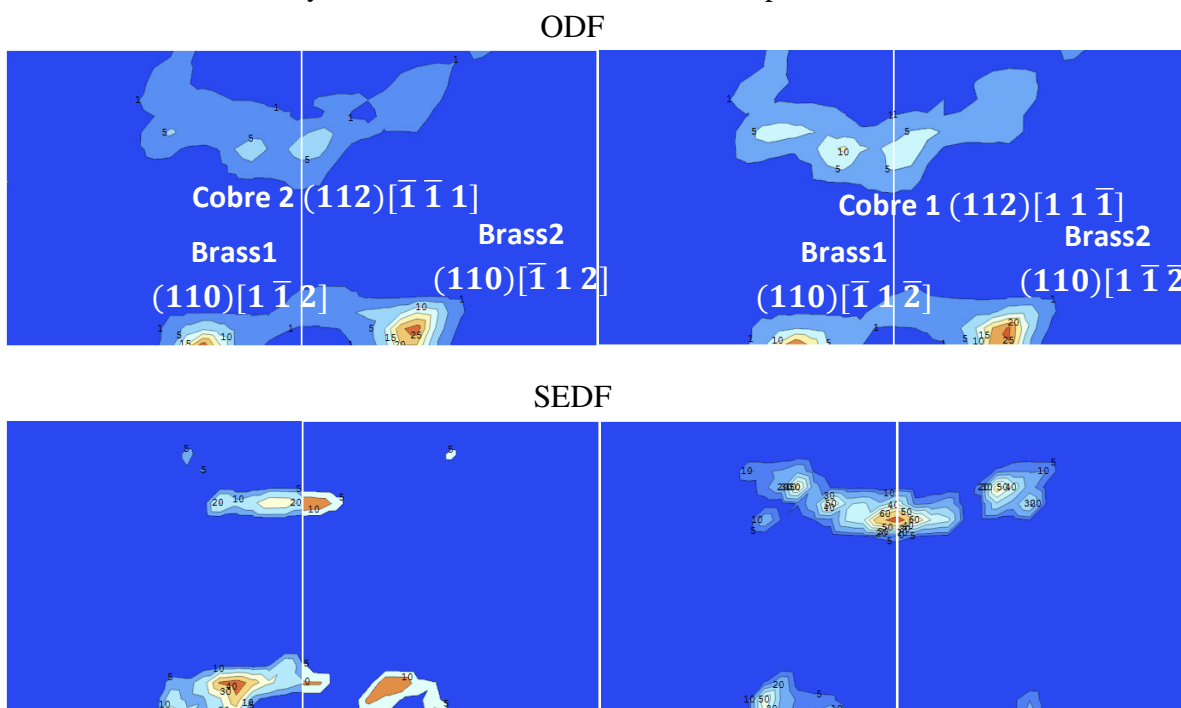
**Tabla 4.2.** Valores de energía almacenada para los componentes de textura del Fe-50%Ni.

Componente de Textura	Energía Almacenada [J/mol]
Brass1 {011}<-2-11>	37
Brass2 {011}<2-11>	13
Cobre1 {112}<11-1>	80
Cobre2 {112}<-1-11>	15
S1{213}<36-4>	60
S3{213}<-3-64>	10

Los valores de EA mostradas en la Tabla 4.2 tienen la misma relación entre los componentes que los valores encontrados en la literatura (Ver sección 1.4.3).

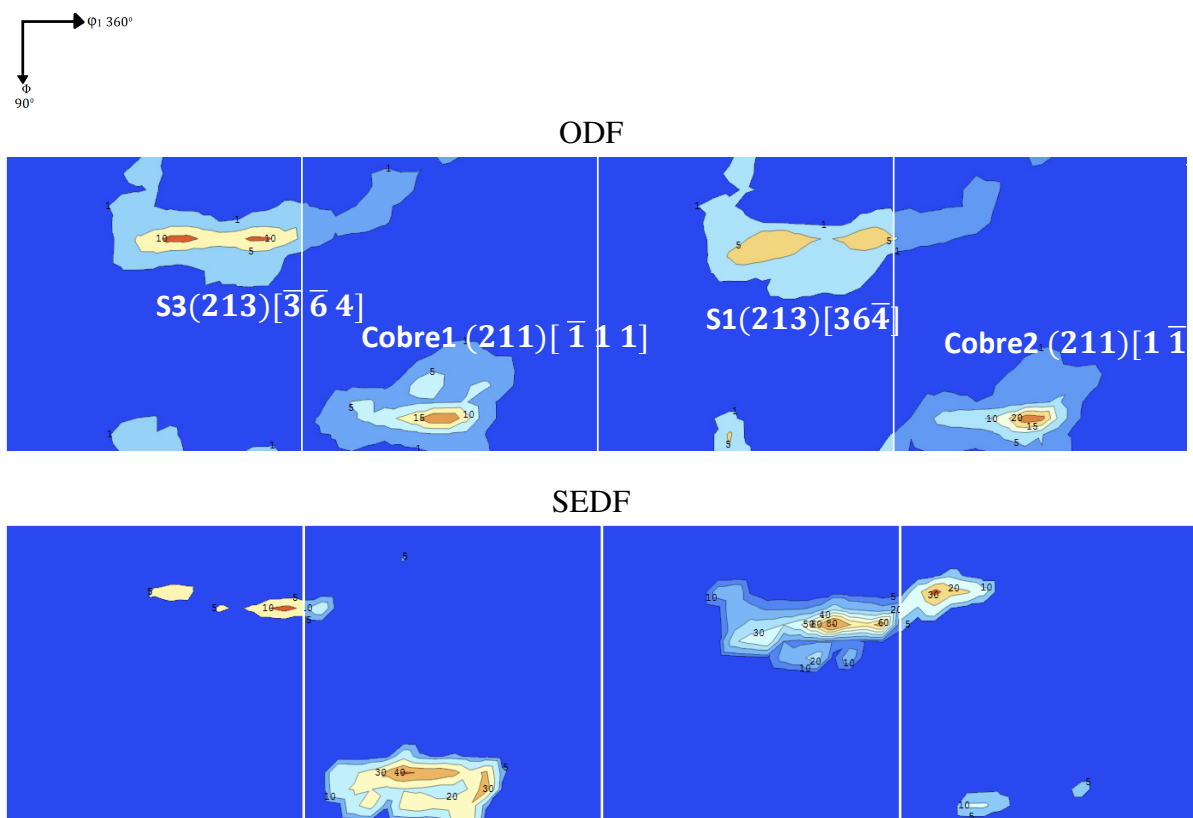


**Figura 4.13a.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 0^\circ$  del Fe-50%Ni, Isolíneas 30, 25, 20, 15, 10, 5, 1 [m.r.d] y 80, 60, 40, 20, 10, 5, 3 [J/mol] respectivamente



**Figura 4.13b.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 45^\circ$  del Fe-50%Ni, Isolíneas 30, 25, 20, 15, 10, 5, 1 [m.r.d] y 80, 60, 40, 20, 10, 5, 3 [J/mol] respectivamente





**Figura 4.13c.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 60^\circ$  del Fe-50%Ni, Isolíneas 30, 25 20, 15, 10, 5, 1 [m.r.d] y 80, 60, 40, 20, 10, 5, 3 [J/mol] respectivamente

# Conclusiones

Las conclusiones de este trabajo se resumen en los siguientes puntos:

- Se puso a punto la metodología de medición de las FGP y el cálculo de la SEDF.
- Se procesaron todos los resultados obtenidos, teniendo como resultado la diferencia en la simetría entre las ODF y SEDF. La simetría de la SEDF no corresponde con una simetría ortorrómbica de muestra como sí lo hace la ODF. Resultados similares se obtienen entre la FPG y las FP.
- Con los resultados obtenidos en este trabajo, se encontró que el componente de Cobre1 es el que tiene mayor energía. Esto es congruente con similares resultados reportados en la literatura.
- Existe una asimetría entre los valores de EA, SEDF y Tamaño de cristalito entre los diferentes componentes que conforman una componente con simetría ortorrómbica por ejemplo la componente Brass, donde la componente Brass1 tiene mayor energía que la componente Brass2.

# Perspectivas

Después de desarrollar la metodología de las FPG y la de la SEDF quedan algunos puntos que son necesarios profundizar en los siguientes aspectos, con el objetivo de mejorar la calidad con que se realizaron las mediciones:

- Cálculo del Módulo de Young y de la razón de Poisson, aquí se presentan dos problemas. El primero es debido a que en la literatura hay diferentes modelos para el cálculo de éstos (Jian-Min Zhang et al., Daymond et al., Dieter, Lodini). El segundo está relacionado con los valores de las constantes de elasticidad (coeficientes de Compliance)  $S_{11}$ ,  $S_{12}$  y  $S_{44}$ , ya que se encontraron distintos valores.
- Mejorar la estadística y la calidad de las mediciones, esto implica utilizar un equipo que tenga una mejor intensidad y el uso de detectores sensibles a la posición, una óptica que produzca picos instrumentales estrechos y con el menor efecto de desfocalización posible, como puede ser la óptica de haces paralelos.
- En la literatura hay dos expresiones distintas para el cálculo de la energía almacenada, ecuación de Stibitz, una de ellas con la expresión  $\langle \xi^2 \rangle$  y la otra con la expresión  $\xi_{max}^2$ , por lo que es necesario tomar la más acorde desde el punto de vista microestructural.
- La utilización de los programas que realizan los cálculos para determinar el ODF a partir de FP introducen una constante de normalización. Al utilizar estos programas para resolver la ecuación de la SEDF ellos normalizan también a SEDF con el mismo criterio que para la textura y es necesario calcular esta constante para poder recalcular la SEDF con los valores reales de densidad de energía pero no hay una explicación específica del cálculo de este valor.
- Realizar las mediciones en otras muestras metálicas en zonas más internas de la muestra, donde no haya efecto de los rodillos (caso del Fe-3%Si).
- Mejorar la calidad de la muestra estándar para tener valores de FWHM más cercanos al de LaB<sub>6</sub> que el utilizado en este trabajo.

# REFERENCIAS

- [1] *Combined –analysis: Structure-Texture-Microstructure-Phase-Stresses-Reflectivity determination by X-ray and neutron scattering*, Daniel Chateigner., Publisher: Wiley-ISTE (2010) ISBN-10: 1848211988.
- [2] *Texture Analysis in Materials Science. Mathematical Methods*, H. J. Bunge. Ed Butterworths (1982). ISSN 0-408-10642-5.
- [3] *Three laws of substructure anisotropy of textured metal materials, revealed by x-ray method of Generalized Pole Figures*, Yu. Perlovich, Margarita Isaenkova and Vladimir Fesenko, Physical Problems of Materials Science, Moscow Engineering Physics Institute, Moscow, Russian Federation.
- [4] *Development of nonuniform substructure and microstrain distribution by texture formation in metal materials*, Yu. Perlovich, M. Isaenkova, V. Fesenko and H. J. Bunge, ICOTOM 14, 2005.
- [5] *Inhomogeneous distribution of residual deformation effects in texture BCC metals*, Yu. Perlovich, H. J. Bunge, and M. Isaenkova, Texture and Microstructure, vol. 29 pp 241-266, India 1997
- [6] *X-ray study of rolled single cristal of Ti-48%Ni-2%Fe alloy. Part I: Texture development and mechanisms of plastic deformation*, Yu. Perlovich, H. J. Bunge, M. Isaenkova, V. Fesenko and R. Rustamov, Texture and Microtexture, Vol. 31 p.p. 53-84
- [7] *Neutron diffraction study of the stored energy in the 95% cold rolled Fe53%-Ni alloy*, V. Branger, M. H. Mathon, T. Baudin & R. Penelle, Proceedings of the 21<sup>st</sup> RisØ International Symposium on Materials Science: Recrystallization –Fundamental Aspects and Relations to Deformation Microstructure. p.p. 257-263, 2000
- [8] *Influencia of the cold rolled reduction on the stored energy and the recrystallization texture in a Fe-53%Ni alloy*, A. L. Etter; M. H. Mathon; T. Baudin; V. Branger; R. Penelle, Scripta Materialia 46, p.p. 311-317, 2002
- [9] *Estimation of stored energy distribution from EBSD measurements*, Ph. Gerber, T. Baudin, S. Jakani, M. H. Mathon and B. Bacroix, Materials Science Forum Vols. 467-470 (2004) pp 51-56.
- [10] *An X-ray Method for the determination of stored energies in texture components of deformed metals. Application to cold worked ultra high purity Iron.*, A. Borbély, J. H. Driver and T. Undár, Acta mater 48, p.p. 2005-2016
- [11] *Recrystallization-Fundamental aspects and relations to deformation microstructure*, Ed. N. Hansen, X. Huang, D. Juul Jensen, E. M. Lauridsen T. Leffers W. Pantleon, T. J. Sabin & J. A. Wert. Riso National Laboratory, Roskilde, Denmark 2000. p.p. 257-263

## Referencias

- [12] *Evolución de la microestructura durante la recristalización primaria en Fe3%Si mediante EBSD*, F. Cruz-Gandarilla, T. Baudin, R. Penelle, H. Mendoza-Leon., X Congreso Nacional de Microscopía-Morelia. Asociación Mexicana de Microscopia, 2010
- [13] *Recrystallization and related annealing phenomena*, F. J. Humphreys, M. Hatherly, ed. Pergamon, pp. 11-54, 1995.
- [14] *Orientation-dependent stored energies in hot deformed Al-2.5%Mg and their influence on recrystallization.*, G. Guiglionda, A. Borbély, J. H. Driver. Acta Materialia 52, p.p. 3413-3423, 2004.
- [15] *Introduction to Texture analysis macrotexture, microtexture and orientation mapping*. O. Engler and V. Radle, Gordon and Breach Science, CRC Press, 2010
- [16] *Preferred orientation in deformed metals and rocks: An introduction to modern texture analysis*, Wenk H. R., Academia Press inc. London 1985.
- [17] *Young's modulus surface and poisson's ratio curve for cubic metals*, Jian-Min Zhang, Yan Zhang, Ke-Wei Yu, Vincent Ji., Journal of Physics and Chemistry of Solid 68, 2007., p.p. 503-510.
- [18] *Second and Higher order elastic constants*, Landolt H. and Börnstein R., New series III, Nelson, 299
- [19] *Determination of the Total Texture Function from individual orientation modeled by a Lorentzian distribution*, T. Baudin & R. Penelle, J. Appl. Cryst. (1993). 26, 207-213
- [20] Tesis Doctoral *Etude des mécanismes de recristallisation dans un acier IF-Ti après faible déformation par laminage ou par traction*, Amel Samet-Meziou, Francia 2005
- [21] *Mechanism of deformation and development of rolling texture in polycrystalline FCC materials*, Hirsch J. Lücke K. and Hatherly, Part 1, Acta Metallurgical , Vol. 36, No. 11, 1998, p.p. 2863-2882.
- [22] *Elements of X-ray Diffraction*, B. D. Cullity, Addison-Wesley Publishing Company, INC., 1978.
- [23] *Documents about microstructure. Study of Micro-Structural Effects by Powder Diffraction Using the Program FULLPROF*. Juan Rodríguez-Carvajal, <http://www.ill.eu/sites/fullprof/php/tutorials.html>.
- [24] *X-Ray diffraction by polycrystalline materials*, René Guinebretière, ISTE, 2007
- [25] *Second and Higher order elastic constants*, Landolt H., and Börnstein R., New series III/29a (ED. by D.F. Nelson, Springer Verlag) p.p. 29, Berlin 1992.

- [26] *Orientation dependence of stored energy of cold work in 50% cold rolled copper*, J. S. Kallend and Y. C. Huang, Metal Science, Vol. 18, p.p. 381-385, 1984
- [27] *Crystallography and crystal defects*. A. Kelly, G. W. Groves. Longman Group Ltd, 1970. p.p. 198-289.
- [28] *The structure of Materials*, Samuel M. Allen, John Wiley & Sons , INC., Cambridge, Massachusetts, 1998. p.p. 249-339
- [29] *Formation mechanism and annealing behavior of nanocrystalline ferrite in pure Fe fabricated by ball molling*. J. Yin, M. Umemoto, Z. G. Liu and K. Tsuchiya. ISIJ International, Vol. 41, No. 11, p.p. 1389-1396, 2004
- [30] *Neutron Diffraction method for stored energy measurement in interstitial free steel.*, N. Rajmohan, Y. Hayakawa, J. A. Szpunar & J. H. Root. Acta Mater. Vol 45, No. 6, p.p. 2485-2494, 1997.
- [31] Tesis Doctoral *Caracterización de la evolución de la textura en una aleación Fe-3%Si obtenida por el método de Granos Orientados Convencionalmente*, Héctor Francisco Mendoza León. México, 2006
- [32] *The stored energy of cold rolled ultra high purity iron*, F. Scholz, J. H. Driver and E. Woldt, Scripta Materialia, Vol 40, No. 8, pp. 949-954, 1999
- [33] *On line Furier Analysis of the Shapes of X-ray Diffraction peaks*, W. H. Schlosberg & J. B. Cohen, J. Appl. Cryst. 1983, 16, pp 304-308
- [34] *Texture correction in neutron powder diffraction data of molibdite using the generalized spherical harmonic model*, H. Sitepu, B. H. O'Connor, A. Benmarouane, T. Hansen, C. Ritter, H.-G. Brokmeier, Physica B 350 (2004) e573-e576
- [35] *Evaluation of stored energy in cold-rolled steels from EBSD data*, Shi-Hoon Choi, Young-Sool Jin, Materials Science and Engineering A 371 (2004) 149-159.
- [36] *Lattice orientation dependence of the stored energy Turing cold-rolling of polycrystalline steels*, S. Diligent, E. Gautier, X. Lemoine and M. Berveiller, Acta mater. 49 (2001) 4079-4088.
- [37] *Texture analysis from diffraction spectra*, H. R. Wenk, S. Matthies and L. Lutterotti, Materials Science forum Vo. 157-162 (1994) pp. 473-480.
- [38] *A quantitive analysis of the evolution of texture and stored energy during annealing of cold rolled copper*, Ph. Gerber, J. Tarasiuk, Th. Chauveau, B. Bacroix, Acta materialia 51 (2003) 6359-637
- [39] *Rietveld refinement of aluminum sheet using inverse pole figure*, Yong-I. Kim, Maeng Joon Jung, Kwang Ho Kim

## Referencias

- [40] *X-ray diffraction analysis of intergranular Strains in cold-rolled ultra high purity iron*, A. Bordély, J. H. Driver, Materials Science and Engineering A 387-389 (2004) 231-234
- [41] *Dislocation densities and stored energy after cold rolling of Al-Mg alloys: Investigations by resistivity and differential scanning calorimetry*, M. Verdier, I. Groma, L. Flandin, J. Lendvai, Y. Bréchet, P. Guyot. Scripta Materialia, Vol 37, No. 4, p.p. 449-454, 1997.
- [42] *Actualización y Automatización del Goniómetro de Textura de la ESFM*, A. Música Rodríguez., M. Hesiquio Garduño., F. Cruz Gandarilla. y G. Cabañas Moreno. Memorias de la 6ta Reunión Nacional Académica de Física y Matemáticas, México, 78 a 83, (2001).
- [42] Stephen Wolfram. *Mathematica*. <http://www.wolfram.com/>

## Anexo 1. Elaboración de la Rendija

Para la elección de las dimensiones de las rendijas para la divergencia axial y ecuatorial que se utilizaron en la medición de los difractogramas se realizaron los cálculos de los ángulos de divergencia mediante las ecuaciones que se muestran a continuación.

En el caso de la divergencia ecuatorial

$$\delta(2\theta) = \delta\beta = \frac{L}{R}$$

donde

**L**: es el Tamaño de la apertura del detector en el plano ecuatorial.

**R**: Radio del Goniómetro

Para el caso de la divergencia axial

$$\delta\alpha = \frac{H}{R} \frac{d_{hkl}}{\lambda}$$

donde

**H**: Tamaño de la apertura del detector (Axial)

**R**: Radio del Goniómetro

**$d_{hkl}$** : Distancia interplanar de los planos ( $hkl$ ) para la muestra medida (para este trabajo se tomaron las distancias interplanares del Fe-50%Ni).

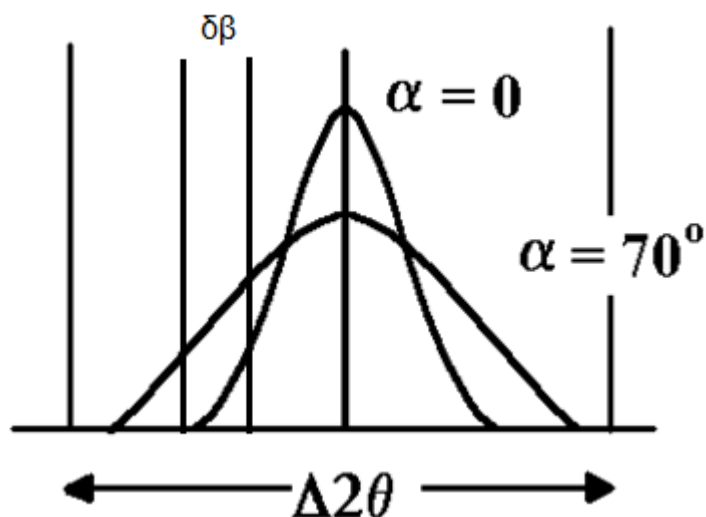
**$\lambda$** : Longitud de Onda

En la Tabla A1-1 se muestran los resultados de los cálculos realizados para la divergencia axial y en la Tabla A1-2 muestra los datos de los cálculos para la divergencia ecuatorial. Lo que se buscó para el caso de la divergencia ecuatorial fue que  $\delta\beta$  fuera lo más cercana a 0.05 grados ( $2\theta$ ) como se muestra en la Figura A1-1. Y de acuerdo a la Tabla A1-1 se deduce que la rendija de 0.2 (mm) es la que se aproxima más a este valor, y por tanto fue el tamaño de la rendija que se eligió.



**Tabla A1-1.** Datos obtenidos para  $\delta\beta$  para la elección del tamaño de la rendija ecuatorial.

L (mm)	$\delta\beta$ ( $^{\circ}$ )
0.2	0.066604
0.1	0.033302
0.05	0.016651

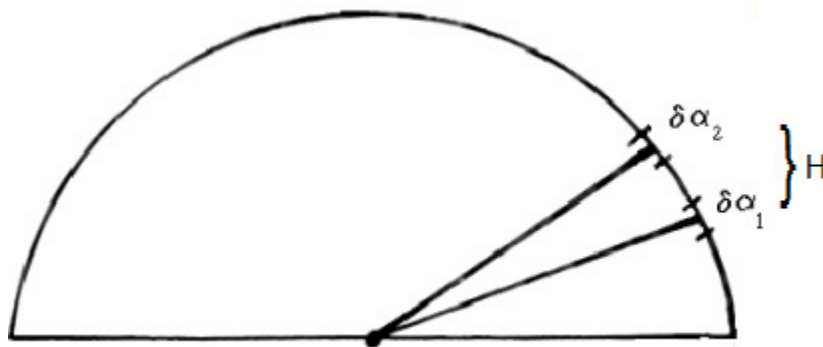


**Figura A1-1.** Divergencia Ecuatorial

Para el caso de la divergencia Axial se consideró los datos de distancia interplanar de un Fe-50%Ni para las primeras 3 reflexiones, en esta caso se eligió una rendija cuya divergencia fuera de aproximadamente 3 grados en el ángulo polar, como se muestra en la Figura A1-2, en la Tabla A1-2, se muestra que con 3 mm de apertura (H) se obtienen 2.88 grados para la primera reflexión y 2.5 grados para la segunda, y por tanto este fue la dimensión que se eligió para la apertura axial.

**Tabla A1-2.** Datos obtenidos para  $\delta\alpha$  para la elección del tamaño de la rendija Axial.

H (mm)	3 ( $^{\circ}$ )
d <sub>hkl</sub> (mm)	$\Delta\alpha$ ( $^{\circ}$ )
2.05	2.88155
1.78	2.502029
1.26	1.771099



**Figura A1-2.** Divergencia Axial

La Figura A1.3 muestra la rendija elegida para la divergencia ecuatorial que se tomó de las rendijas de fábrica que se tienen y en la Figura A1.4 se muestra la rendija que se elaboró tomando las dimensiones de las rendijas de fabrica y realizando la perforación interior de acuerdo a nuestros cálculos para la divergencia axial.



**Figura A1.3** Rendija para la reducción de la divergencia ecuatorial

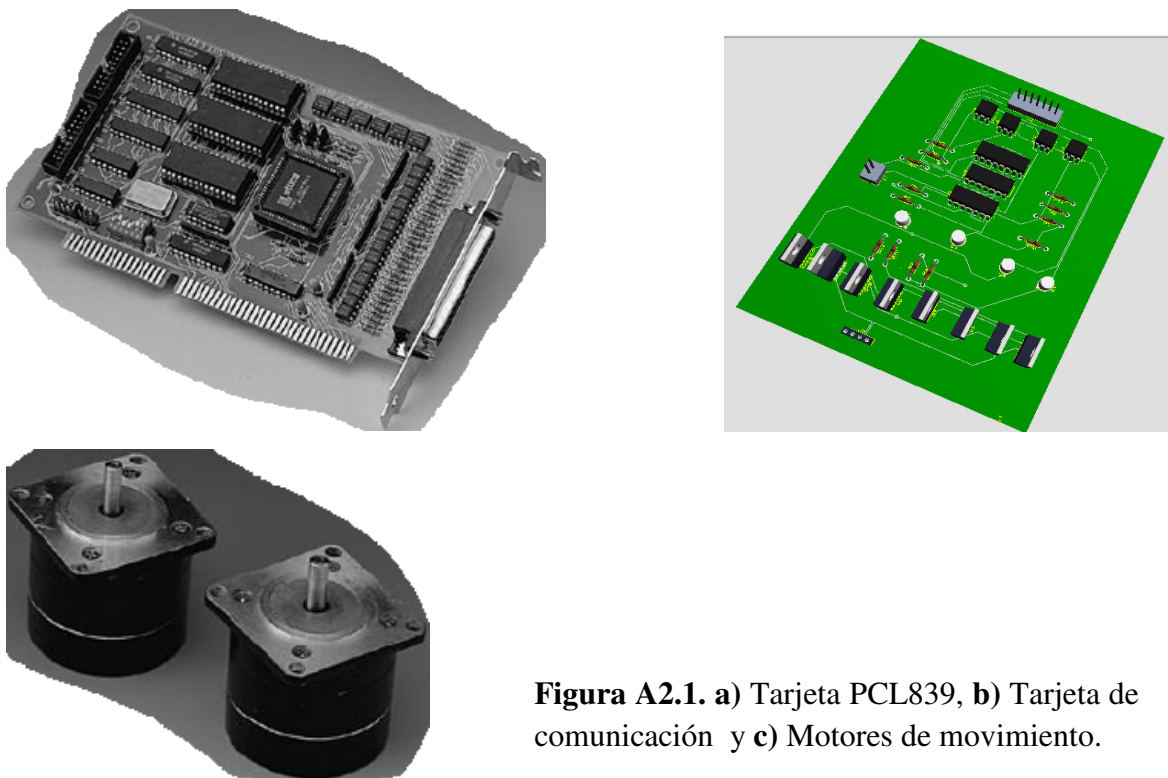


**Figura A1.4** Rendija para la reducción de la divergencia axial

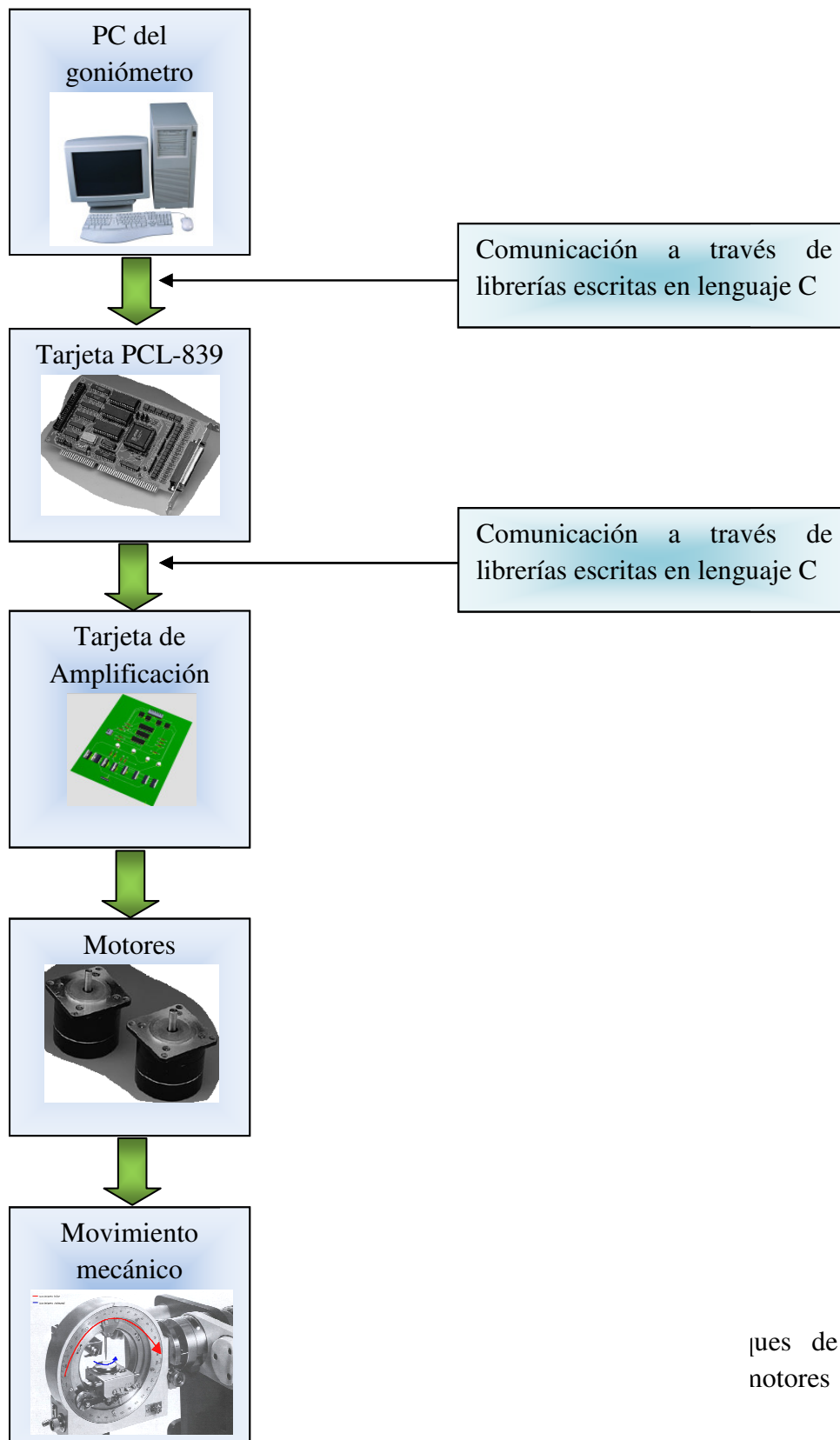
## ***Anexo2. Comunicación entre la PC y los motores del goniómetro.***

Los motores del goniómetro de textura son contralados mediante una tarjeta PCL-839 (Automation with PCs ®), Figura A2.1a, que está conectada a través de un cable serial del tipo 18cv8 a tres tarjetas de comunicación independientes, Figura A2.1b, las cuales fueron elaboradas durante la actualización y automatización del goniómetro de textura [42]. La función de las tarjetas independientes es amplificar la señal generada en la tarjeta PCL-839 y enviar las señales a cada uno de los tres motores, Figura A1.1c.

La tarjeta PCL-839 se comunica con los programas de medición a través de las librerías PROG839.EXE y PCL839.H escritos en Lenguaje C (Turbo C++ versión 3.0 ®, Borland International, 1992). El Diagrama de bloques se muestra en la Figura A2.2.



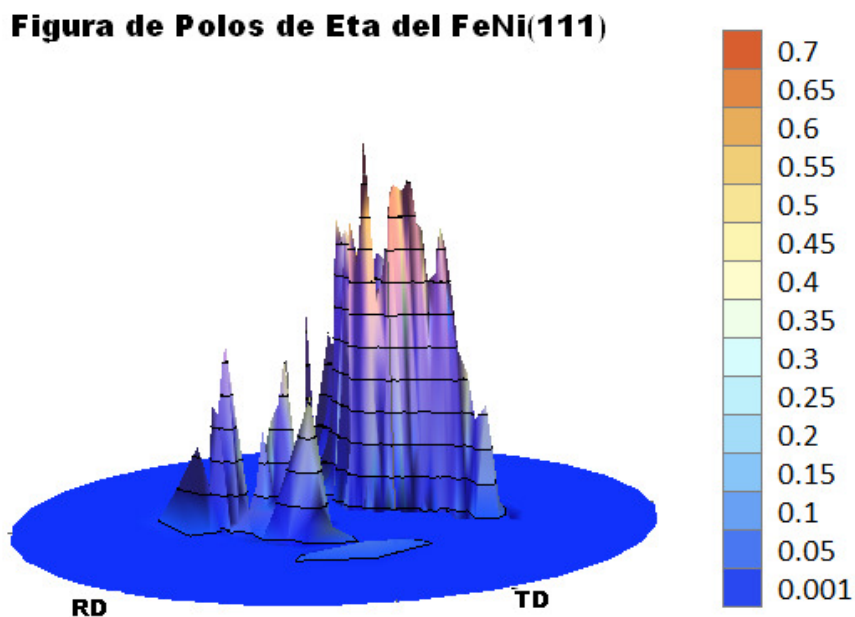
**Figura A2.1. a) Tarjeta PCL839, b) Tarjeta de comunicación y c) Motores de movimiento.**



ques de la  
notores del

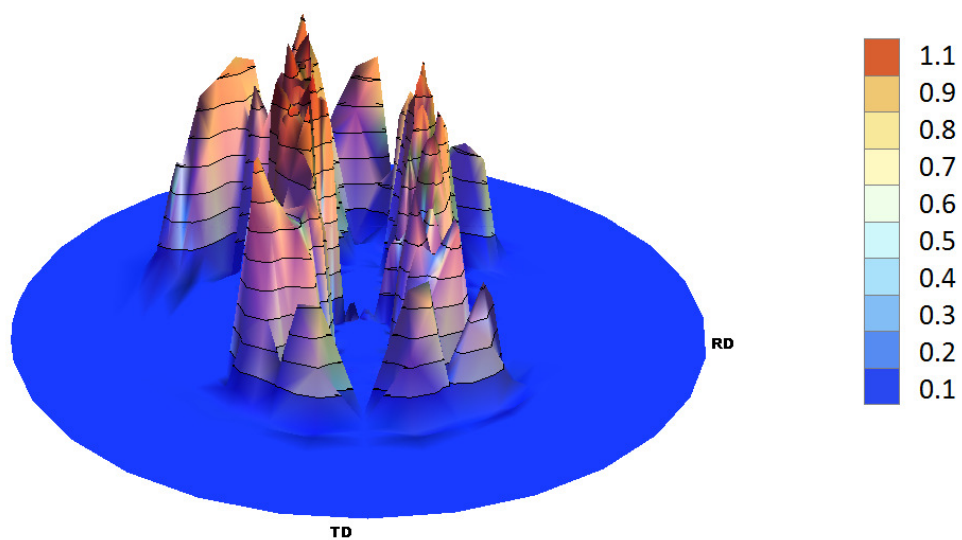
## ANEXO 3. FIGURAS 3D DE LAS FPG.

En esta sección se muestran las Figuras de Polos Generalizadas en tres dimensiones, las Figuras no están todas en la misma orientación con la finalidad de mejorar visión de cada propiedad y no se produzcan solapamientos. Estos gráficos son fundamentales cuando se tiene valores positivos y negativos de las propiedades como es el caso de los desplazamientos de los máximos. Los programas de textura normalmente solo pueden dibujar valores positivos (densidad de polos).



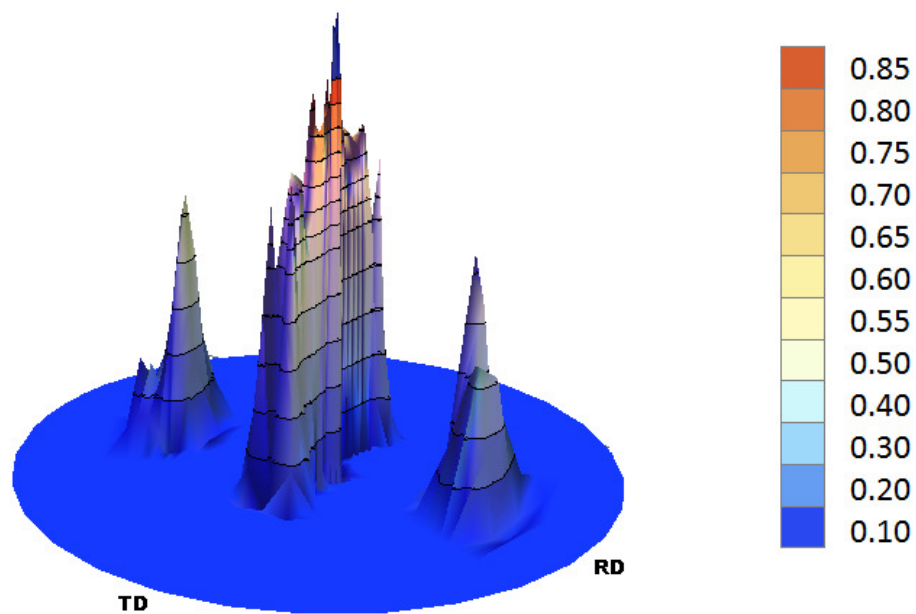
**Figura A3.1** Figura de Polos Generalizada en 3D de Eta para la reflexión (111) del Fe-50%Ni.

**Figura de Polos de Eta del FeNi (200)**



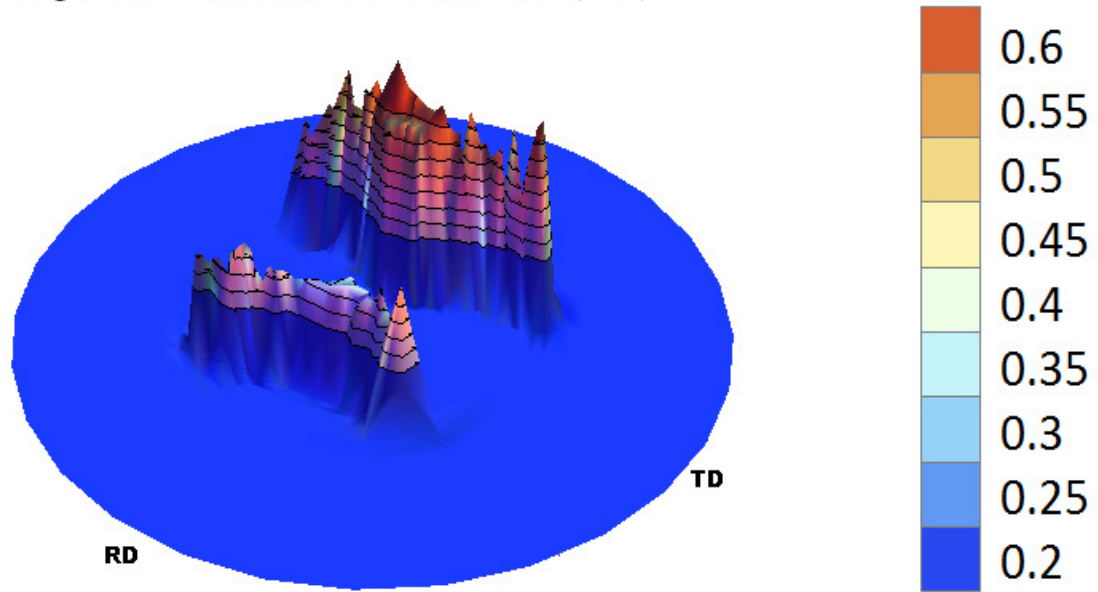
**Figura A3.2** Figura de Polos Generalizada en 3D de Eta para la reflexión (200) del Fe-50%Ni.

**Figura de Polos de FWHM del FeNi (220)**



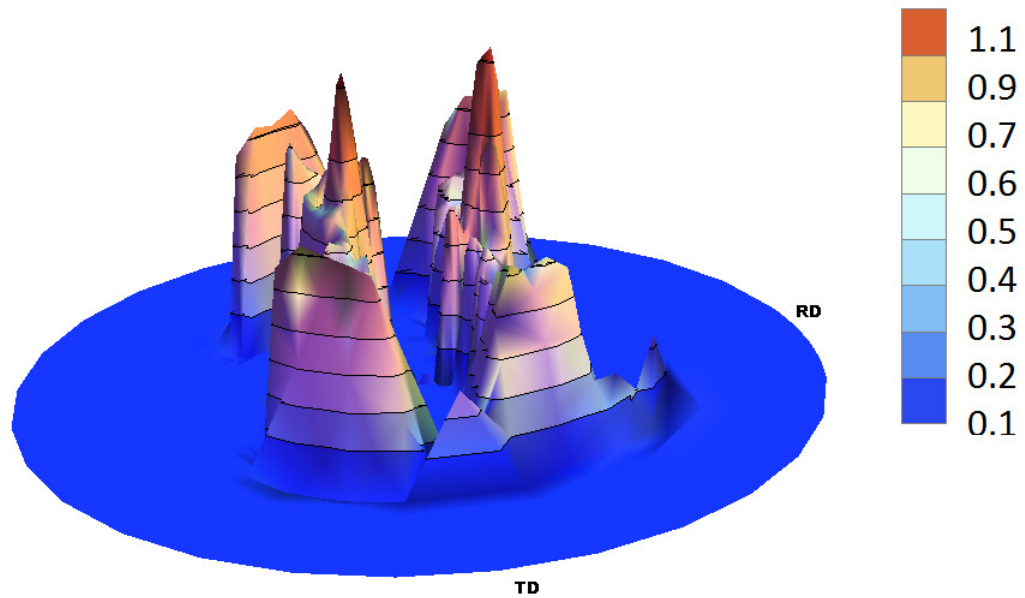
**Figura A3.3.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Eta para la reflexión (220) del Fe-50%Ni.

**Figura de Polos de FWHM del FeNi (111)**



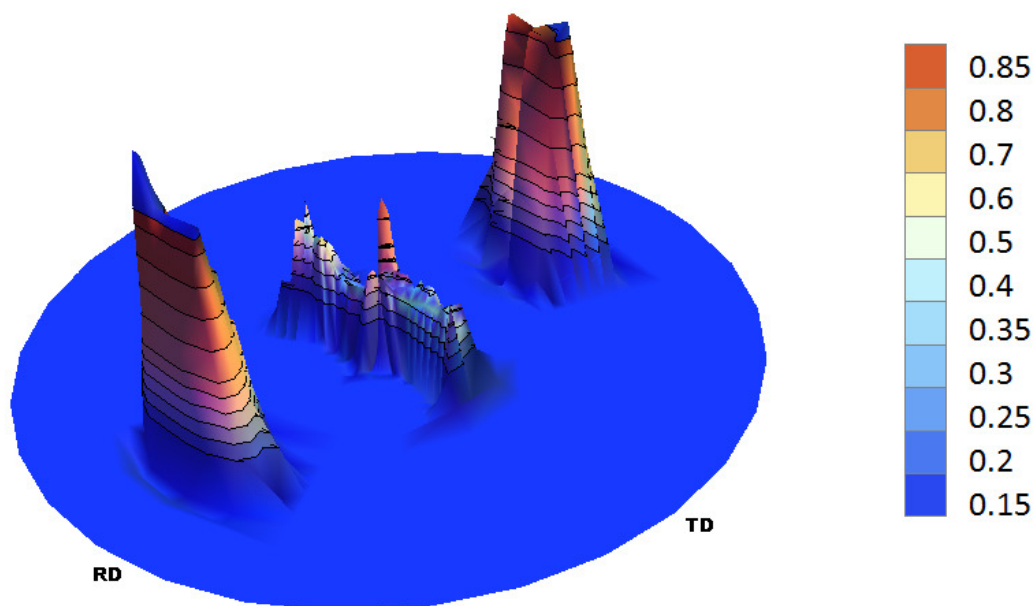
**Figura A3.4.** Figura de Polos Generalizada en 3D de FWHM para la reflexión (111) del Fe-50%Ni.

**Figura de Polos de FWHM del FeNi (200)**



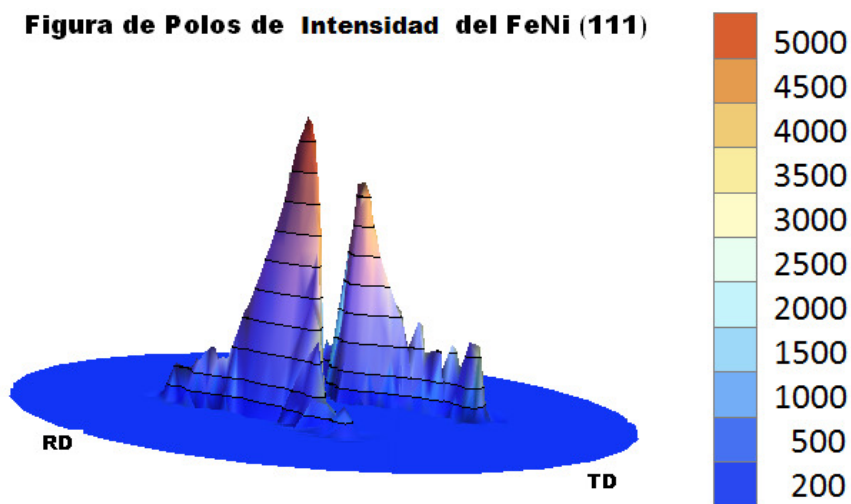
**Figura A3.5.** Figura de Polos Generalizada en 3D de FWHM para la reflexión (200) del Fe-50%Ni.

**Figura de Polos de FWHM del FeNi (220)**



**Figura A3.6.** Figura de Polos en 3D de FWHM para la reflexión (220) del FeNi.

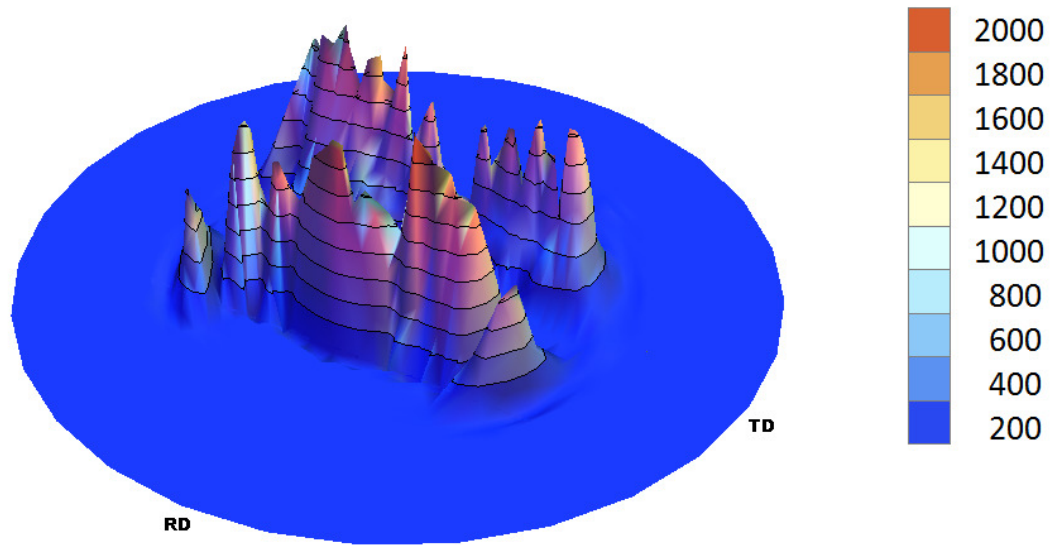
**Figura de Polos de Intensidad del FeNi (111)**



**Figura A3.7.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Intensidades para la reflexión (111) del Fe-50%Ni.

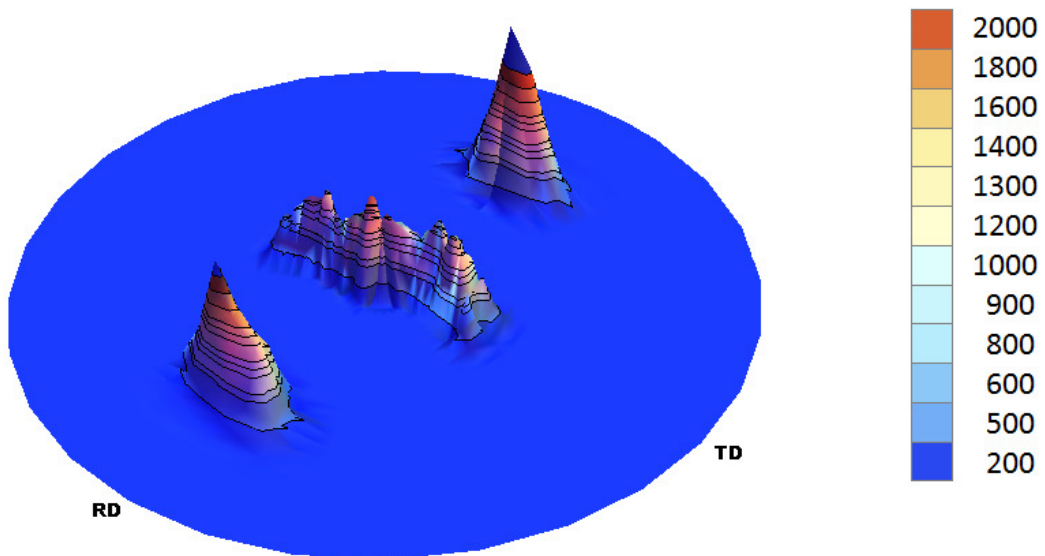


**Figura de Polos de Intensidades del FeNi (220)**



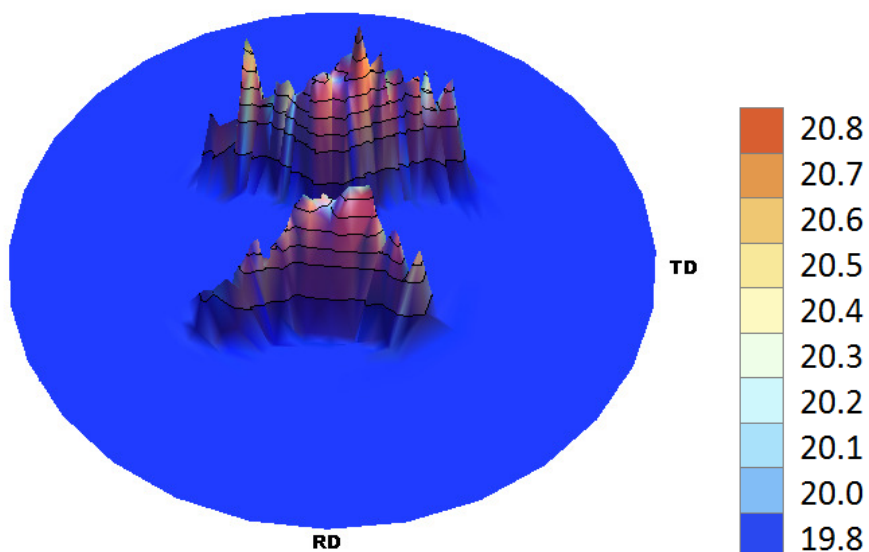
**Figura A3.8.** Figura de Polos en 3D de Intensidades para la reflexión (200) del Fe-50%Ni.

**Figura de Polos de Intensidades del FeNi (220)**



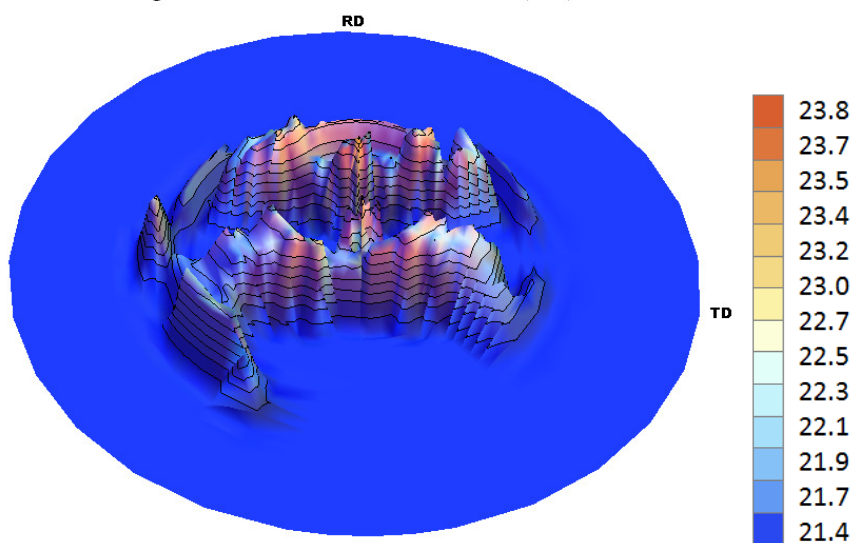
**Figura A3.9.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Intensidades para la reflexión (220) del Fe-50%Ni.

**Figura de Polos de Posición (111)**



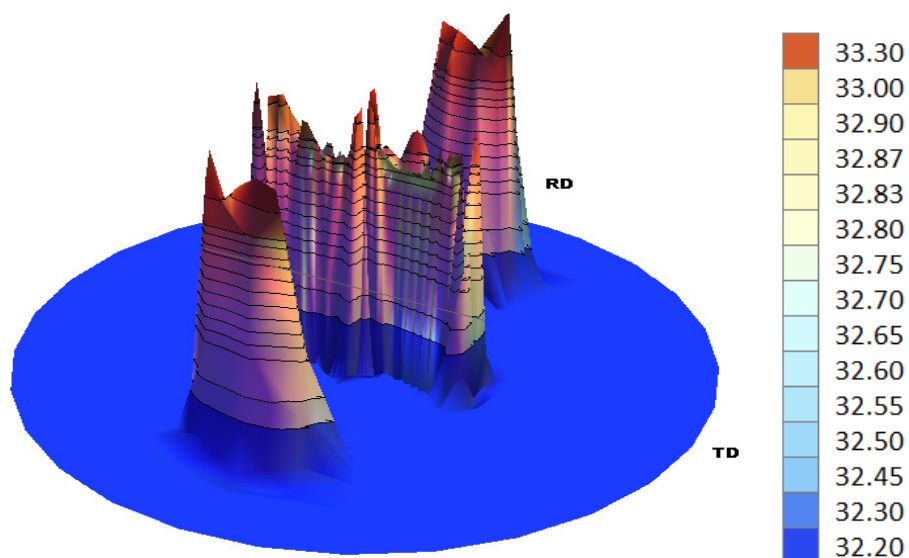
**Figura A3.10.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Posiciones para la reflexión (111) del Fe-50%Ni.

**Figura de Polos de Posición del FeNi (200)**



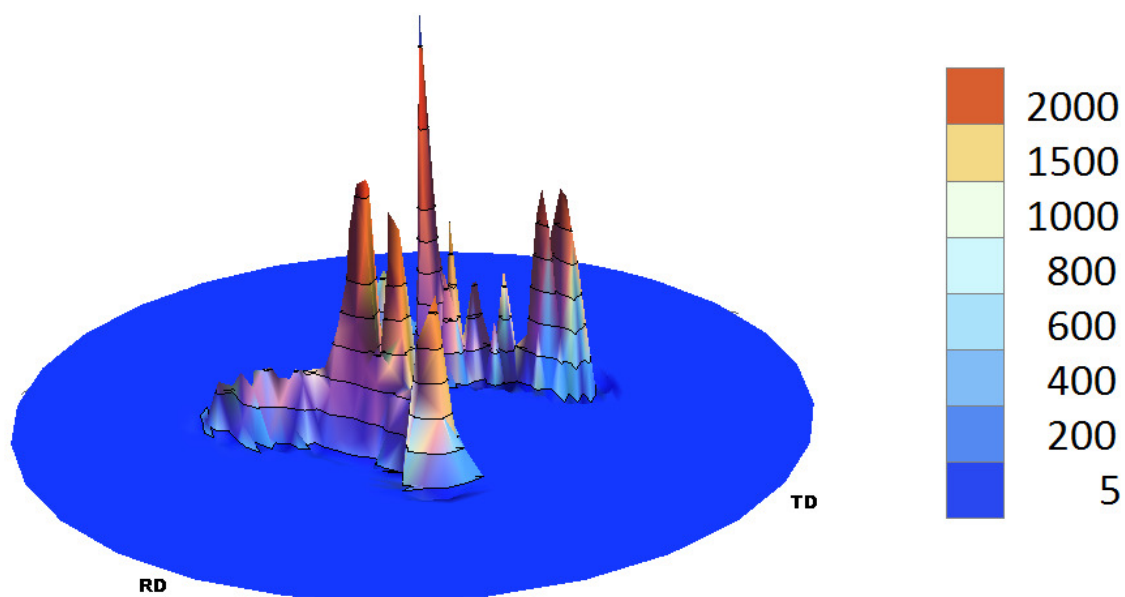
**Figura A3.11.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Posiciones para la reflexión (200) del Fe-50%Ni.

**Figura de Polos de Posiciones del FeNi (220)**



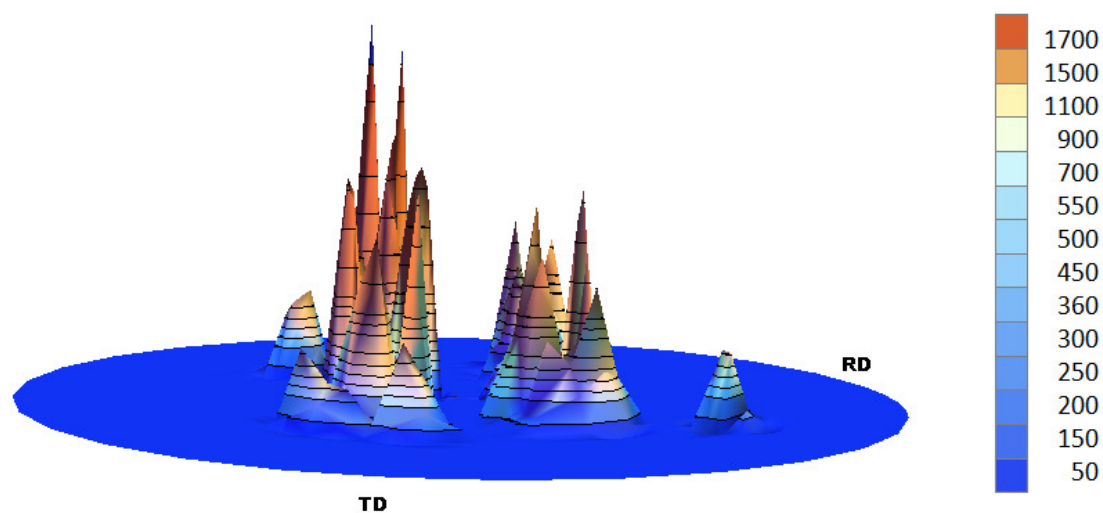
**Figura A3.12.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Posiciones para la reflexión (220) del Fe-50%Ni.

**Figura de Polos de tamaño de Cristalito del FeNi (111)**



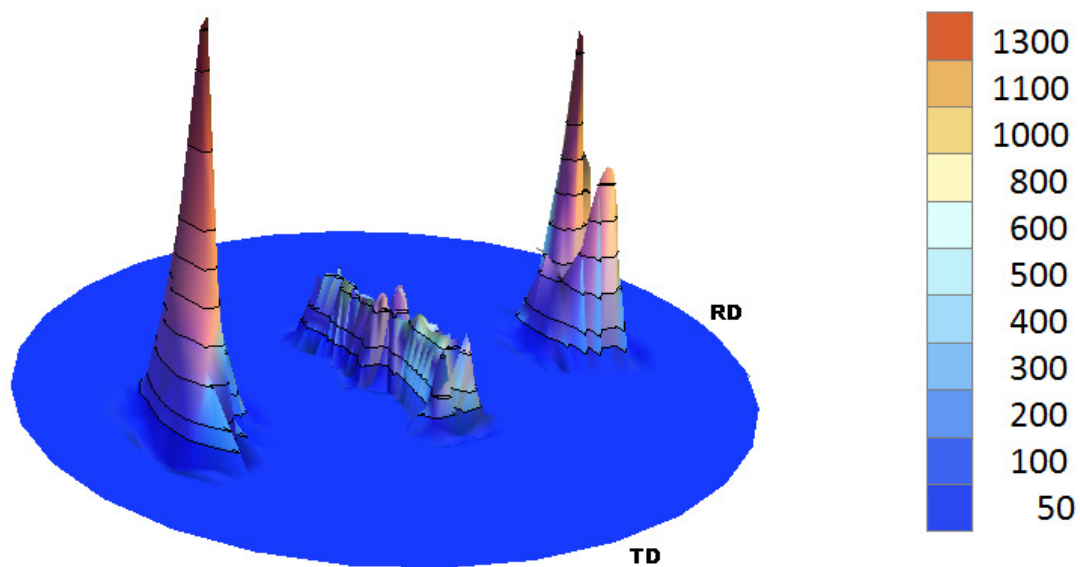
**Figura A3.13.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Tamaño de Cristalito para la reflexión (111) del Fe-50%Ni.

**Figura de Polos de Tamaño de Cristalito del FeNi (200)**

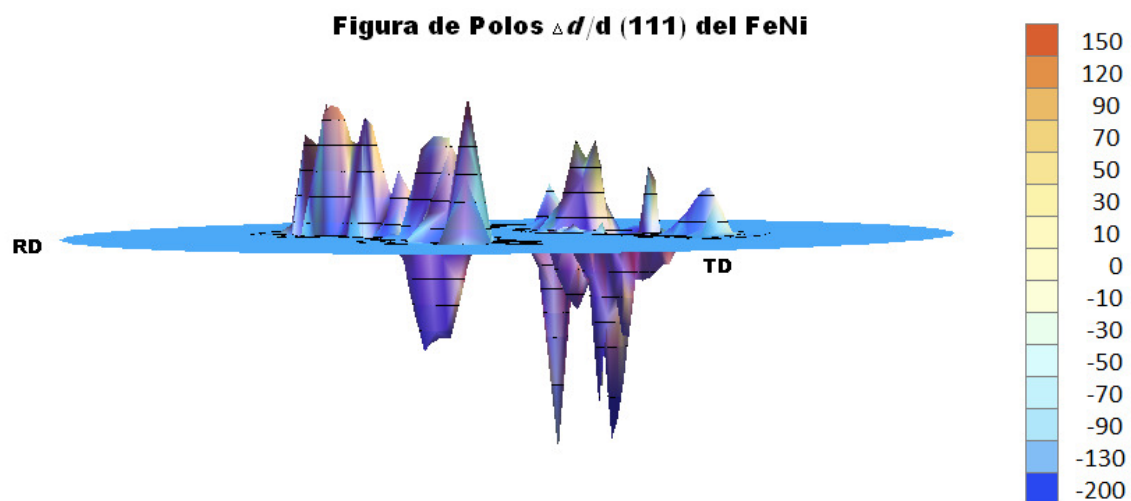


**Figura A3.14.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Tamaño de Cristalito para la reflexión (200) del Fe50%Ni.

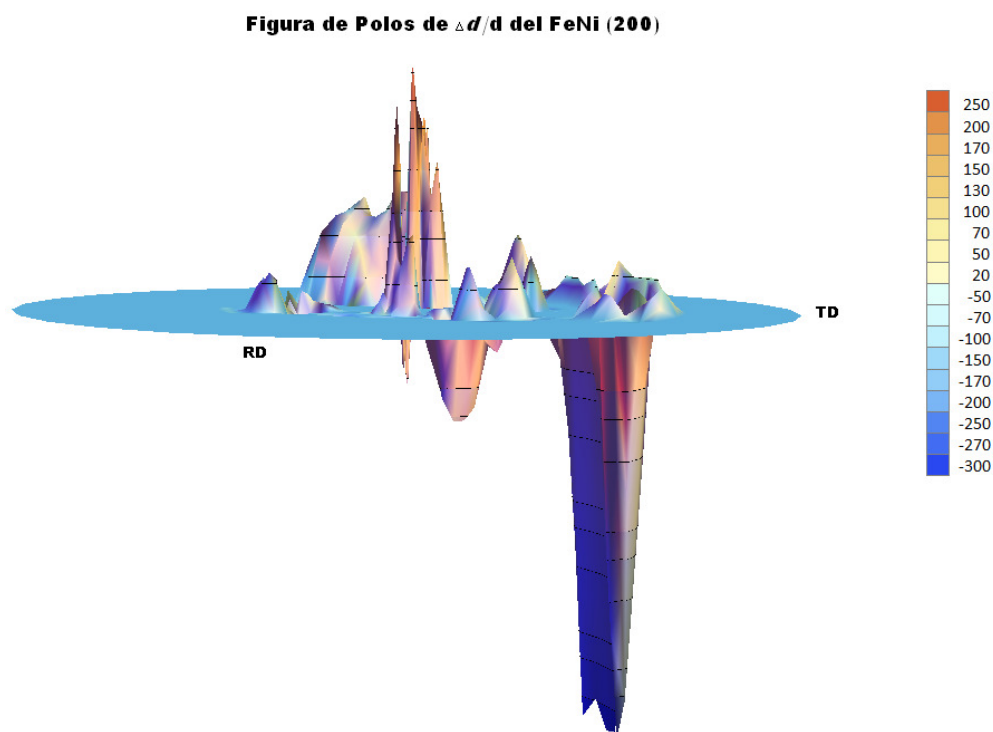
**Figura de Polos de Tamaño de Cristalito del FeNi (220)**



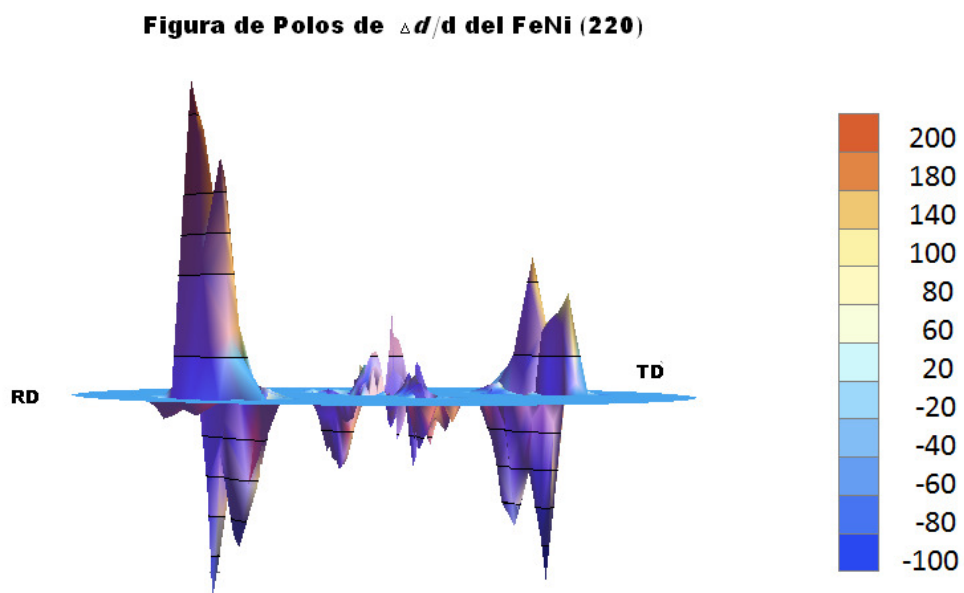
**Figura A3.15.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Tamaño de Cristalito para la reflexión (220) del Fe-50%Ni.



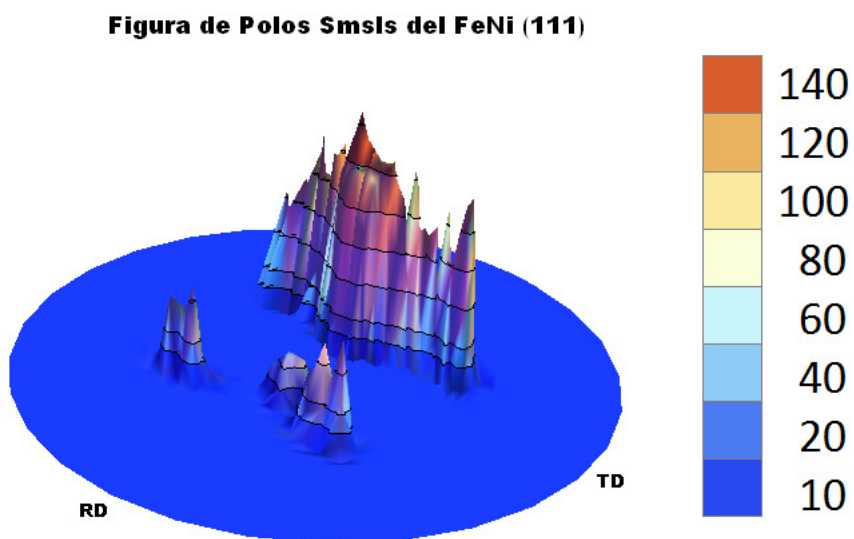
**Figura A3.16.** Figura de Polos Generalizada en 3D de  $\Delta d/d$  para la reflexión (111) del Fe-50%Ni.



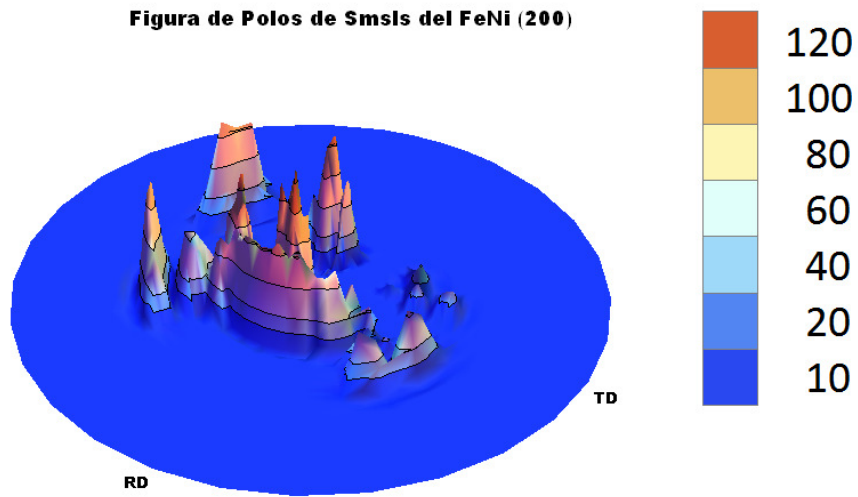
**Figura A3.17.** Figura de Polos Generalizada en 3D de  $\Delta d/d$  para la reflexión (200) del Fe-50%Ni.



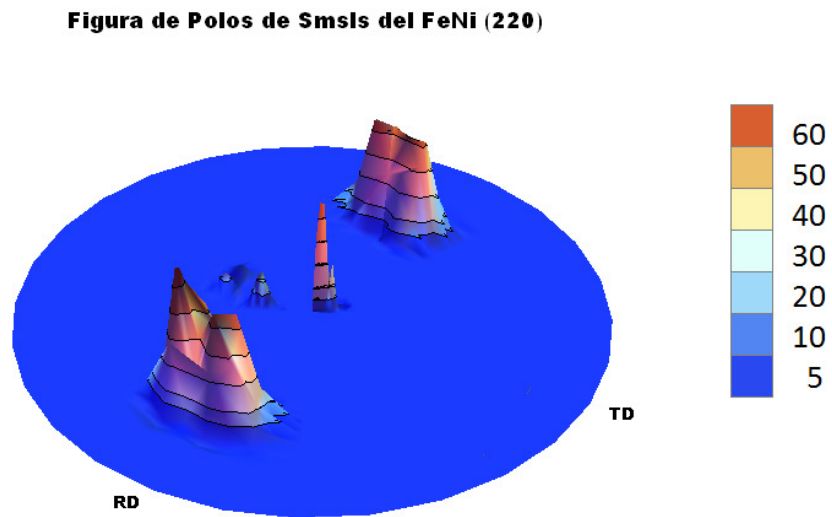
**Figura A3.18.** Figura de Polos Generalizada en 3D de  $\Delta d/d$  para la reflexión (220) del Fe-50%Ni.



**Figura A3.19.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Smsls para la reflexión (111) del Fe-50%Ni.

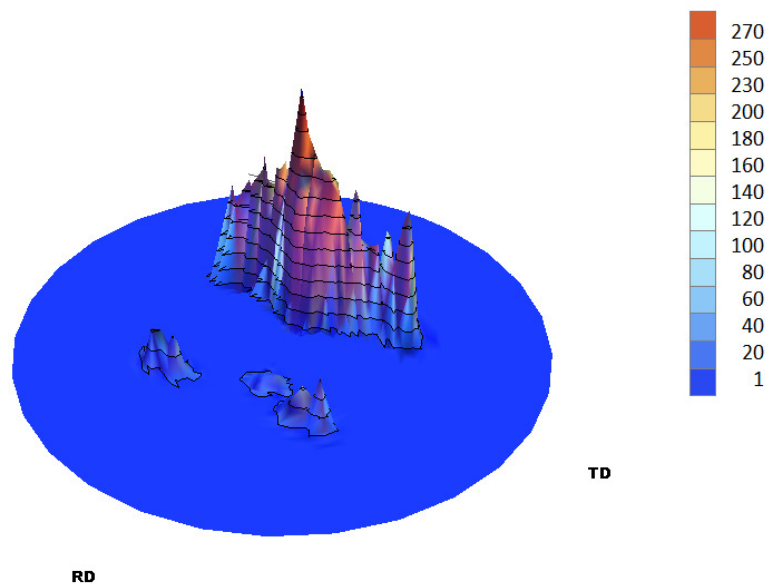


**Figura A3.20.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Smsls para la reflexión (200) del Fe-50%Ni.



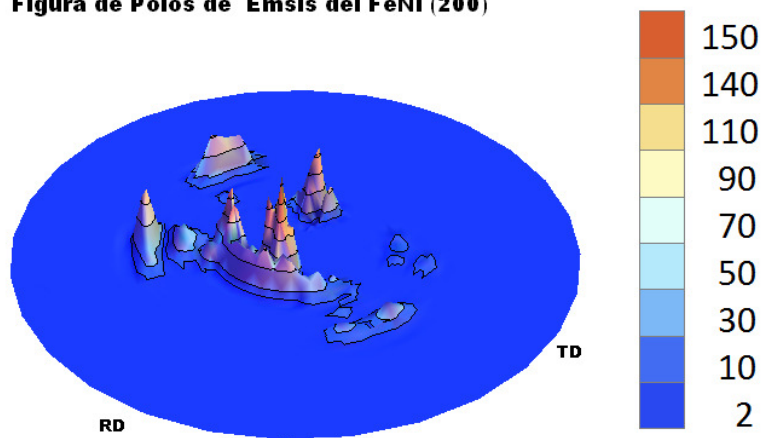
**Figura A3.21.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Smsls para la reflexión (220) del Fe-50%Ni.

**Figura de Polos de Emsls del FeNi (111)**



**Figura A3.22.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Emsls para la reflexión (111) del Fe-50%Ni.

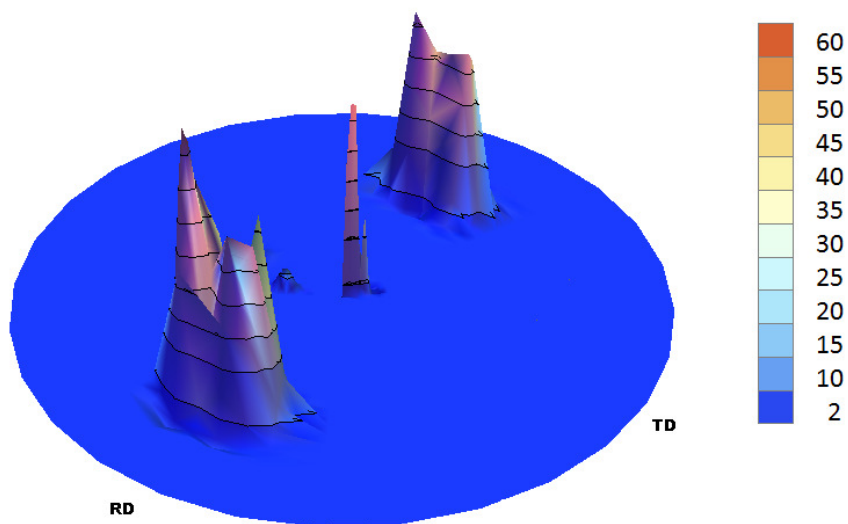
**Figura de Polos de Emsls del FeNi (200)**



**Figura A3.23.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Emsls para la reflexión (200) del Fe-50%Ni.



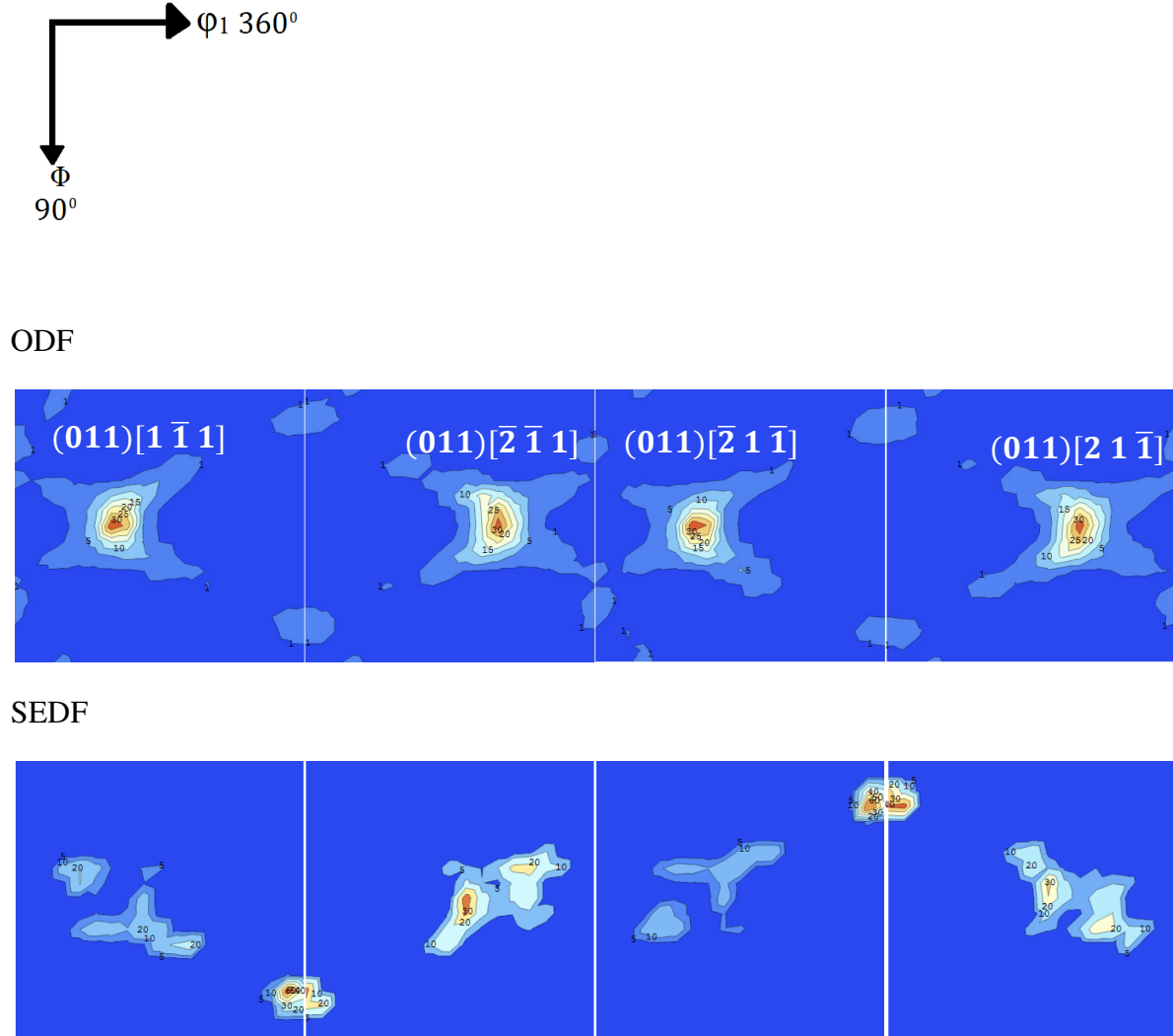
**Figura de Polos de Emsls del FeNi (220)**



**Figura A3.24.** Figura de Polos Generalizada en 3D de Emsls para la reflexión (220) del Fe-50%Ni.

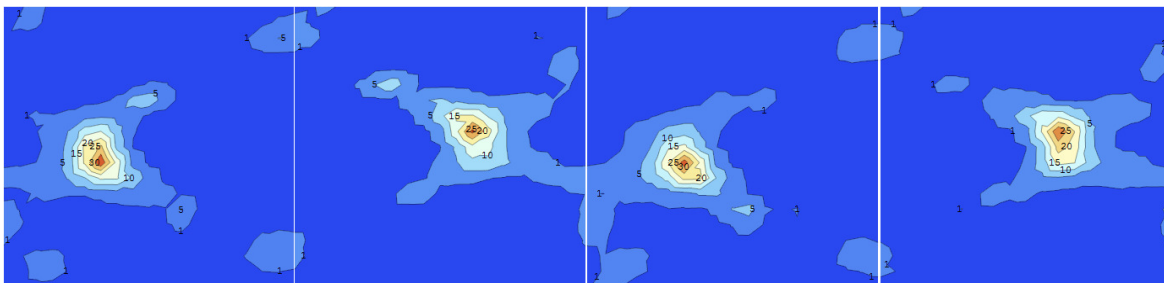
## ANEXO 4. ODF Y SEDF DEL FE-50%NI

En esta sección se muestran las ODF y SEDF del Fe-50%Ni, donde se puede observar la energía almacenada para los componentes de textura en los todos los cortes  $\phi_2$ .

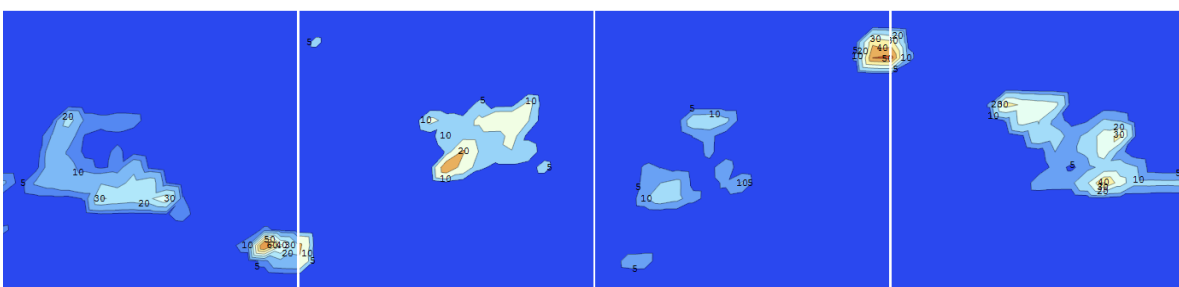


**Figura A4.1.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 0^\circ$

ODF

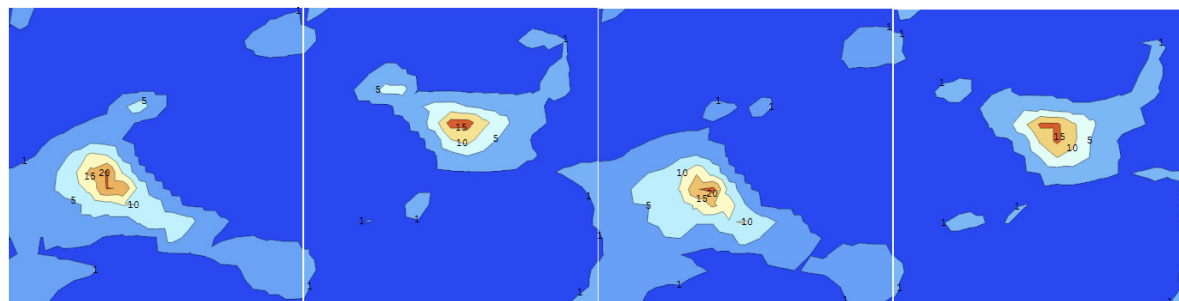


SEDF

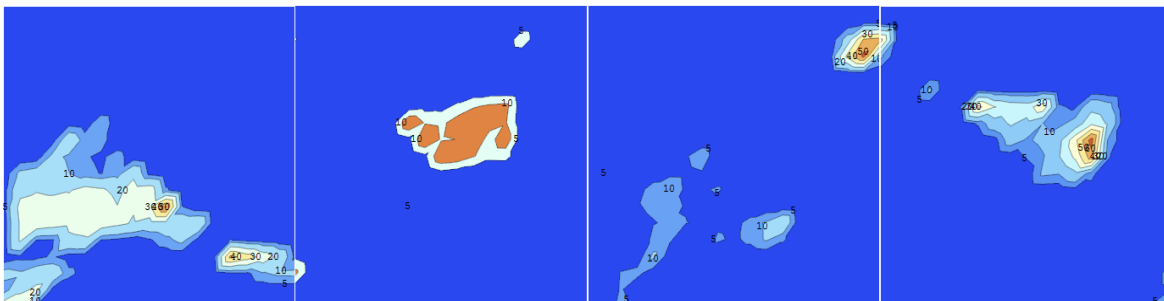


**Figura A4.2.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 5^\circ$

ODF

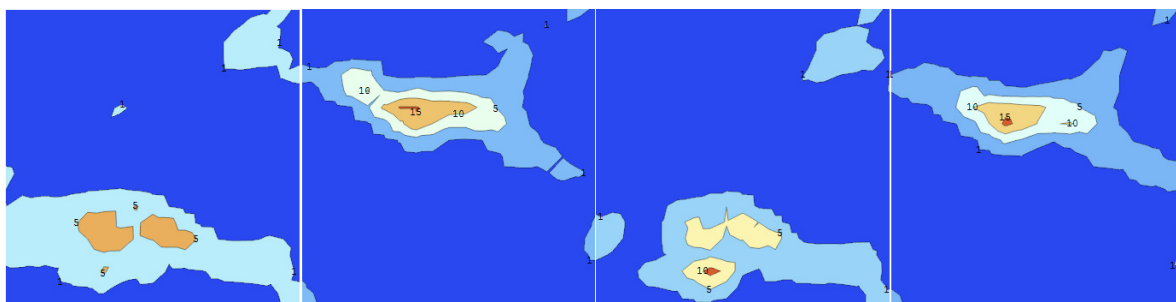


SEDF



**Figura A4.3.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 10^\circ$

ODF

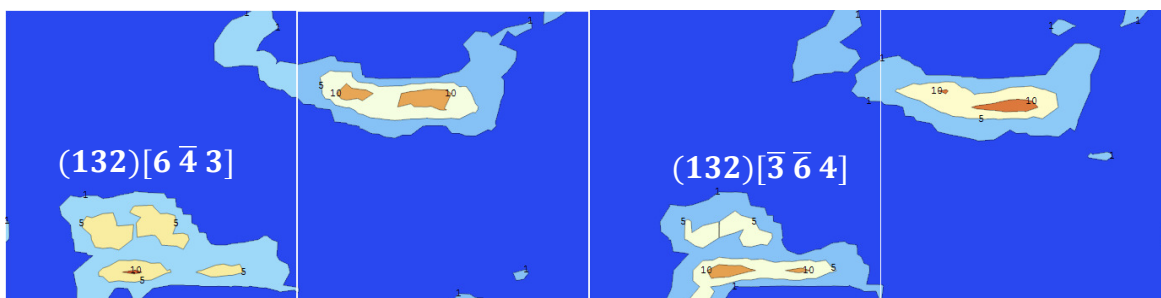


SEDF

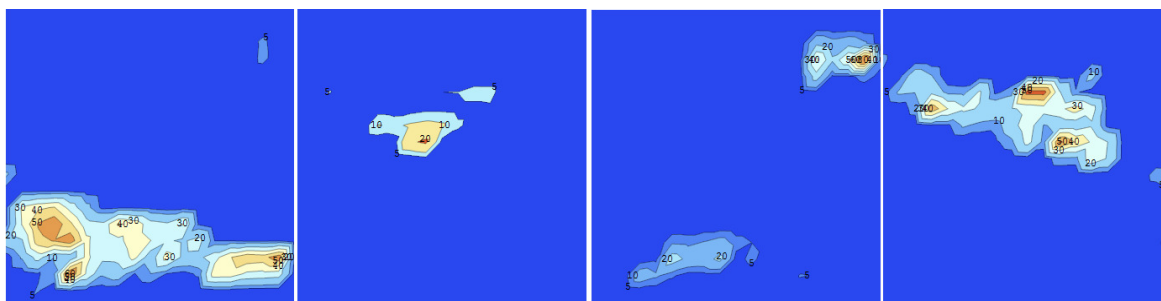


**Figura A4.4.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 15^\circ$

ODF

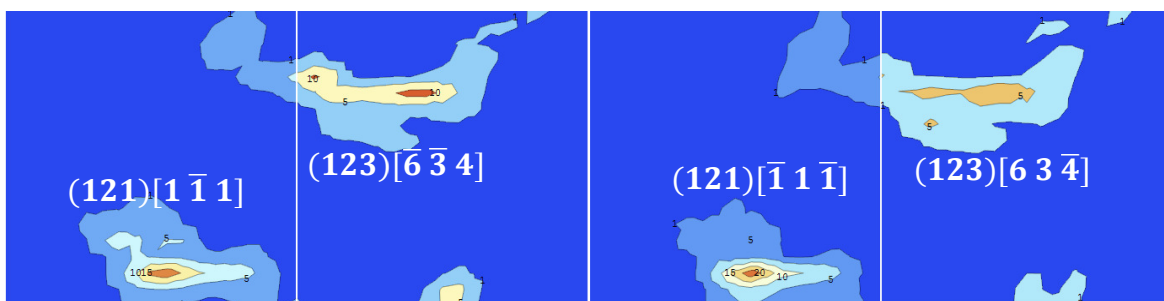


SEDF

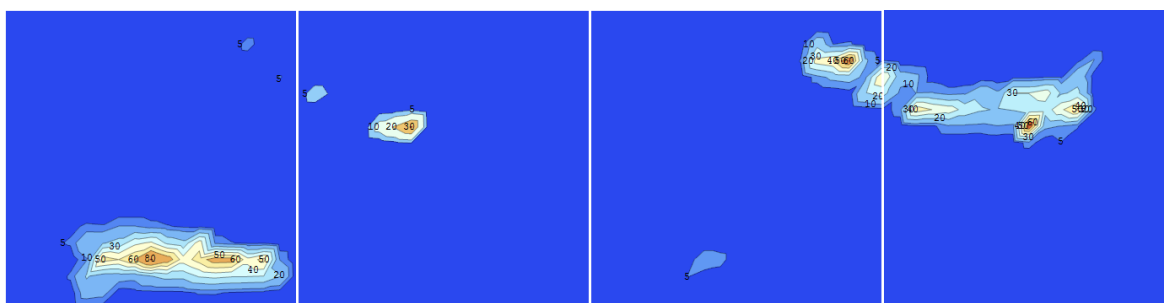


**Figura A4.5.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 20^\circ$

ODF

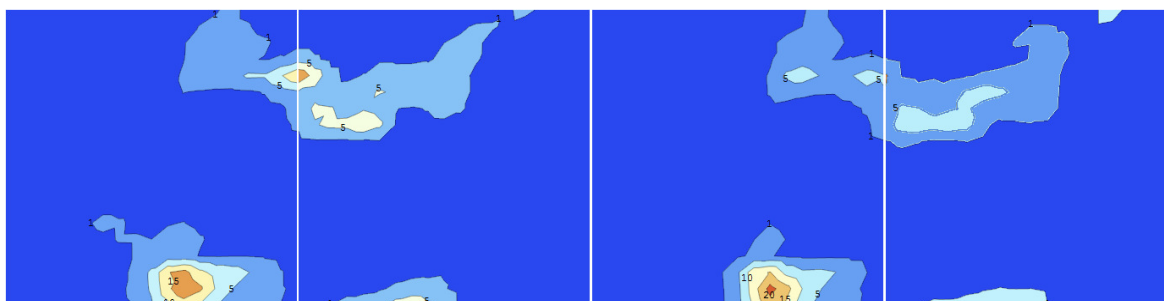


SEDF

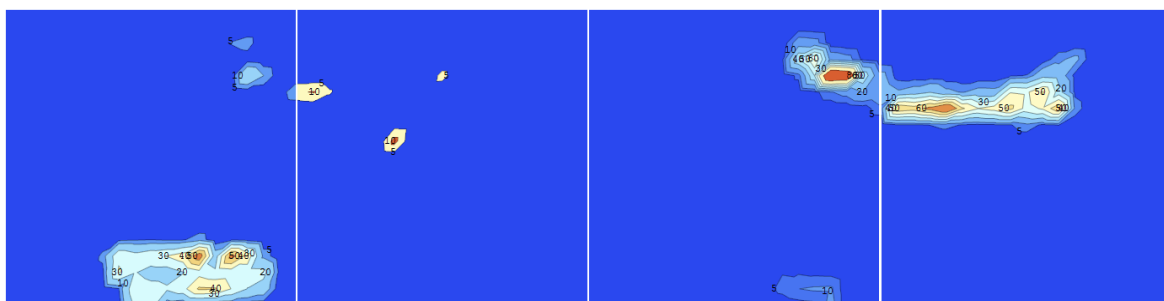


**Figura A4.6.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 25^\circ$

ODF

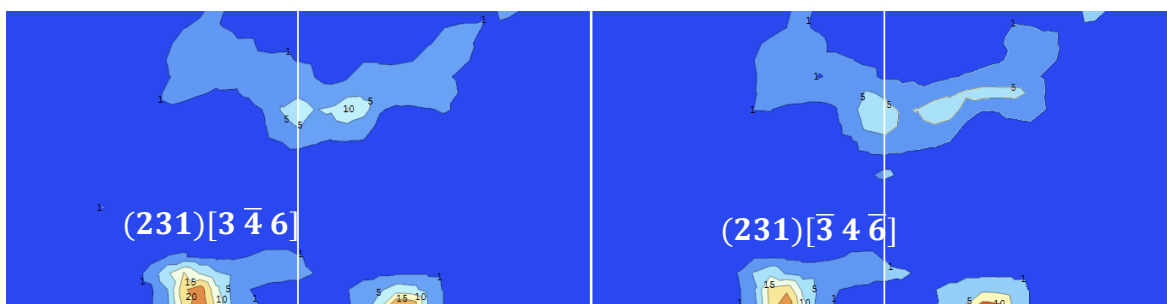


SEDF

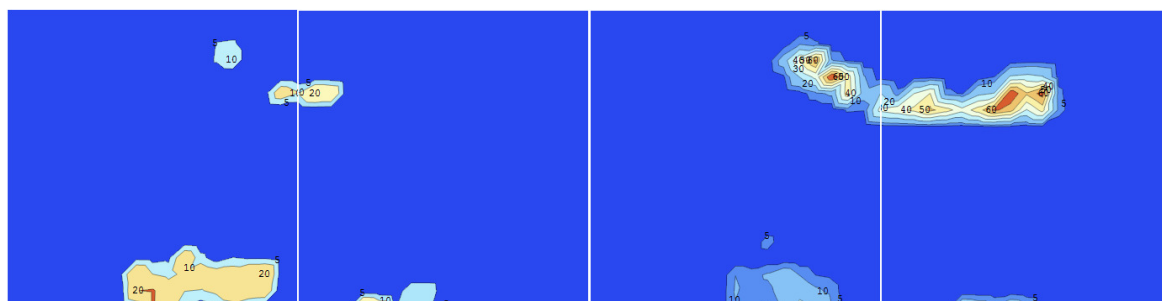


**Figura A4.7.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 30^\circ$

ODF

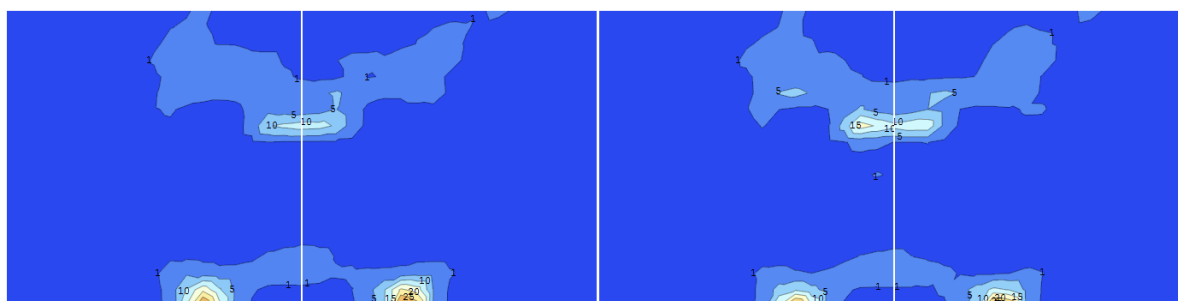


SEDF

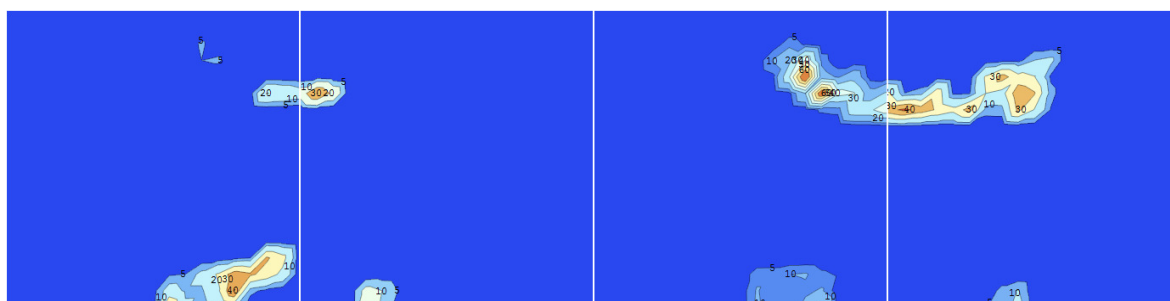


**Figura A4.8.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 35^\circ$

ODF

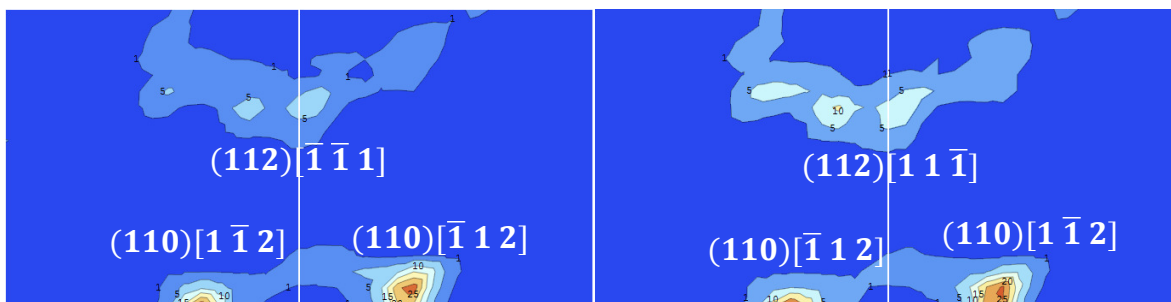


SEDF

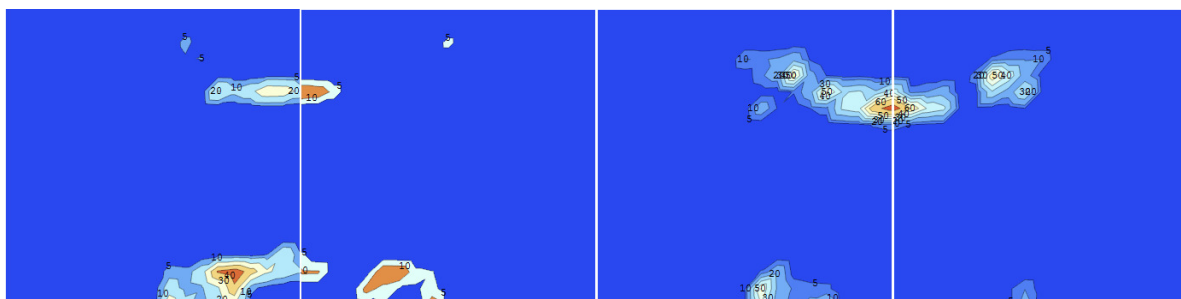


**Figura A4.9.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 40^\circ$

ODF



SEDF

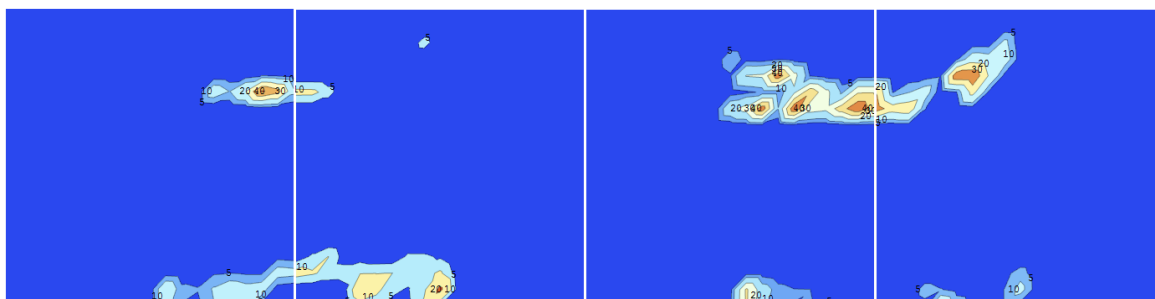


**Figura A4.10.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 45^0$

ODF



SEDF

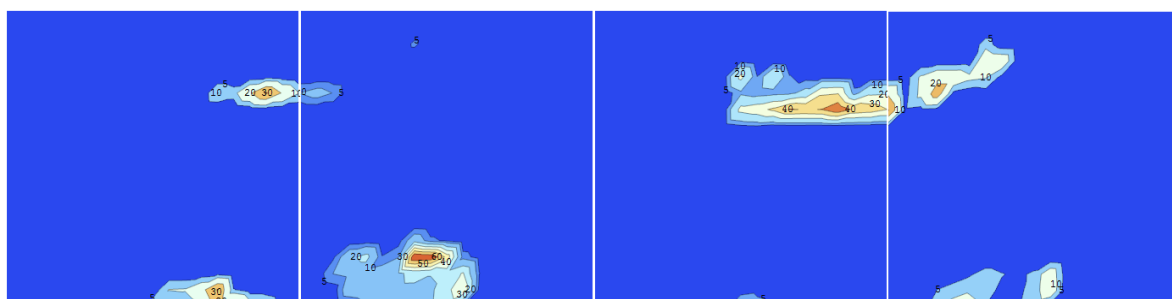


**Figura A4.11.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 50^0$

ODF



SEDF

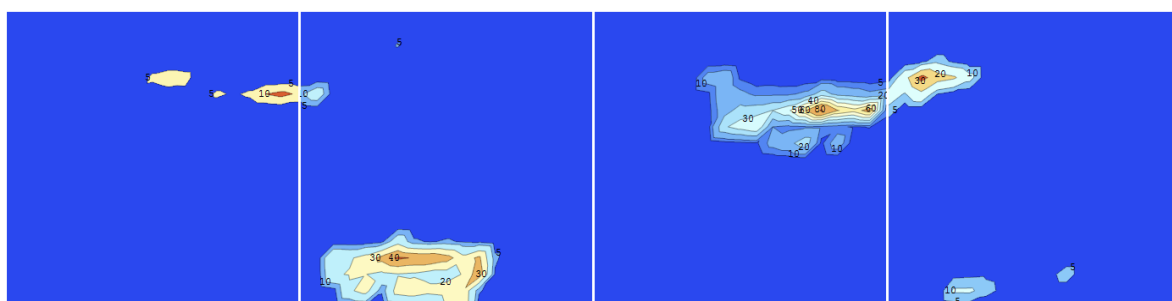


**Figura A4.12.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 55^\circ$

ODF



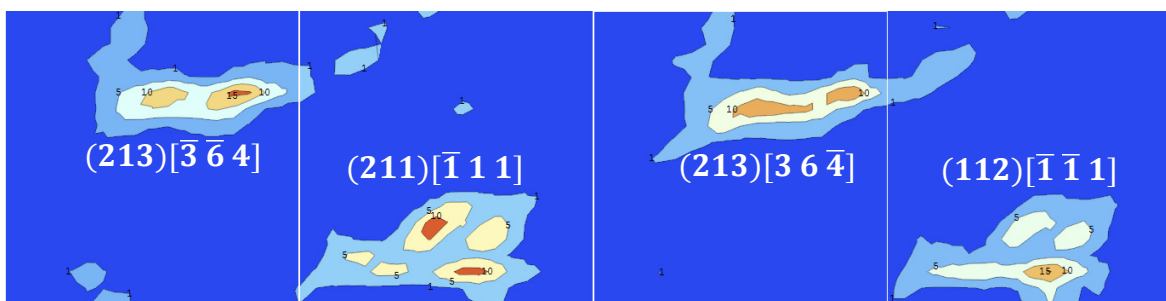
SEDF



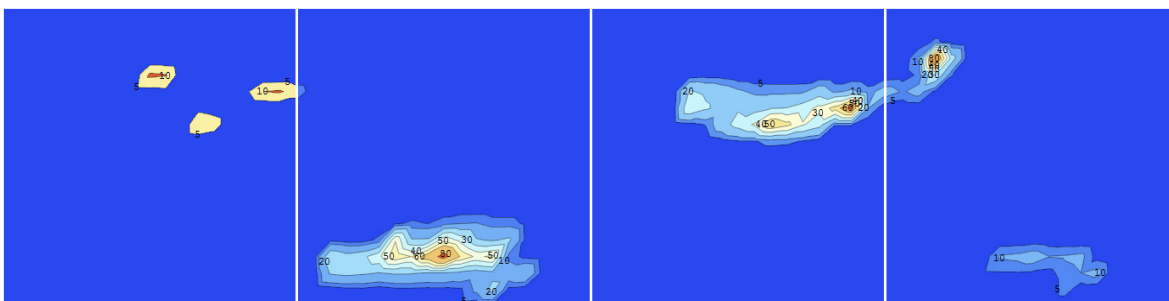
**Figura A4.13.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 60^\circ$



ODF

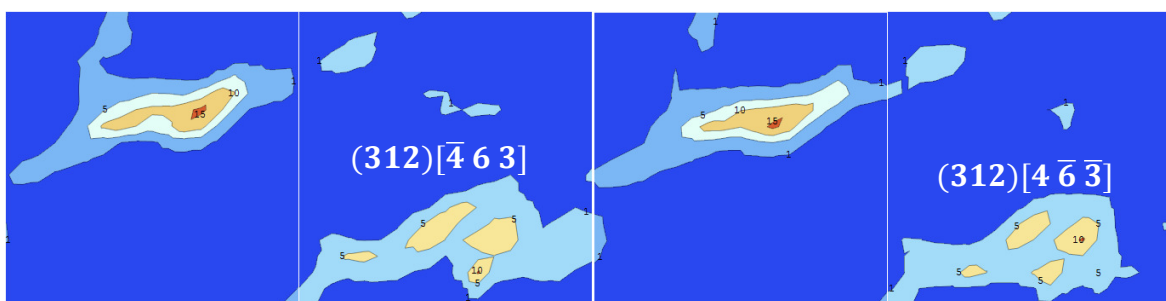


SEDF

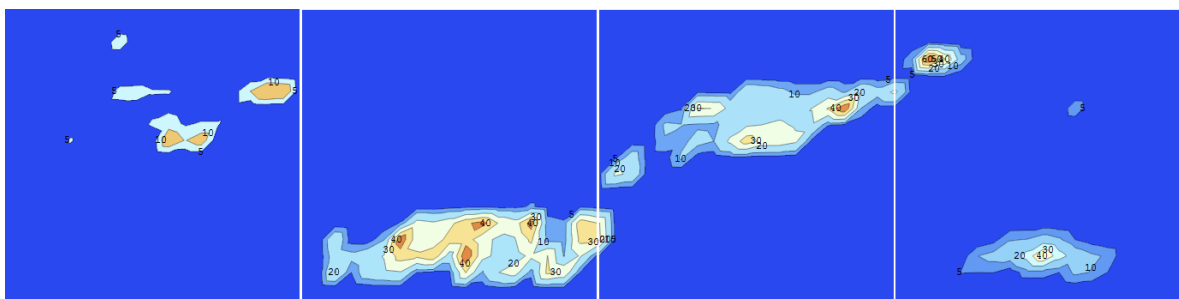


**Figura A4.14.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 65^\circ$

ODF

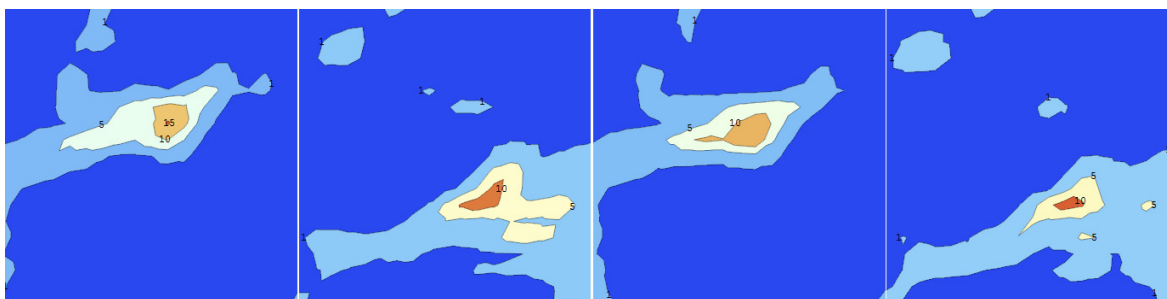


SEDF

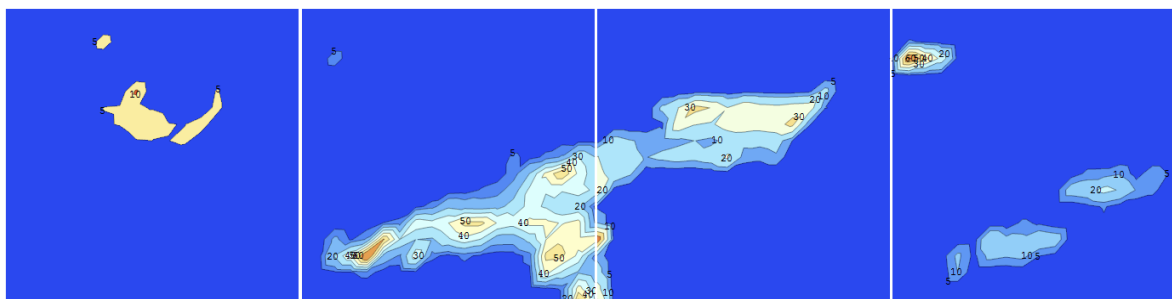


**Figura A4.15.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 70^\circ$

ODF

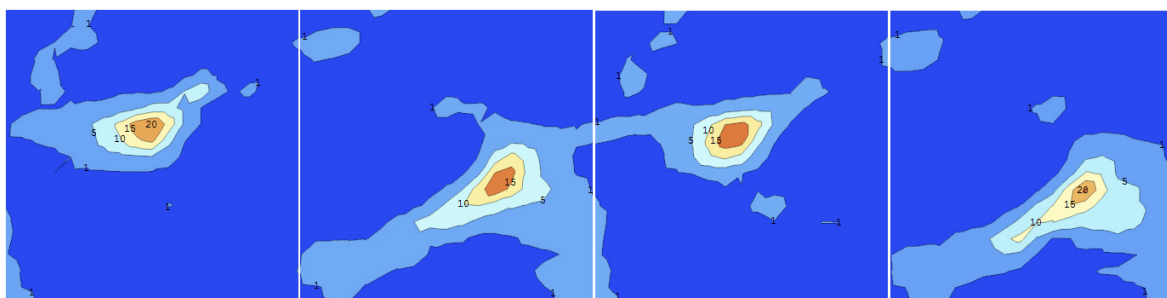


SEDF

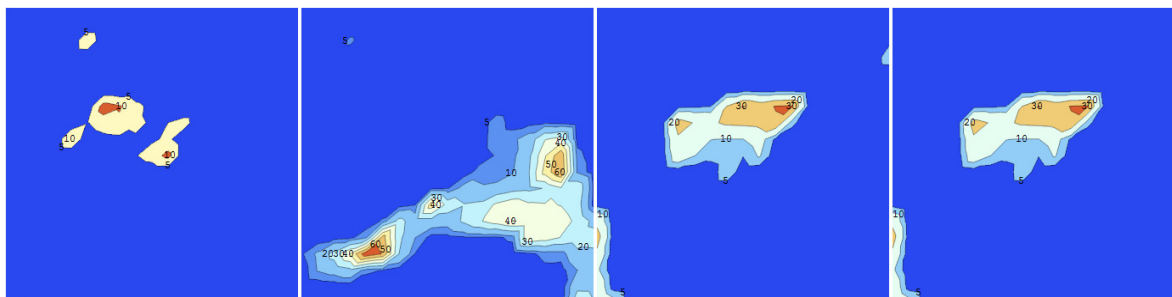


**Figura A4.16.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 75^\circ$

ODF

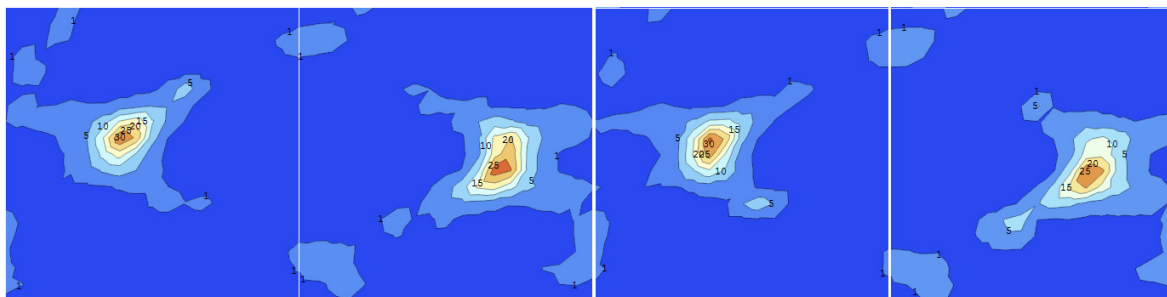


SEDF

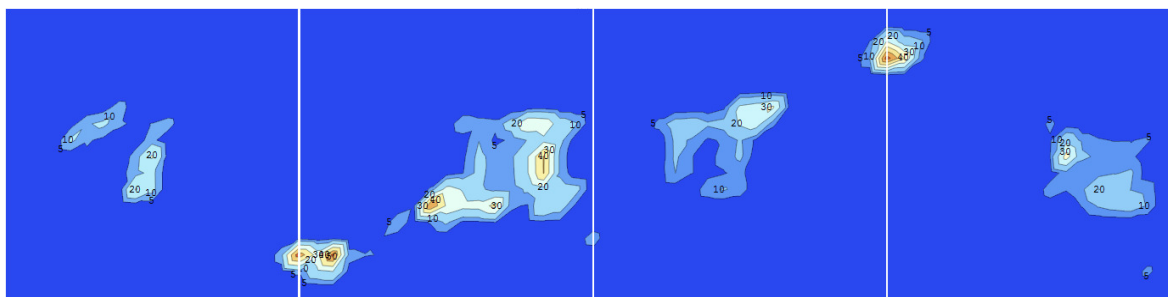


**Figura A4.17.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 80^\circ$

ODF

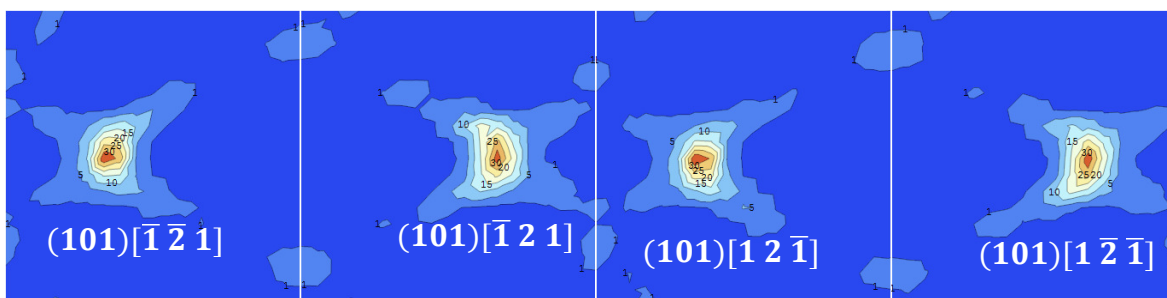


SEDF

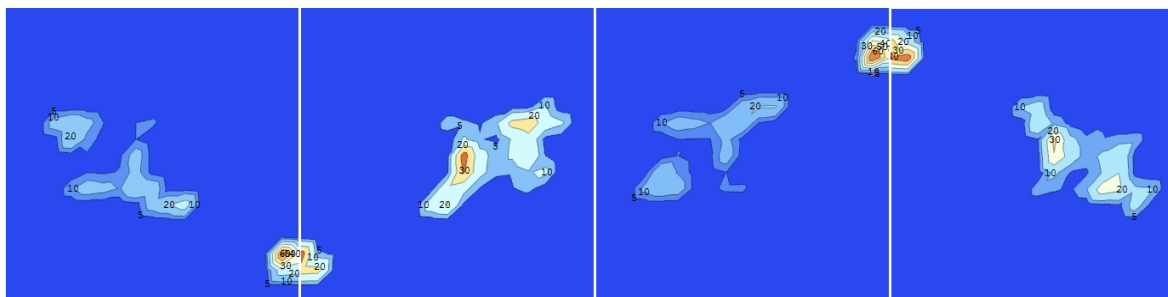


**Figura A4.18.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 85^\circ$

ODF



SEDF



**Figura A4.19.** ODF y SEDF para  $\phi_2 = 90^\circ$

## ***Trabajos académicos***

### **Trabajos en congresos**

- **Estudio de la microdureza de la aleación Fe-3%Si en relación con la orientación cristalográfica**, 31 Congreso Internacional de Metalurgia y Materiales. Octubre 2009. Saltillo, A. M. Salcedo Garrido, H. Mendoza León, F. Cruz Gandarilla
- **Figura de Polos Generalizadas de Metales y aleaciones**, XII Seminario Latinoamericano de Análisis por técnicas de Rayos X. Noviembre, 2010. A. M. Salcedo Garrido, F. Cruz Gandarilla, T. Baudin, H. F. Mendoza León, R. Penelle, M. Hesiquio Garduño.
- **Generalized Pole Figures and Stored Energy Distribution Function obtained by X-Ray Diffraction**, F. Cruz-Gandarilla, A. M. Salcedo-Garrido, T. Baudin, H. Mendoza-León, and R. Penelle, ICOTOM 14, India 2011
- **Figuras de Polos Generalizadas y Energía almacenada de una aleación Fe-50%Ni deformada en frío 90%**, A. M. Salcedo Garrido, F. Cruz-Gandarilla, T. Baudin, H. Mendoza-León, R. Penelle, XVI Reunión Nacional Académica de Física y Matemáticas, México D.F., Noviembre 2011

### **Artículos Aceptados**

- **GENERALISED POLE FIGURES IN METALS AND ALLOYS**, F. Cruz-Gandarilla, A. M. Salcedo Garrido, T. Baudin, H. Mendoza-León, R. Penelle, M. Hesiquio Garduño. Aceptado para la publicación en la Revista Mexicana de Física, 2010
- **Generalized Pole Figures and Stored Energy Distribution Function obtained by X-Ray Diffraction**, F. Cruz-Gandarilla, A. M. Salcedo-Garrido, T. Baudin, H. Mendoza-León, and R. Penelle, Aceptado para la publicación en ICOTOM 14, 2011
- **Figuras de Polos Generalizadas y Energía almacenada de una aleación Fe-50%Ni deformada en frío 90%**, A. M. Salcedo Garrido, F. Cruz-Gandarilla, T. Baudin, H. Mendoza-León, R. Penelle, Memorias de la XVI Reunión Nacional Académica de Física y Matemáticas, p.p. 452-456, Noviembre de 2011.

# Estudio de la Microdureza de una aleación Fe-3%Si en relación con la orientación cristalográfica.

Ana María Salcedo Garrido<sup>1</sup>, Francisco Cruz Gandarilla<sup>1</sup> y Héctor Mendoza León<sup>1</sup>

Escuela Superior de Física y Matemáticas. Instituto Politécnico Nacional (IPN), U.P.ALM, Lindavista C.P.07738, México D.F., México. Email- [fcruz@esfm.ipn.mx](mailto:fcruz@esfm.ipn.mx)



## INTRODUCCIÓN

En un material deformado, una fracción de la energía utilizada (entre 1 y 10%) es almacenada en forma de dislocaciones y defectos en la red. Usualmente la estructura final de las dislocaciones de un trabajo en frío es heterogénea. Su energía total es aproximadamente la suma de los siguientes términos:

$$W = W_{disl} + W_{FG}$$

$W_{disl}$  : Energía de las dislocaciones

$W_{FG}$  : Energía de las Fronteras de Grano

Existen dos métodos principales para medir la energía almacenada, los globales y los locales.

Los globales como la calorimetría diferencial miden la energía pero no especifican a que componentes microestructural están ligadas.

Los locales como los rayos x, los patrones de EBSD, las mediciones de microdureza asocian las mediciones a diferentes componentes microestructurales.

Estos últimos métodos son los mas útiles para el estudio de la cinética en procesos como la recrystalización ya que la energía almacenada es diferente para granos con diferente orientación.

Esta energía almacenada es la fuente que provee todos los cambios de propiedades que son típicos de los metales deformados y que es la fuerza motriz para la recrystalización.

No se tiene una ecuación que relacione de forma directa la energía almacenada y la dureza, sin embargo, se tiene una relación directamente proporcional entre la dureza y la densidad de dislocaciones, y entre la densidad de dislocaciones y la energía almacenada.

Así, muchos autores utilizan la microdureza como una aproximación de la densidad de dislocaciones  $H_v = 3\sigma_s + 3\alpha\mu b\rho^{1/2}$  y posteriormente está se utiliza en la ecuación de Wilkens quien propuso la siguiente ecuación.

$$W_{disl} = \frac{kb^2}{4\pi} \rho \ln \left( \frac{R_e}{r_0} \right)$$

dónde:

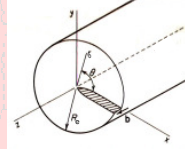
k: factor de energía de un tipo de dislocación dado (tornillo o borde).

b: Magnitud del vector de Burgers.

$\rho$ : densidad de dislocaciones

$R_e$  y  $r_0$ : radios de corte interno y externos respectivamente

La ecuación de Wilkens es la multiplicación de la energía de una dislocación por la densidad de dislocaciones.



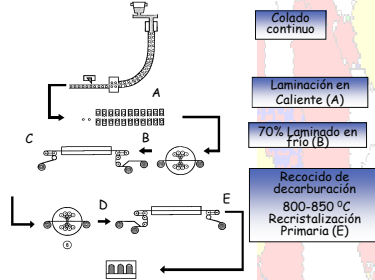
## Esquema de la ruta de procesamiento C60 de Fe-Si

Los principales procesos de granos orientados en Fe-Si son: C60 y Hi-B.

Recocido intermedio 875 - 950 °C (C)

60% laminado en frío (D)

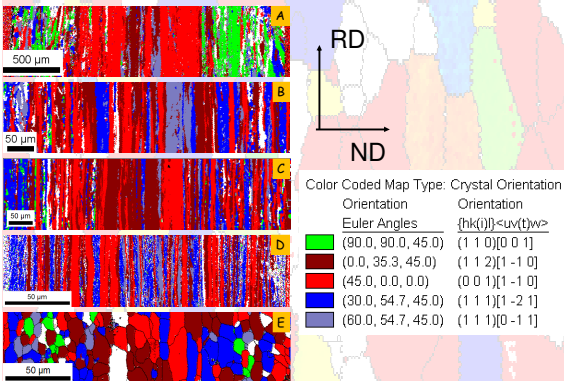
Recocido para recrystalización Secundaria



## Tabla de composición química en % peso

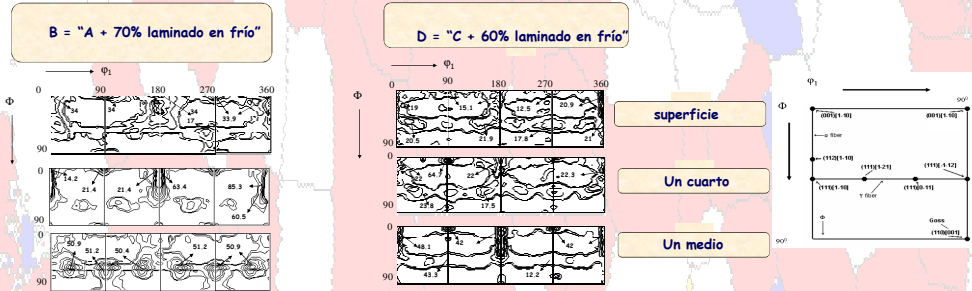
C %peso	Mn %peso	S %peso	Si %peso	Cu %peso
0.04	0.06	0.02	3.2	0.16

## Mapas de EBSD (usando contraste por orientación) de secciones completas de las láminas.



## RESULTADOS

### Secciones de ODF a $\phi_2=45^\circ$ obtained por DRX



## DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Los mapas de EBSD muestran la distribución de las diferentes orientaciones cristalográficas en los diferentes tratamientos termomecánicos.

Las imágenes de ODF, muestran los diferentes componentes de textura presentes en los tratamientos termomecánicos

De las figuras se puede apreciar que la apariencia de la superficie de las fibras  $\alpha$  es mas suave que la de las fibras  $\gamma$ .

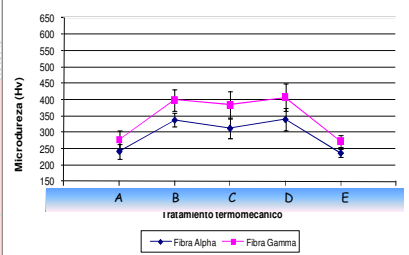
Los valores de la dureza en las fibras  $\alpha$  son menores en una razón de 1.3 a las fibras  $\gamma$ , estos valores son cercanos a los reportados por Borbély y colaboradores que reportan una razón de dureza entre la fibra  $\alpha$  y  $\gamma$  de 1.8 en aceros bajo carbono.

Los valores de dureza son mayores en el caso de los tratamientos de deformación en frío como se puede observar en la gráfica.

### Tabla de valores de la Microdureza de las fibras $\alpha$ y $\gamma$ de Fe-Si

Tratamiento	Alpha (Hv)	Gamma (Hv)	Hv( $\gamma$ )/Hv( $\alpha$ )
Laminado en caliente	241	277	1.15
Laminado en frío (60%)	338	399	1.18
recocido (850 °C 40 seg.)	313	384	1.23
Lamiando en frío (70%)	340	407	1.19
recocido (830 °C 4min)	236	273	1.16

### Evolución de la microdureza de las fibras de un Fe-3%Si

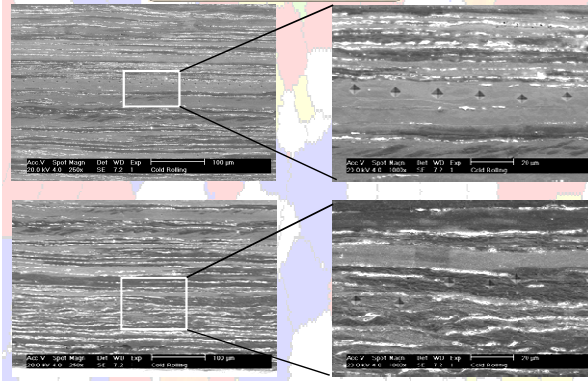


## CONCLUSIONES

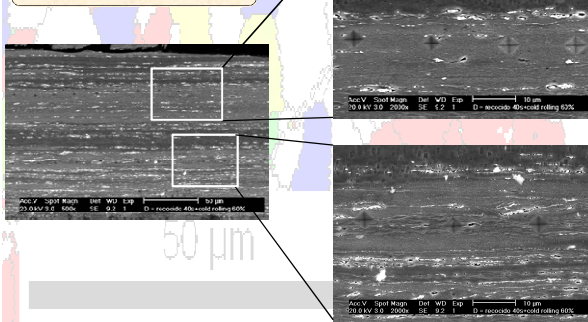
- >La dureza es mayor en los estados deformados B y D.
- >La dureza es mayor para la fibra gamma que para la alfa
- >La relación entre las durezas de las componentes es muy semejante e independiente del tratamiento

### Fotos y datos obtenidos de Microdureza para las fibras $\alpha$ y $\gamma$ de Fe-3%Si

#### B = "A + 70% laminado en frío"



#### D = "C + 60% laminado en frío"





# GENERALIZED POLE FIGURES IN METALS AND ALLOYS

A. M. Salcedo Garrido<sup>1</sup>, F. Cruz-Gandarilla<sup>1</sup>, T. Baudin<sup>2,3</sup>, H. Mendoza-León<sup>1</sup>, R. Penelle<sup>2,3</sup>, M. Hesiquio Garduño<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Instituto Politécnico Nacional, Escuela Superior de Física y Matemáticas, Edificio de Ciencia de los Materiales, Edificio 9, U.P.A.L.M., Colonia San Pedro Zacatenco, Del. Gustavo A. Madero, México, D.F., C.P. 07738.

<sup>2</sup> CNRS, UMR8182, ICMMO, Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide, Orsay, F-91405., France

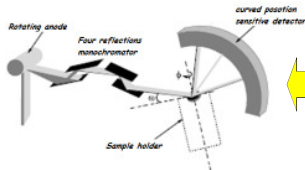
<sup>3</sup> University of Paris-Sud, Orsay, F-91405., France

<sup>4</sup> Instituto Politécnico Nacional, Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, Edificio 6, U.P.A.L.M., Colonia San Pedro Zacatenco, Del. Gustavo A. Madero, México, D.F., C.P. 07738.

## INTRODUCTION

Anisotropic polycrystalline materials (bulk and thin films) show microstructural features that affect their properties, such grain and subgrain sizes, lattice deformations, crystallographic texture, phase volumes, etc. Subgrain size (crystallite size, coherent diffraction domain, etc.) and microstrain have been widely studied by X-Ray Diffraction, but in general, these studies do not consider the anisotropy of the polycrystals (which are assumed non-textured polycrystals).

Two approaches have been used to handle this problem, the first is known as Combined Analysis (CA) and the second Generalized Pole Figures (GPF). The main difference between them is experimental rather than conceptual. The first approach uses complete diffraction patterns, measured for a set of polar and azimuthal angles (Euler goniometer), which are processed either by a Whole Pattern Fitting or by Rietveld method considering texture, crystallite size, etc. In the second approach, measurements of profiles from individual peaks (not overlapping) are made for different polar and azimuthal angles

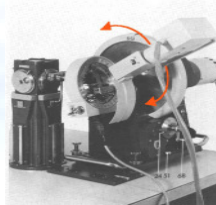


Diffractometer associating a position sensitive detector with a fixed sample and parallel beam

### CA-Combined Analysis

-a sensitive position detector is used to cover a wide range of the pattern, INEL PSC 120 or PSC 590.

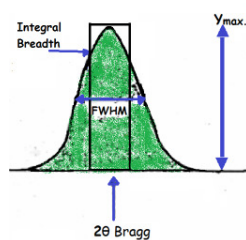
-Advantage: To analyze complex patterns, with many peaks with overlapping -> deconvolution.



### GPF

- A scintillation detector is employed
- For substances with few peaks (metals and alloys).
- consumes less time in conventional diffractometers.
- Disadvantages: zones in the GPF with indeterminate intensity values are not taken in account, this means that their values are only reliable for the fundamental components of the texture.
- Peak deconvolution is not possible in this approach.

The GPF have been used to study the stored energy produced in deformed metals and alloys, but essentially neutrons diffraction has been used for these measurements, where defocusing is absent. The stored energy is the driving force of recrystallization, and the Stored Energy Distribution Function (SEDF), (obtained from the GPF of stored energy), is used in the simulation of the recrystallization processes such as for the study of the deformed processes.



### AIM OF THIS WORK AND EXPERIMENTAL SETTINGS

-Implement the technique for GPF measuring, software for data processing and measuring was developed for GPF in a FeNi alloy.

pV profile peak function was used. Integral breadth was calculated from Full Width at Half Maximum (H) and the mixing parameter (n). the profile peak was fitted with a pseudo-Voigt peak shape function.

The calculated Gaussian and Lorentzian (Cauchy) Integral Breadths, were used to carry out instrumental corrections according to Two Stages Method. (single line approach)

Gaussian component -> microstrain  
Lorentzian component -> crystallite size

The GPF of the stored energy is calculated using

$$E_{hkl}(\alpha, \beta) = V_{mol} \frac{3}{2} \frac{Y_{hkl}}{(1 + 2\gamma_{hkl}^2)} \xi_{max}^2(\alpha, \beta)$$

$E_{hkl}(\alpha, \beta)$  -> Energy Density associated to the planes (hkl) for the polar  $\alpha$  and azimuthal  $\beta$  angles

$V_{mol}$  -> Molar volume

$Y_{hkl}$  -> Anisotropic Young module

$\gamma_{hkl}^2$  -> Anisotropic Poisson coefficient

$\xi_{max}^2(\alpha, \beta)$  -> Maximum deformation

## RESULTS

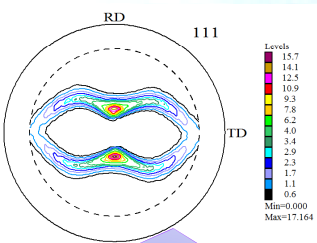


Figure 1. Crystallographic texture. Incomplete Pole Figures (IPF) ( $0^\circ \leq \alpha \leq 75^\circ$ ,  $0^\circ \leq \beta \leq 360^\circ$ ) measured with a fixed position detector (2θ) corresponding to the (111) Miller Planes. Cu type texture was obtained in this sample.

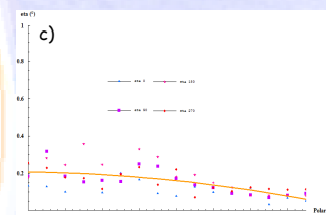
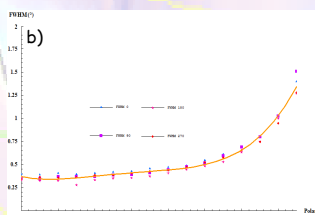
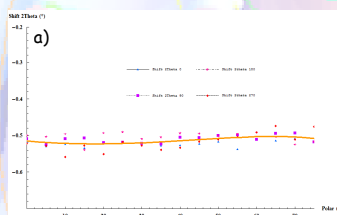


Figure 2. Instrumental functions obtained. Corresponds to: a) the diffraction peak shift, b) to Full Width at Half Maximum and c) Mixing parameter (eta-n) for the pseudo-Voigt, all depending on the polar angle, for (111) planes. In the case of peak shift (a) exists a zero-shift, but not a great dispersion of the values around the mean value (which a fair adjustment between axes). The FWHM plot (b) shows that the defocusing is significant for values greater than  $50^\circ$  in polar angle. The Eta (n) is the most sensitive variable judging by the great dispersion values. Values throughout all the range of the polar angle are close to zero, involve a Gaussian behavior, this being more marked as the polar angle increases.

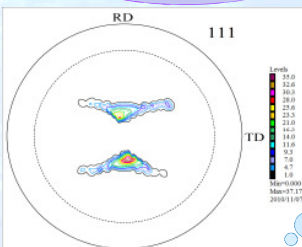


Figure 3. GPF (Intensity) from the (111) plane obtained using the select angles ( $\alpha, \beta$ ), in good agreement with the conventional IPF from texture (Figure 1, main values) and they show a clear orthorhombic sample symmetry.

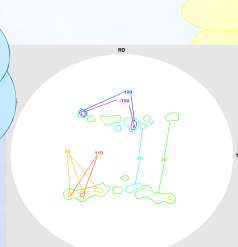


Figure 4. GPF corresponding to peak shift (111) plane, plotting magnitude:  $\Delta d/d \times 10000$ . Irregular changes of peak position is observed, unlike in the Perlovich work were regular behavior around the texture peak is present.

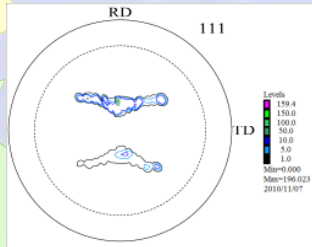


Figure 5. GPF for crystallite size (Å) for the (111) plane, the maximum value is 160 Å. The GPF do not have orthorhombic sample symmetry, but a triclinic sample symmetry. The values in the upper part Texture components  $\{112\}\langle 11-1 \rangle$ ,  $\{123\}\langle 6-43 \rangle$ ,  $\{231\}\langle 3-46 \rangle$  have larger crystallite size values than those of the lower part (Texture components  $\{112\}\langle -1-11 \rangle$ ,  $\{213\}\langle -3-64 \rangle$ ,  $\{231\}\langle -34-6 \rangle$ ).

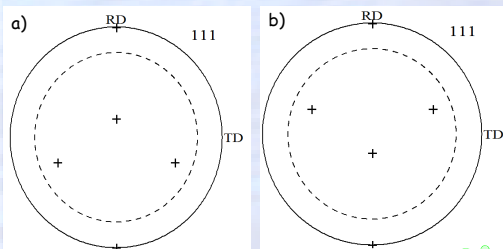


Figure 6 a) and b) the ideal components for copper  $\{112\}\langle 11-1 \rangle$  and  $\{112\}\langle -1-11 \rangle$  are shown from these figures, there is not equivalence between components in Figure 5.

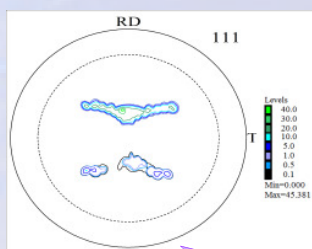


Figure 7. GPF of stored energy (J/mol) for the (111) planes. A result similar to the one obtained in crystallite size in the same that it does not show orthorhombic sample symmetry.

The fact that the sample has orthorhombic sample symmetry in the intensity but not in the other magnitudes (crystallite size and stored energy) is remarkable. For instance, many measurements have been done only in the first quadrant of the pole figures, assuming that "if orthorhombic sample symmetry exists in the intensity pole figure, the same is going to happen in the other magnitudes". This assumption implies an underestimation or overestimation of the measurement values.

## CONCLUSIONS

>Generalized Pole Figures methodology was implemented and used to measure a 48wt% Ni-0.5wt% Mn-Fe sheet.

>The existence of orthorhombic sample symmetry in Pole Figures for the Intensity does not necessary implies that other magnitudes, like store energy or crystallite size have this sample symmetry.

## INTRODUCCIÓN

La medición de la energía almacenada se ha realizado según dos grupos de técnicas, las que miden la energía almacenada globalmente (sin importar aspectos locales como orientación de los granos, etc.) y métodos locales (donde se tiene en cuenta la orientaciones de los granos, su distribución espacial etc.) [2,3]. Los valores de la energía almacenada medidas mediante métodos locales como Difracción de Rayos-X, (DRX), Patrones de Electrones Retrodispersados en un Microscopía Electrónica de Barrido, (EBSD-MEB) o Microscopía electrónica de Trasmisión, (TEM) son utilizados en el estudio del proceso de recristalización, donde es una de las magnitudes fundamentales en la simulación por computadora de este proceso.

En el presente trabajo se ha enfocado a medir esta energía almacenada mediante DRX utilizando la metodología de las Figuras de Polos Generalizadas (FPG), las cuales nos permiten el estudio microestructural de los policristales anisótropos micro y nanoestructurados. Las FPG consisten en la representación espacial de una propiedad física anisotrópicas  $\Omega(\varphi)$  en función de las direcciones en el espacio de la muestra  $\varphi = \varphi(\alpha, \beta)$ , donde  $\alpha$  y  $\beta$  son las coordenadas angulares de la dirección

### Ecuación de Stibitz (Energía Almacenada)

$$E_{hkl}(\alpha, \beta) = V_{mol} \frac{3}{2} \frac{Y_{hkl}}{(1 + 2\gamma_{hkl}^2)} \xi_{max}^2(\alpha, \beta)$$

$E_{hkl}(\alpha, \beta)$  Energía almacenada para un plano (hkl) en una posición polar  $\alpha$  y azimutal  $\beta$ .

$V_{mol}$  Volumen molar

$Y_{hkl}$  Módulo de Young

$\gamma_{hkl}^2$  Razón de Poisson

$\xi_{max}^2(\alpha, \beta)$  Deformación Máxima

$$\gamma_{hkl} = \frac{-(S_{12} + A_{hkl} S)}{(S_{11} - 2 A_{hkl} S)}$$

$$\gamma_{hkl} = \frac{1}{(S_{11} - 2 A_{hkl} S)}$$

### Función de Distribución de Energía Almacenada

El cálculo de la SEDF se realiza mediante el tratamiento de Kallend

$$\bar{E}(\alpha, \beta) = \frac{\int_{\varphi} E(\varphi, \alpha, \beta) f(\varphi, \alpha, \beta) d\varphi}{\int_{\varphi} f(\varphi, \alpha, \beta) d\varphi}$$

donde  $f(\varphi, \alpha, \beta)$  es la ODF y  $\varphi$  es una trayectoria en el espacio de Euler donde se mantiene constantes los ángulos  $(\alpha, \beta)$  de la proyección estereográfica

$$E(\varphi, \alpha, \beta) = \frac{\Omega(\varphi, \alpha, \beta)}{N_f(\varphi, \alpha, \beta)}$$

donde  $N$  es una constante que relaciona  $\Omega(\varphi, \alpha, \beta)$  recalculados con los valores verdaderos  $E(\varphi, \alpha, \beta)$ .

$$\bar{\Omega}_i = \frac{\bar{\Omega}_i}{N_j} \quad \text{ó} \quad N_j = \frac{\bar{\Omega}_i}{\bar{\Omega}_j}$$

## RESULTADOS

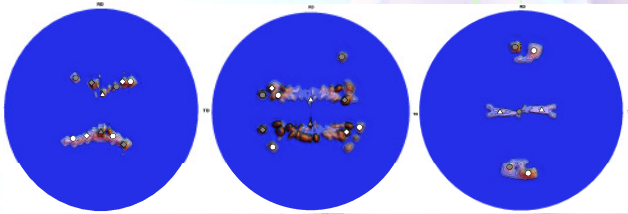


Figura 1. FPG del tamaño de Cristalito de un Fe-50%Ni.

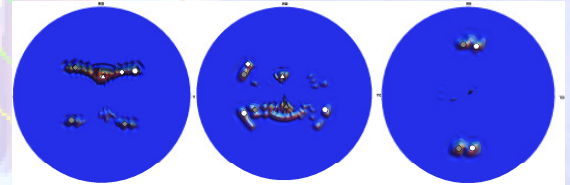


Figura 2. FPG de Energía Almacenada del Fe-50%Ni.

Tabla 1. Energía Almacenada de los principales componentes de textura de un Fe-50%Ni

Componente de Textura	Símbolo	Energía Almacenada [J/mol]
Brass1 {011}<-2-11>	◆	37
Brass2 {011}<2-11>	◇	13
Cobre1 {112}<11-1>	▲	80
Cobre2 {112}<-1-11>	△	15
S1{213}<36-4>	●	60
S3{213}<-3-64>	○	10

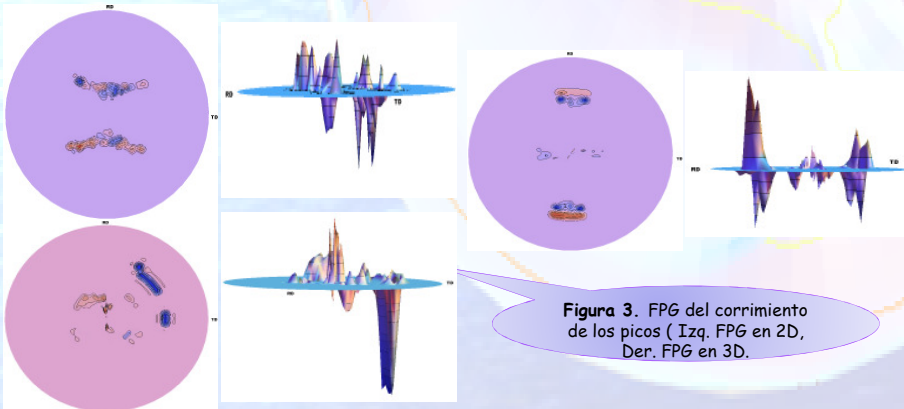


Figura 3. FPG del corrimiento de los picos ( Izq. FPG en 2D, Der. FPG en 3D.

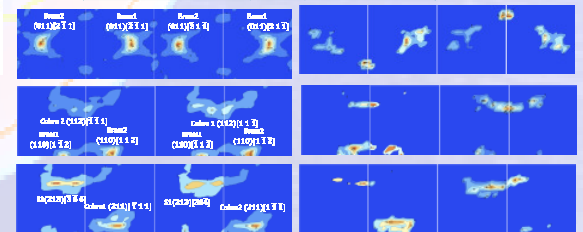


Figura 4. ODF (Izq.) y SEDF (Der.) para  $\varphi_2 = 0^\circ$ ,  $\varphi_2 = 45^\circ$  y  $\varphi_2 = 60^\circ$  del Fe-50%Ni, Isolinneas 30, 25 20, 15, 10, 5, 1 [m.r.d.] y 80, 60, 40, 20, 10, 5, 3 [J/mol] respectivamente

## CONCLUSIONES

Las conclusiones de este trabajo se resumen en los siguientes puntos:

- Se puso a punto la metodología de medición de las FGP y el cálculo de la SEDF.
- Se obtuvo una diferencia en la simetría de las ODF y SEDF. La simetría de la SEDF no corresponde con una simetría ortorrómbica de muestra como si lo hace la ODF. Resultados similares se obtienen entre la FPG y las FP.
- Se encontró que la componente de Cobre1 es la que tiene mayor energía. Esto es congruente con resultados reportados en la literatura.
- Entre las dos componentes que conforman la componente Brass, una de ellas tiene mayor energía.

Este es el primer trabajo realizado para obtener FPG sin imposición la simetría ortorrómbica de muestra a las FPG y a la SEDF. En las FPG's obtenidas se observa que no hay una simetría ortorrómbica de las FPG, esta característica es resultado de la anisotropía del Fe-50%Ni y de la simetría de las diferentes propiedades microestructurales.

Los modelos utilizados en cálculo del Módulo Young y la razón de Poisson proporcionan más de una ecuación, a lo que se une a que en la literatura se encuentra más de un valor para los coeficientes de la elasticidad (Compliance) utilizado en estos modelos esto unido al problema del cálculo de la constante de normalización trae como consecuencia de que solo es posible una comparación de valores relativos de las SEDF obtenidos en este trabajo con los valores de las SEDF reportados en la literatura, obteniéndose un buen acuerdo en la comparación global.

En la Fig.4 se observa que la componente con mayor energía almacenada es la Cobre1, seguido de la componente S1. En la Tabla I se reportan los valores de energía almacenada para los principales componentes de textura del Fe-50%Ni.



# GENERALIZED POLE FIGURES IN METALS AND ALLOYS

F. Cruz-Gandarilla<sup>1</sup>, A. M. Salcedo Garrido<sup>1</sup>, T. Baudin<sup>2,3</sup>, H. Mendoza-León<sup>1</sup>, R. Penelle<sup>2,3</sup>,  
M. Hesiquio Garduño<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Instituto Politécnico Nacional, Escuela Superior de Física y Matemáticas, Edificio de Ciencia de los Materiales. Edificio 9, U.P.A.L.M., Colonia San Pedro Zacatenco, Del. Gustavo A. Madero, México, D.F., C.P. 07738.

<sup>2</sup> CNRS, UMR8182, ICMMO, Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide, Orsay, F-91405., France

<sup>3</sup> University of Paris-Sud, Orsay, F-91405., France

<sup>4</sup> Instituto Politécnico Nacional, Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, Edificio 6, U.P.A.L.M., Colonia San Pedro Zacatenco, Del. Gustavo A. Madero, México, D.F., C.P. 07738.

**E-mail:** fcruz@esfm.ipn.mx

(Recibido el ####; aceptado el ####)

## ABSTRACT

Properties of anisotropic polycrystalline materials are related to microstructure and structural features, such as grain and subgrain sizes, lattice deformations and crystal texture, etc.. Generalized Pole Figures (GPF) are an attempt to extend the measurement of magnitudes as subgrain size (crystallite size, diffraction coherent domain, etc.) and microstrain for anisotropic materials. The GPF have been used to study the stored energy, a key factor for different processes, as recrystallisation. In this work, the technique for measuring GPF (measurements and software) was implemented and applied to the study metal alloys. Microstructural characterization and GPF of texture, crystallite size, stored energy, diffraction peak shift, (among others) have been obtained.

**Keywords:** *Texture; Generalized Pole Figures, X-Ray.*

## RESUMEN

Las propiedades de los materiales policristalinos anisótrpos están relacionadas con aspectos estructurales y microestructurales de los mismos. Magnitudes como el tamaño de grano, el tamaño de subgrano, las deformaciones en la red, la textura cristalográfica, etc. son ejemplo de algunas de estas. Las Figuras de Polos Generalizadas (GPF) son un intento por extender la medición de magnitudes como el tamaño de subgrano (tamaño de cristalito, dominio coherente de difracción, etc.) y las microdeformaciones a materiales anisótrpos. Las GPF han sido utilizadas en el estudio de la energía almacenada, factor clave de diferentes procesos, como es la recrystalización. En el presente trabajo se implementó la técnica de medición de GPF (mediciones y software) aplicándola al estudio de aleaciones metálicas. Se obtuvieron GPF de textura, de tamaño de cristalito, de energía almacenada, corrimiento de posiciones de los máximos de difracción, etc.

**Palabras clave:** *Textura, Figura de Polos Generalizadas, Difracción de Rayos-X, Anisotropía,*

PACS:81.40.Ef ( Texture. materials treatment effects on.), PACS:61.72.-y (Microstructure.Crystals.), PACS: 61.05.cp (Diffraction x-ray.), PACS :81.05.Xj (Anisotropic media)

## I. INTRODUCTION

Anisotropic polycrystalline materials (bulk and thin films) show microstructural features that affect their properties, such grain and subgrain sizes, lattice deformations, crystallographic texture, phase volumes, etc. Subgrain size (crystallite size, coherent diffraction domain, etc.) and microstrain have been widely studied by X-Ray

Diffraction, but in general, theses studies do not consider the anisotropy of the polycrystals (which are assumed non-textured polycrystals).

Two approaches have been used to handle this problem, the first is known as Combined Analysis (CA) [1-7] and the second Generalized Pole Figures (GPF) [8-11]. The main difference between them is experimental rather than conceptual. The first approach uses complete diffraction



patterns, measured for a set of polar and azimuthal angles (Euler goniometer), which are processed either by a Whole Pattern Fitting or by Rietveld method [12-14] considering texture, crystallite size, etc. In the second approach, measurements of profiles from individual peaks (not overlapping) are made for different polar and azimuthal angles.

The first approach consumes large measurement times, unless a sensitive position detector is used to cover a wide range of the pattern, with an acceptable resolution (INEL PSC 120 or PSC 590 [15]). This approach has the great advantage of being able to analyze complex patterns, with many peaks, that can be deconvoluted. The second approach is suitable to substances with few peaks (metals and alloys). This approach, consumes less time in diffractometers without position sensitive detectors (such as scintillation detectors), but it has disadvantages of having zones in the GPF with indeterminate intensity values (zones where it is not possible to measure peak profiles, due to low peak intensity [16]), this means that their values are only reliable for the fundamental components of the texture [17]. Peak deconvoluting is not possible in this approach.

The GPF have been used to study the stored energy produced in deformed metals and alloys [18-22], but essentially neutrons diffraction has been used for these measurements, where defocusing is absent. The stored energy is the driving force of recrystallization, and the Stored Energy Distribution Function (SEDF), (obtained from the GPF of stored energy), is used in the simulation of the recrystallization processes [23-27]. GPF have also been used for the study of the deformed materials [28-30].

The work attempts to implement the technique for GPF measuring, by developing the software for data processing and measuring the GPF in a FeNi alloy. The results obtained are GPF of peak shift, crystallite size and stored energy.

A pseudo-Voigt peak shape function was employed [31-32] for the profile fitting, from the Full Width at Half Maximum (H) and the mixing parameter ( $\eta$ ) of the peak, the Gaussian and Lorentzian (Cauchy) Integral Breadths were calculated. They were used to carry out instrumental corrections according to Two Stages Method [33, 12]. The Gaussian and Lorentzian components of physical profile are related to microstrain and crystallite size respectively, according to the Single Line Method [34-35].

The GPF of the stored energy is calculated using [18, 36]:

$$E_{hkl}(\alpha, \beta) = V_{mol} \frac{3}{2} \frac{Y_{hkl}}{(1+2\gamma_{hkl}^2)} \xi_{max}^2(\alpha, \beta) \quad (1)$$

where:

$E_{hkl}(\alpha, \beta)$  → Energy Density associated to the planes (hkl) for the polar  $\alpha$  and azimuthal  $\beta$  angles

$V_{mol}$  → Molar volume

$Y_{hkl}$  → Anisotropic Young module.

$\gamma_{hkl}$  → Anisotropic Poisson coefficient.

$\xi_{max}$  → Maximum deformation

The anisotropic Young module and the Poisson coefficient were calculated using the formulas of Ceretti [37] and the data reported in [38-40].

Instrumental Functions (**IF**) in order to correct the effects of peak shift (product of the misalignment and misadjustment of the different rotation axes), Full Width at Half Maximum (H-FWHM, product of the defocusing), etc. were obtained. **IF** were determined by adjusting the experimental data with a polynomials depending on the polar angle as follows (2).

$$H_{inst} = \sum_{i=0}^4 a_i \alpha^i \quad (2)$$

where:

$H_{inst}$  → Instrumental Full Width at Half Maximum.

$\alpha$  → Polar Angle (degree).

Similar expressions were used for the other instrumental functions (since measurements were made in the surroundings of a 2 $\theta$  position (single line), the instrumental functions depend only on the polar angle).

## II MATERIALS AND METHODS

A 90% cold rolled sheet with a composition of 48%wt Ni-0.5%wt Mn-Fe with  $\gamma$  phase (fcc) structure and Copper type texture was used.

The measurements of GPF were made in a PHILIPS texture goniometer, model PW1078-25, with a MoK $\alpha$  radiation source, modified in order to make 0-2 $\theta$  scanings for different polar and azimuthal angles [41].

Programs **Standarg** and **MeteFPG2** in **C** language were developed to control texture goniometer for instrumental functions measurements and 0-2 $\theta$  scanning for selected polar and azimuthal angles (the values greater than 1% of the maximum peak intensity were only considered) for each texture pole figure.

Instrumental corrections were carried out using a Ni Standard tablet (position, profile width and mixing parameter) prepared from Ni powder (Alfa-Aesar 99% purity) annealed under isothermal treatment 5h at 650°C in H $_2$  atmosphere in order to remove for microstrain and crystallite size effects. The quality of the standard was evaluated using LaB $_6$  NIST standard (SRM 660a) in a D500 Bruker diffractometer with CoK $\alpha$  radiation source.

The data were processed using the programs:

**Young-anis.nb** → Calculation of the Young Module and Poisson Coefficient.

**FPG-Correction .nb** → Calculation of the Instrumental Functions.

**Measure Selection angles from PF texture-tri.nb** → Selection of the polar and azimuthals angles to measure using Incomplete Pole Figures from Texture.

**GPF-Obtaining-Correction.nb** → To obtain an instrumentally corrected GPF.

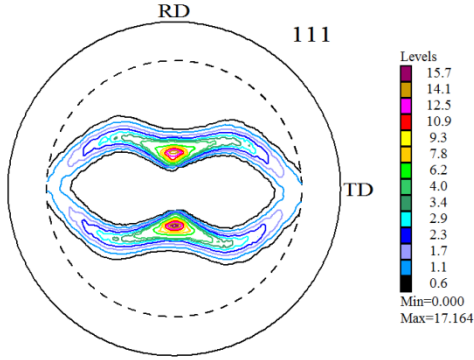
**GPF-Complete-tri.nb** → Completes the GPF with values corresponding to the polar and azimuthal angles not

measured. Output files with the LABOTEX [42] and BEARTEX [43] programs formats are also obtained (in order to perform calculations of distributions functions).

This software was developed in Mathematica 5.1 [44]. For profile peak fitting Fullprof software [31] was employed.

### III RESULTS AND DISCUSSION

Figure 1 shows the texture Incomplete Pole Figures (IPF) ( $0^\circ \leq \alpha \leq 75^\circ$ ,  $0^\circ \leq \beta \leq 360^\circ$ ) measured with a fixed position detector ( $2\theta$ ) corresponding to the (111) Miller planes. A wide detector slits was employed to capture the entire peak.



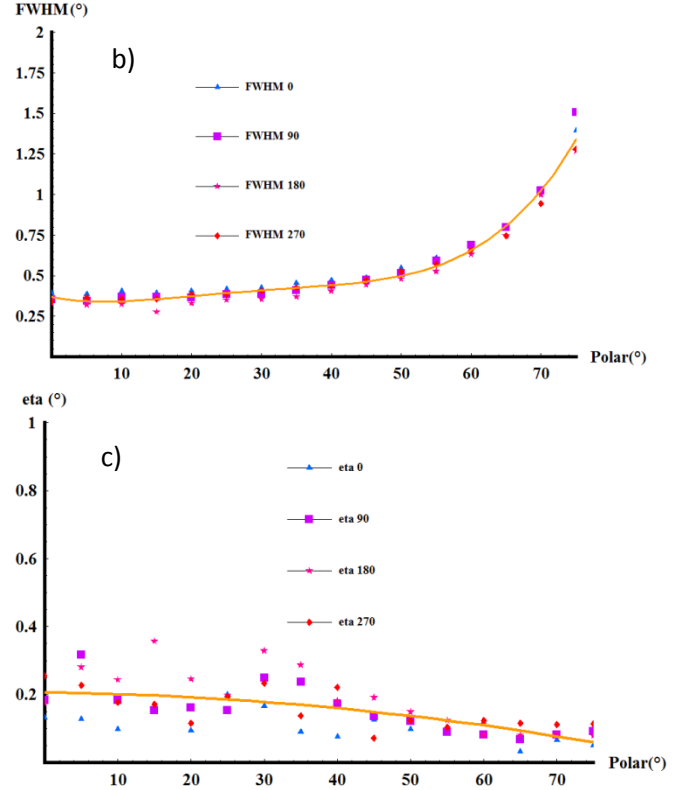
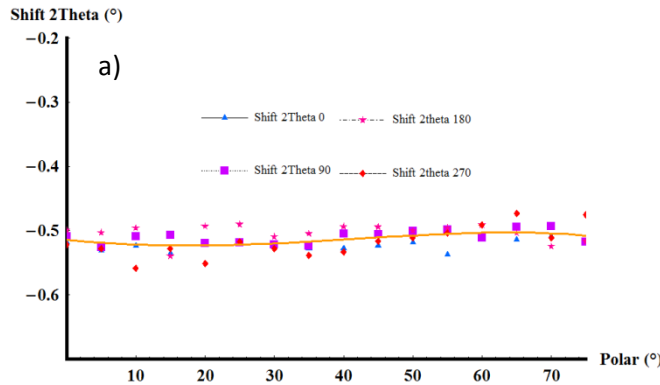
**Figure 1.** Incomplete Pole Figures (111) from cold rolling FeNi.

Cu type texture was obtained in this sample.

From these IPF, the value of the polar and azimuthal angles (where the intensity is greater than 0.01x from peak maximum intensity) were selected.

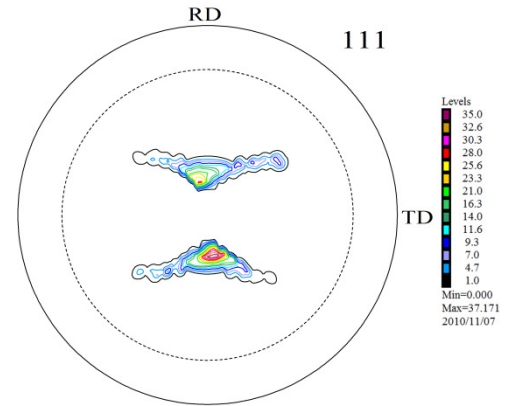
Figure 2 shows three instrumental functions obtained. Corresponds to: a) the diffraction peak shift, b) to Full Width at Half Maximum and c) to mixing parameter ( $\eta$ ) for the pseudo-Voigt, all depending on the polar angle, for (111) planes.

In the case of peak shift, Figure 2 a) exists a shift from zero, but not a great dispersion of the values around the mean value (which a fair adjustment between axes).



**Figure 2.** Instrumental Functions for (111) Ni standard.

The FWHM plot Figure 2 b) shows that the defocusing is significant for values greater than  $50^\circ$  in polar angle. The Eta (mixing parameter), Figure 2 c), is the most sensitive variable judging by the great dispersion values. Values throughout all the range of the polar angle are close to zero, involve a Gaussian behavior, this being more marked as the polar angle increases.

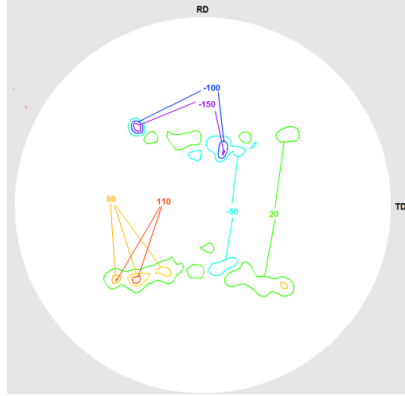


**Figure 3.** Generalized Pole Figures (111) (Intensity values divide by 100) from cold rolling FeNi

Figures 3 shows the GPF (Intensity) from (111) obtained using the select angles ( $\alpha$ ,  $\beta$ ), in good agreement with the conventional IPF from texture (Figure 1), for the

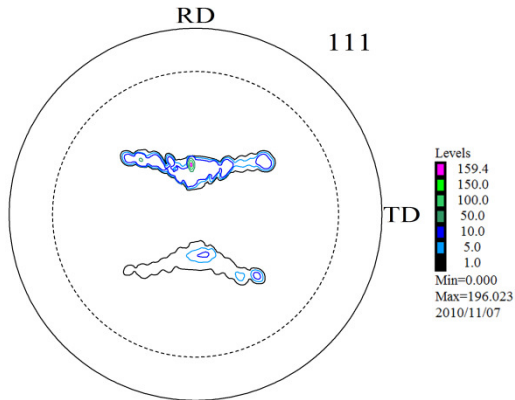
main values and validate the excellent performance of **MeteFPG2** software.

Another important feature in both figures (Figure 1 and Figure 3) is that they show clear orthorhombic sample symmetry.



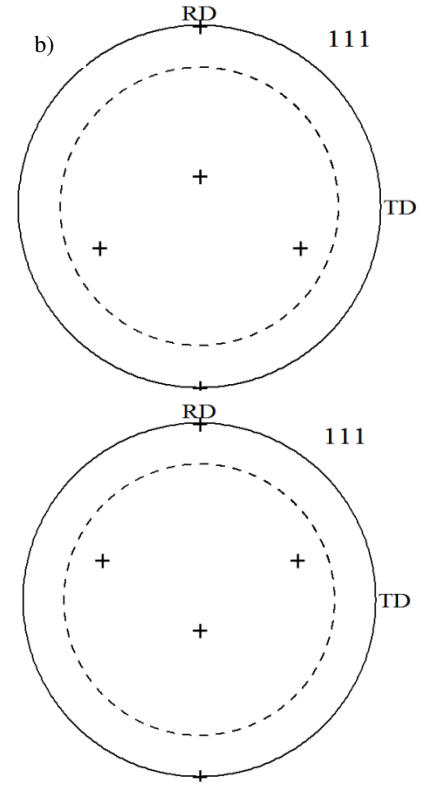
**Figure 4.** Generalized Pole Figures (111) for peak displacement ( $\Delta d/d \times 10000$ ) from cold rolling FeNi

Figure 4 shows the GPF corresponding to peak shift for Miller indices (111), the plotting magnitude is:  $\Delta d/d \times 10000$ . Irregular changes of peak position is observed, unlike in the Perlovich papers [8-10] were regular behavior around the texture peak is present.



**Figure 5.** Generalized Pole Figures (111) for crystallite size (Å) from cold rolling FeNi

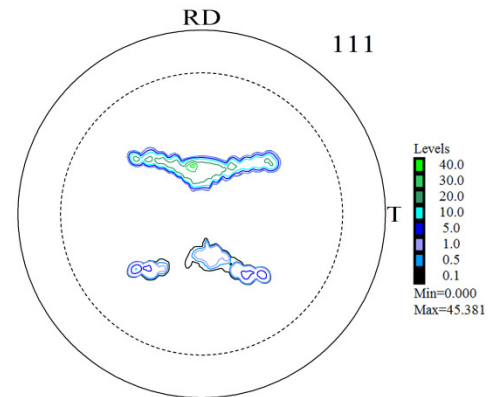
Figure 5 shows the GPF for crystallite size, for (111). The maximum value is 160 Å. The GPF do not have orthorhombic sample symmetry, but triclinic sample symmetry is obvious. The values in the upper part Figure 5 (Texture components  $\{112\}\langle 11-1 \rangle$ ,  $\{123\}\langle 6-43 \rangle$ ,  $\{231\}\langle 3-46 \rangle$ ) have larger crystallite size values than those of the lower part of Figure 5 (Texture components  $\{112\}\langle -1-11 \rangle$ ,  $\{213\}\langle -3-64 \rangle$ ,  $\{231\}\langle -34-6 \rangle$ ).



**Figure 6.** Ideal Copper texture components in triclinic sample symmetry for (111) PF a)  $\{112\}\langle 11-1 \rangle$  b)  $\{112\}\langle -1-11 \rangle$ .

In Figure 6 a) and b), the ideal components for copper  $\{112\}\langle 11-1 \rangle$  and  $\{112\}\langle -1-11 \rangle$  are shown from this figures, it is clear that there is no equivalence between components in Figure 5.

Figure 7 shows the GPF of stored energy (J/mol) for (111) planes. A result similar to the one obtained in crystallite size, that it does not show orthorhombic sample symmetry.



**Figure 7.** Generalized Pole Figure (111) for Stored Energy (J/mol).

The fact that the sample has orthorhombic sample symmetry in the intensity but not in the other magnitudes (crystallite size and stored energies) is remarkable. For

instance, many measurements have been done only in the first quadrant of the pole figures, assuming that “if orthorhombic sample symmetry exists in the intensity pole figure, the same is going to happen in the other magnitudes”. This assumption implies an underestimation or overestimation of the measurement values.

#### IV-CONCLUSIONS

1. Generalized Pole Figures methodology was implemented and used to measure a 48%wt Ni-0.5%wt Mn-Fe sheet.

2. The existence of orthorhombic sample symmetry in the Intensity Pole Figure does not necessary implied that other magnitudes, like store energy or crystallite size have this sample symmetry.

#### REFERENCES.

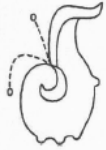
- [1]. Daniel Chateigner. *Combined Analysis: Structure-texture microstructure-phase-stresses-reflectivity determination by x-ray and neutron scattering*. Publisher: Wiley-ISTE (2010) ISBN-10: 1848211988.
- [2]. M. Morales, D. Chateigner, L. Lutterotti. *X-ray textural and microstructural characterisations by using the Combined Analysis Approach for the optical optimisation of micro- and nano-structured thin films*. Thin Solid Films **517**, 6264–6270, (2009).
- [3]. L.Lutterotti, D.Chateigner, S.Ferrari, J.Ricote. *Texture, residual stress and structural analysis of thin films using a combined X-ray analysis*. Thin Solid Films **450**, 34–41, (2004)
- [4]. M.Morales, Y.Leconte, R.Rizk, D.Chateigner. *Anisotropic crystallite size analysis of textured nanocrystalline silicon thin films probed by X-ray diffraction*. Thin Solid Films **450**, 216–221, (2004)
- [5]. L. Cont, D. Chateigner, L. Lutteroti, J. Ricote, M.L. Calzada, J. Mendiola. *Combined X-Ray Texture-Struture-Microstructure Analysis Applied to Ferroelectric Ultrastructures: A Case Study on  $Pb_{0.76}Ca_{0.24}TiO_3$* . Ferroelectrics, vol **267**, 323-328, (2002)
- [6]. Lucas Lutteroti, Siegfried Matthies, Daniel Chateigner, Sandro Ferrari, J. Ricote. *Rietveld Texture and Stress Analysis on Thin Films by X-Ray Diffraction*. Materials Science Forum **408-412**, 1603-1608, (2002)
- [7]. L. Lutterotti et al. *Maud - Materials Analysis Using Diffraction* <http://www.ing.unitn.it/~maud/index.html>
- [8]. Yu. Perlovich, M. Isaenkova, V. Fesenko. *Use of generalized pole figures in the study of textured metals materials*. Z. Kristallogr. **Suppl. 26**, 327-332, (2007).
- [9]. Yu. Perlovich<sup>1</sup>, M. Isaenkova<sup>1</sup>, V. Fesenko<sup>1</sup> and H.J. Bunge. *Development of Nonuniform Substructure and Microstrain Distribution by Texture Formation in Metal Materials*. Materials Science Forum **495-497**, 77-86 (2005).
- [10]. Yu. PERLOVICH, H.J. BUNGE, M. ISAENKOVA. *INHOMOGENEOUS DISTRIBUTION OF RESIDUAL DEFORMATION EFFECTS IN TEXTURED BCC METALS*. Textures & Microstructures, **29**, 241-266 (1997)
- [11]. L. WCISLAK and H. J. BUNGE. *DIFFRACTION PROFILE POLE FIGURES MEASURED WITH A POSITION SENSITIVE DETECTOR*. Textures and Microstructures, **26-27**, 19-38, (1996).
- [12]. R.A. Young. *The Rietveld Method*. Edit. IUCr Oxford University Press (1993). ISBN 0-19855577-6.
- [13]. Francisco Cruz Gandarilla, José Gerardo Cabañas Moreno y Mayahuel Ortega Aviles. *Aplicaciones de la Difracción de Rayos X a Materiales Policristalinos*. Ed. Sociedad Mexicana de Cristalografía. (2005). ISBN 970-9888-00-5
- [14]. René Guinebretière. *Diffraction des rayons X sur échantillons polycristallins*. Edit. Lavoisier, (2002) ISBN 2-7462-0557-2.
- [15]. INEL Detectors. <http://www.inel.fr/en/laboratoire/produit.asp?c=9&d=77>
- [16]. J.S.Kallend, Y.C. Huang. *Orientation dependence of stored energy of cold work in 50% cold rolled copper*. Metal Science **18**, 381-385. (1984).
- [17]. H.J. Bunge. *Texture Analysis in Materials Science. Mathematical Methods*. Ed Butterworths (1982). ISSN 0-408-10642-5
- [18]. V. Branger, M.H. Mathon, T. Baudin, and R. Penelle. *Proceedings of the 21 st Risø International Symposium on Materials Science*. Ed. N.Hansen, X. Huang, D.Juul Jensen, E.M. Lauridsen, T. Leffers, W. Pantleon, T.J. Sabin and J.A.Wert. Denmark (2000).
- [19]. A.L. Etter, T. Baudin, M.H. Mathon, W. Swiatnicki, R. Penelle. *Stored energy evolution in both phases of a duplex steel as a function of cold rolling reduction*. Scripta Materialia **54**, 683–688, (2006).
- [20]. A.L. Etter, M.H. Mathon, T. Baudin, V. Branger, R. Penelle. *Influence of the cold rolled reduction on the stored energy and the recrystallization textured in Fe-53%Ni alloy*. Scripta Materialia **46**, 311–317, (2002)
- [21]. N. Rajmohan, Y. Hayakawa, J.A. Szpunar, J.H. Root. *The determination of orientation-dependent stored energy using neutron diffraction*. Physica B **241-243**, 1225-1227, (1998).
- [22]. N. RAJMOHAN, Y. HAYAKAWA, J. A. SZPUNAR. *NEUTRON DIFFRACTION METHOD FOR STORED ENERGY MEASUREMENT IN INTERSTITIAL FREE STEEL*. Acta mater. **45**. No. 6, 2385-2494, (1997)
- [23]. N. RAJMOHAN, J. A. SZPUNAR. *A NEW MODEL FOR RECRYSTALLIZATION OF HEAVILY COLD-ROLLED ALUMINUM USING ORIENTATION-DEPENDENT STORED ENERGY*. Acta mater. Vol. **48**, 3327-3340, (2000).
- [24]. F. Cruz-Gandarilla, T. Baudin, R. Penelle, H. Mendoza-Leon. *“EVOLUCION DE LA MICROESTRUCTURA DURANTE LA RECRISTALIZACION PRIMARIA EN Fe3%Si MEDIANTE EDS”*. X Congreso Nacional de Microscopía-Morelia. Asociación Mexicana de Microscopia. (2010)
- [25]. D.E. Solas, C.N. Tome, O. Engler, H.R. Wenk. *DEFORMATION AND RECRYSTALLIZATION OF HEXAGONAL METALS: MODELING AND EXPERIMENTAL RESULTS FOR ZINC*. Acta mater. **49**, 3791-3801, (2002).
- [26]. T. Baudin, D.Solas, A.E. Etter, D. Ceccaldi, R. Penelle. *Simulation of primary recrystallization from TEM observations and neutron diffraction measurements*. Scripta Materiala **51**, 427-430, (2004).
- [27]. Philippe Eriau. *Étude Expérimentale et Analyse Numériques de L’Influence des Hétérogénéités Induites par la Déformation à Froid sur la Recristallisation Primaire d’un Acier IF-Ti*. These pour l’obtention du grade de Docteur de L’Ecole Central Paris. Janvier (2003).
- [28]. Joel V. Berniera\* and Matthew P. Miller. *A direct method for the determination of the mean orientation-dependent elastic*

- strains and stresses in polycrystalline materials from strain pole figures. *J. Appl. Cryst.* **39**, 358–368, (2006).
- [29]. Joel V. Bernier, Matthew P. Miller. *A Direct Method for Determining the Orientation-Dependent Lattice Strain Distribution Function from Diffraction Strain Pole Figures*. Materials Science Forum. **495-497**, 1073-1078 (2005).
- [30]. Y. D. Wang, X.-L. Wang, A. D. Stoica, J. W. Richardson, R. Lin Peng. *Determination of the stress orientation distribution function using pulsed neutron sources*. *J. Appl. Cryst.* **36**, 14-22, (2003).
- [31]. Juan Rodríguez-Carvajal, <http://www.ill.eu/sites/fullprof/php/tutorials.html>. Documents about microstructure. “Study of Micro-Structural Effects by Powder Diffraction Using the Program FULLPROF”.
- [32]. Thompson, Cox and Hastings. *Rietveld Refinement of Debye-Scherrer Synchrotron X-ray Data from  $Al_2O_3$* . *J. Appl. Cryst.* **20**, 79 (1987).
- [33]. J.I. Langford, R. Delhez, Th.H. de Keijser, E.Mittemeijer. *Profile Analysis for Microcrystalline Properties by the Fourier and Other Methods*. *Aust. J. Phys.*, **41**, 173-87, (1988).
- [34]. Th. H. de Keijser, J.I. Langford, E.J. Mittemeijer. A.B.P.Vogels. *Use of the Voigt Function in a Single-Line Method for the Analysis of X-ray Diffraction Line Broadening*. *J. Appl. Cryst.* **15**, 308-314, (1982).
- [35]. Th. H. de Keijser, E.J. Mittemeijer. H.C.F. Rozendaal. *The Determination of Crystallite-Size and Lattice-Strain Parameters in Conjunction with the Profile-Refinement Method for the Determination of Crystals Structures*. *J. Appl. Cryst.* **16**, 309-316, (1983).
- [36]. Stibitz G.R., *Energy and Lattice spacing in strained solids*. *Phys Rev* **49**, 872, (1937).
- [37]. M.Ceretti A. Lodini. « *Analyse des Contraintes Résiduelles par Diffraction de Rayons X et des Neutrons* » . Editores Alain Lodini et Michel Perrin. *Évaluation des Contraintes Résiduelles à partir de la Mesure des Microdéformations dans les Matériaux Polycristallins*. Ed. Commissariat a L'Énergie Atomique. France (1994)
- [38]. W.J. M. Tegart. “*Elements of Mechanical Metallurgy*” Chapter 4. Ed. Macmillan NewYork (1996).
- [39]. George E. Dieter and David Bacon. “*Mechanical Metallurgy*”. McGraw-Hill Book Company (1988).
- [40]. Landolt H. Börnstein R. New Series III/29a (Ed by D. F. Nelson) 1.2.1 *Elastic constants  $S_p, \sigma, C_p, \sigma$ . Cubic system Alloys*, Table 4, p29 Springer Verlag, Berlin. SpringerMaterials - The Landolt-Börnstein Database. (1992).
- [41]. A. Múgica Rodríguez., M. Hesiquio Garduño., F. Cruz Gandarilla. y G. Cabañas Moreno. “*Actualización y Automatización del Goniómetro de Textura de la ESFM*”. Memorias de la 6ta Reunión Nacional Académica de Física y Matemáticas, México, 78 a 83, (2001).
- [42]. K.Pawlik, P.Ozga: “*LaboTex: The Texture Analysis Software*”. <http://www.labosoft.com.pl/index.htm>
- [43]. Hans-Rudolf Wenk, “*Berkeley Texture Package BEARTEX*”, <http://eps.berkeley.edu/~wenk/TexturePage/beartex.htm#BEARTEX>.
- [44]. Stephen Wolfram. *Mathematica*. <http://www.wolfram.com/>
- [45]. Francisco Cruz-Gandarilla, Richard Penelle, Thierry Baudin, Hector Mendoza Leon and J. G. Cabañas-Moreno. “TEXTURE AND MICROSTRUCTURE EVOLUTION IN A Fe-Si CGO SHEET DURING THE PROCESSING ROUTE BEFORE SECONDARY RECRYSTALLIZATION. Proceedings of the 15th International Conference on Texture of Materials

(ICOTOM 15) Ceramic Transactions, Ed. WILEY Volume **200**. 123, (2008) ISBN 978-157498-296-1

## ACKNOWLEDGEMENT

The authors appreciates the support of COFAA-IPN (Project SIP 20100508)



## COMENTARIOS DEL ARBITRO

No. de Reg.:

Sección:

Fecha de envío al árbitro:

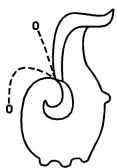
Fecha de respuesta a la Revista:

## COMENTARIOS

- a) Los autores presentan un nuevo método para medir las Figuras de Polo Generalizadas. Muestran conocimiento y dominio del tema a tratar. El artículo está bien escrito y el trabajo realizado amerita su publicación.
- Es un buen artículo.

- a) **Aceptar** el artículo tal como está.
- b) **Aceptar** el artículo con correcciones menores (**el árbitro no considera** necesario volver a revisar la versión corregida).
- c) **Aceptar** el artículo después de que sea corregido (**el árbitro considera** necesario revisar la versión corregida).
- d) **Rechazar** el artículo pero sugerir al autor que después de **correcciones mayores** sea enviado de nuevo para reconsiderar su publicación.
- e) **Rechazar** el artículo porque su contenido **no es satisfactorio**.

- a) El artículo puede ser aceptado tal como está.



## **COMENTARIOS DEL ARBITRO**

No. de Reg.:

Sección:

## **COMENTARIOS**

El manuscrito es suficientemente claro y detallado. Los procedimientos experimentales, resultados y análisis de los mismos son adecuados.

El formato de las referencias debe ser de acuerdo al siguiente formato: nombre del autor(es) y nombre de la revista (abreviados según las convenciones internacionales), volumen en negritas, año entre paréntesis y número de la primera página. En el caso de libros deben incluirse editorial y lugar de publicación, así como las páginas correspondientes.

Por mi parte el artículo puede ser **Aceptado** con correcciones menores (**el árbitro no considera** necesario volver a revisar la versión corregida).

*Escoja usted una de las siguientes opciones:*

- a) **Aceptar** el artículo tal como está.
- b) **Aceptar** el artículo con correcciones menores (**el árbitro no considera** necesario volver a revisar la versión corregida).
- c) **Aceptar** el artículo después de que sea corregido (**el árbitro considera** necesario revisar la versión corregida).
- d) **Rechazar** el artículo pero sugerir al autor que después de **correcciones mayores** sea enviado de nuevo para reconsiderar su publicación.
- e) **Rechazar** el artículo porque su contenido **no es satisfactorio**.



## Generalized Pole Figures and Stored Energy Distribution Function obtained by X-Ray Diffraction

F. Cruz-Gandarilla<sup>1,a</sup>, A. M. Salcedo-Garrido<sup>1,b</sup>, T. Baudin<sup>2,3,c</sup>,  
H. Mendoza-León<sup>1,d</sup>, and R. Penelle<sup>2,3,e</sup>

<sup>1</sup> Instituto Politécnico Nacional, Escuela Superior de Física y Matemáticas. Edificio 9, U.P.A.L.M., Zacatenco, Del. G. A. Madero, México, D.F., C.P. 07738

<sup>2</sup> CNRS, UMR 8182, ICMMO, Lab. de Physico-Chimie de l'Etat Solide, Orsay, F-91405, France

<sup>3</sup> University of Paris-Sud, Orsay, F-91405, France.

<sup>a</sup>fcruz@ipn.mx, <sup>b</sup>salcedo\_marya@yahoo.com.mx, <sup>c</sup>thierry.baudin@u-psud.fr,  
<sup>d</sup>hmleon@hotmail.com, <sup>e</sup>richard.penelle@u-psud.fr

**Keywords:** Texture; Generalized Pole Figures, Store Energy Distribution Function, Anisotropy, Microstructure.

**Abstract.** Anisotropy of physical and mechanical properties of textured polycrystalline materials strongly depends on microstructural characteristics, such as subgrain sizes, lattice deformations, etc. Generalized Pole Figures (GPF) [1] are an attempt to estimate the anisotropy of these properties; so, the energy stored during plastic deformation is a key parameter in primary recrystallization. In this work, the technique to measure GPF (measurements and software) was implemented for X-Ray diffraction and applied to study of property anisotropy of a Fe50%Ni alloy. GPF's of texture, crystallite size, stored energy and diffraction peak shift, (among others) have been characterized. The Full Width at Half Maximum (FWHM) of obtained instrumental functions shows that defocusing is significant for polar angle higher than 50°. The mixing parameter of the pseudo-Voigt function using in fitting, presents important dispersions.

### Introduction

Anisotropic polycrystalline materials (bulk and thin films) show microstructural parameters that affect their properties, i.e. grain and subgrain size, lattice deformations, crystallographic texture, presence of different phase, etc. Subgrain size (crystallite size, coherent diffraction domain, etc.) and microstrain have been widely studied by X-Ray diffraction, but in general, these studies do not consider the case of textured materials.

Two approaches have been used to tackle this problem, the first is known as Combined Analysis (CA) [2] and the second Generalized Pole Figures (GPF) [1]. The difference between them is more experimental than conceptual. The first approach uses complete diffraction patterns, measured for a set of polar and azimuthal angles (Euler goniometer) which are fitting either by Whole Pattern Fitting or by Rietveld method [3] taking into account texture, crystallite size, etc. In the second approach, measurements of profiles from individual peaks (no overlap) are carried out for different polar and azimuthal angles.

The GPF approach has disadvantages to present domains where it is impossible to estimate peak profiles because of their low intensity [4]), which means that their values are only consistent reliable for the main texture components [5].

The GPF were characterized by neutron diffraction to estimate stored energy of deformed metals and alloys [6, 7]. Stored Energy Distribution Function (SEDF) (calculated from the GPF of stored energy), was used in the simulation of the primary recrystallization [8, 9].

The goal of the present work was to implement GPF technique in Fe-Ni alloys and develop the software for data processing. The obtained results are GPF of peak shift, crystallite size, stored energy and SEDF.

A pseudo-Voigt peak shape function was employed [10] for the profile fitting from the Full Width at Half Maximum (H) and the mixing parameter ( $\eta$ ) of the peak; the gaussian and lorentzian



(Cauchy) integral breadths were calculated. They were used to carry out instrumental corrections according to the Two Stages Method [11]. The gaussian and lorentzian components of physical profile are respectively related to microstrains and crystallite sizes, according to the Single Line Method [12]. The energy GPF is determinate using Stibitz formula [13]. The Young modulus and the Poisson coefficient used in Stibitz formula were calculated by [14] and the data are reported in [15].

Instrumental Functions (IF) were obtained by adjusting the experimental data with a polynomial function depending on the polar angle.

## Material and methods

The sample was removed from the sheet surface of a Fe50%Ni alloy after a 90% cold rolling. This alloy presents a FCC structure and Copper type texture.

The measurements of GPF were performed with a PHILIPS texture goniometer, using the  $\lambda K_{\alpha}$ Mo radiation, modified in order to perform  $\theta$ - $2\theta$  scans.

Instrumental corrections were carried out using a Ni standard sample prepared with a Ni powder (Alfa-Aesar 99% purity) annealed 5h at 650°C in H<sub>2</sub>.

One set of programs FPG-SEDF [16] was developed to process the data and drive the goniometer. The Fullprof software [10] was used to fit peak profiles. The texture functions were calculated using the Labotex [17] software.

## Results and discussion

Fig. 1 shows the incomplete GPF of the peak shifts: ( $\Delta d/d \times 10000$ ) corresponding to the {220} reflection ( $0^\circ \leq \alpha \leq 75^\circ$ ,  $0^\circ \leq \beta \leq 360^\circ$ ), negative and positive peak shifts brought to the fore are similar to those observed by Perlovich [1].

Fig. 2 a) presents the {111} pole figure recalculated with triclinic symmetry, it shows orthorhombic sample symmetry. Fig. 2b) shows GPF for crystallite size. The maximum value is 1500 Å. Fig 2c) is the root mean square of local strain. Let us remark that GPF of crystallite size and local strain do not show orthorhombic sample symmetry. The values of the crystallite size in the upper part of the GPF Fig 2b) (Texture components {112}<11-1><sub>T</sub>, {123}<6-43><sub>T</sub>, {231}<3-46><sub>T</sub> where T subscript means that the sample symmetry is triclinic ) have crystallite size values lower than those of the lower part of the GPF Fig 2b) (Texture components {112}<-1-11><sub>T</sub>, {213}<-3-64><sub>T</sub>, {231}<-34-6><sub>T</sub>). The opposite results are shown Fig 2 c) where the higher values are observed in the upper part of the pole figure. These behaviors are in agreement with analysis of random samples (RS), in RS case, higher is the crystalline perfection, higher is the crystallite size and lower microdeformation values (lower crystalline perfection implied lower crystallite size and great deformation).

The values for the different texture components related to SEDF are Brass 1 {011}<-2-11><sub>T</sub>  $\approx$  37 [J/mol], Brass 2 {011}<2-11><sub>T</sub>  $\approx$  13 [J/mol], Copper 1 {112}<11-1><sub>T</sub>  $\approx$  80 [J/mol], Copper 2 {112}<-1-11><sub>T</sub>  $\approx$  15[J/mol], S1 {213}<36-4><sub>T</sub>  $\approx$  60[J/mol] and S3 {213}<-3-64><sub>T</sub>  $\approx$  10[J/mol]. The stored energy values vary about a factor 3 to 6. The denomination 1, 2, 3 is used to remind the differences between components in triclinic sample symmetry (T). These differences can have a very important influence in the recrystallization kinetics.

The different errors (sampling, optics quality, counts statistical, domains where it is impossible to estimate peak profiles, normalization problem product of using the classical software designed for resolve the classical texture problems) in all measurements and calculations only permit a relative comparison between SEDF of components in one measurement, so that absolute comparisons are not possible. The results are close to those obtained by Branger et al. [6]. The differences are due to the measurements which are realized at the sample surface in this work contrary to those of Branger et al who used bulk samples were studied in transmission by neutron diffraction and using only one quadrate of the pole figures.

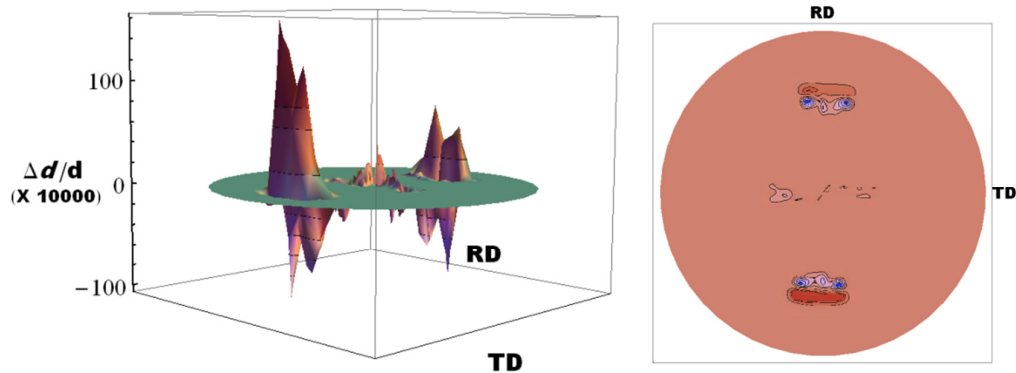


Fig. 1 Incomplete  $\{220\}$  Generalized Pole Figures  $\Delta d/d \times 10\,000$  of peak shift in cold rolled Fe50%Ni. Isolines 200, 80, 60, -20, -40, -60, -80, -100

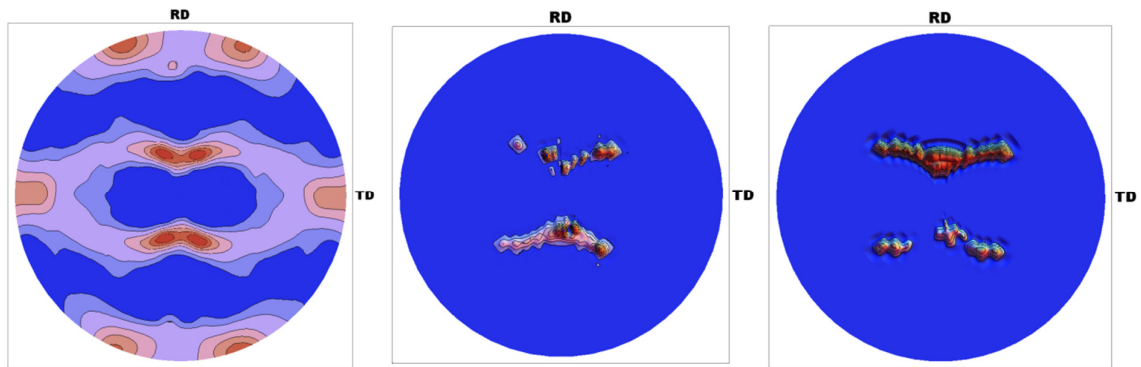


Fig. 2  $\{111\}$  a) Texture PF b) Crystallite Size GPF c) Root mean square of local strain GPF ( $\Delta d/d \times 10\,000$ ) from cold rolling Fe50%Ni. a) Isolines ( 5, 4, 3, 2, 1, 0.5) [m.r.d.] b) (1500, 1000, 800, 600, 400, 200, 5)[Å], 2c) (100,80,60,40,20,10,2)  $\times 10^4$  [rms].

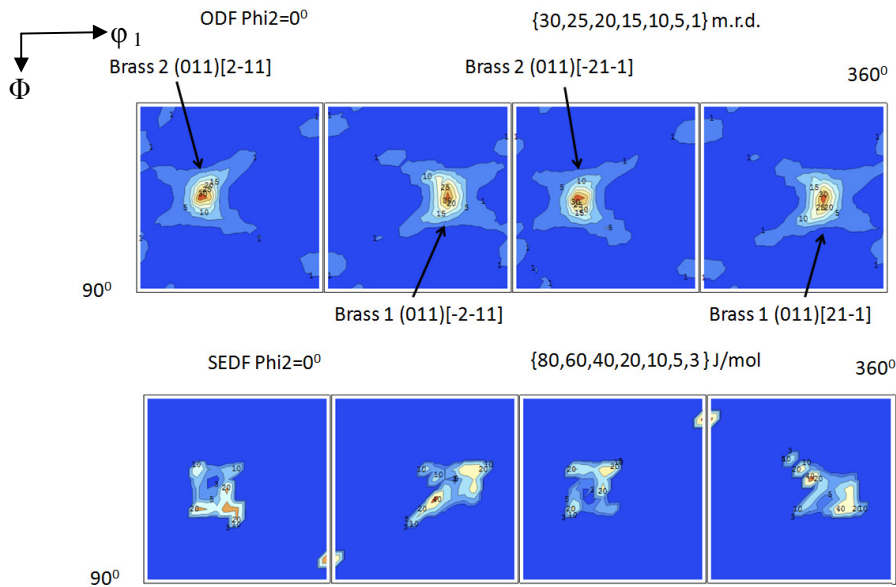


Fig. 3 ODF and SEDF for  $\phi_2 = 0^\circ$

## Conclusion

1. Generalized Pole Figure methodology was implemented and used to characterize pole figures of crystallite size, microdeformation and stored energy of a cold rolled Fe50%Ni alloy.

2 The Stored Energy Distribution Function was calculated. It was found that the (112)[11-1] component has SEDF values greater than that of the Brass and S components.



3 It was shown that the symmetry of the stored energy or crystallite size is not orthorhombic contrary to the symmetry of the crystallographic texture.

## REFERENCES.

- [1] Y. Perlovich, H.J. Bunge and M. Isaenkova. Inhomogeneous Distribution of Residual Deformation Effects in Textured BCC Metals. *Textures & Microstructures*, **29** (1997) 241-266.
- [2] D. Chateigner, Combined Analysis: Structure-texture microstructure-phase-stresses-reflectivity determination by x-ray and neutron scattering, Wiley-ISTE, 2010.
- [3]. R.A. Young, *The Rietveld Method*. Edit. IUCr Oxford University Press (1993).
- [4]. J.S.Kallend and Y.C. Huang, Orientation dependence of stored energy of cold work in 50% cold rolled copper, *Metal Science* **18** (1984) 381-385.
- [5]. H.J. Bunge, "*Texture Analysis in Materials Science. Mathematical Methods*". Ed Butterworths (1982). ISSN 0-408-10642-5.
- [6]. V. Branger, M.H. Mathon, T. Baudin, and R. Penelle, Neutron Diffraction Study of Stored Energy in the Cold Rolled Fe 53%-Ni Alloy in Proceedings of the 21 st Risø International Symposium on Materials Science. Ed. N.Hansen, X. Huang, D.Juul Jensen, E.M. Lauridsen, T. Leffers, W. Pantleon, T.J. Sabin and J.A.Wert. Denmark (2000) 257-263.
- [7]. N. Rajmohan, Y. Hayakawa, J.A. Szpunar and J.H. Root, The determination of orientation-dependent stored energy using neutron diffraction. *Physica B* 241-243 (1998) 1225-1227.
- [8]. T. Baudin, D. Solas, A.L. Etter, D. Ceccaldi and R. Penelle, Simulation of primary recrystallization from TEM observations and neutron diffraction measurements, *Scripta Materialia*, **51** (5), 427-430 (2004).
- [9]. R. Penelle and T. Baudin, Primary Recrystallization of Invar, Fe-36%Ni Alloy: Origin and Development of the Cubic Texture *Advanced Engineering Materials* 12-10 (2010) 1047–1052.
- [10] J. Rodríguez-Carvajal, Information on <http://www.ill.eu/sites/fullprof/php/tutorials.html>. Documents about microstructure. "Study of Micro-Structural Effects by Powder Diffraction Using the Program FULLPROF".
- [11] J.I. Langford, R. Delhez, Th.H. de Keijser and E.Mitte-meijer, Profile Analysis for Microcrystalline Properties by the Fourier and Other Methods, *Aust. J. Phys.*, **41**, (1988) 173-187.
- [12] Th. H. de Keijser, J.I. Langford, E.J. Mittemeije and. A. B. P. Vogels, Use of the Voigt Function in a Single-Line Method for the Analysis of X-ray Diffraction Line Broadening, *J. Appl. Cryst.* **15** (1982) 308-314.
- [13] G. R. Stibitz, Energy and Lattice spacing in strained solids, *Phys Rev* **49** (1937) 872.
- [14] M.Ceretti and A. Lodini, « *Analyse des Contraintes Résiduelles par Diffraction de Rayons X et des Neutrons* ». Editeurs Alain Lodini et Michel Perrin. *Évaluation des Contraintes Résiduelles à partir de la Mesure des Microdéformations dans les Matériaux Polycristallins*. Ed. Commissariat à l'Énergie Atomique. France (1994).
- [15] H. Landolt and R. Börnstein , New Series III/29a (Ed by D. F. Nelson) 1.2.1 *Elastic constants  $S_p, \sigma, C_p, \sigma$ . Cubic system Alloys*, Table 4, p29 Springer Verlag, Berlin. SpringerMaterials - The Landolt-Börnstein Database. (1992).
- [16] Information on <http://esfm.ipn.mx/~fcruz/FPG-SEDF.zip>
- [17] K. Pawlik, and P. Ozga, "*LaboTex: The Texture Analysis Software*". Information on <http://www.labosoft.com.pl/index.htm>

## Acknowledgements

The authors a and d appreciate the support of COFAA-IPN (Project SIP 20100508).

<b>De:</b>	<info@ttp.net>	 
<b>Asunto:</b>	Your paper has been accepted for publication in ICOTOM 16	
<b>Fecha:</b>	Thu, 1 Sep 2011 11:24:14 +0200	
<b>Para:</b>	<fcruz@ipn.mx>	

Dear Francisco Cruz-Gandarilla,

Your paper «Generalized Pole Figures and Stored Energy Distribution Function obtained by X-Ray Diffraction» has been accepted for publication in the Proceedings of «ICOTOM 16». Although no further action is required, you can verify the status of your manuscript by logging in to the publisher's website :

Please go to our homepage <http://www.scientific.net> and log in using below credentials.

After you login please select « Participant » near the top of the screen.

If any further changes to your manuscript become necessary you must notify and obtain permission of an Editor via E-mail PRIOR to uploading a new version. Thank you very much.

Best regards,  
Asim Tewari  
[asim.tewari@iitb.ac.in](mailto:asim.tewari@iitb.ac.in)



# XVI REUNIÓN NACIONAL ACADÉMICA DE FÍSICA Y MATEMÁTICAS

MEMORIAS DE EXTENSOS

*LA TÉCNICA AL SERVICIO DE LA PATRIA*

*NOVIEMBRE 2011*



<b>Influencia en las propiedades eléctricas de la región p<sup>+</sup> en el CdTe</b> M.L. Albor Aguilera, L.A. Esquivel Méndez, M.A. González Trujillo, Y. Matsumoto Kuwahara, M. Galván Arellano	402
<b>Efecto del Cu en la formación de las fases superconductoras y en la evolución estructural del sistema superconductor base-Bi</b> E. Díaz-Valdés, A. M. Paniagua-Mercado	406
<b>Cálculo aproximado de la corriente por emisión electrónica de nanotubos sencillos en función del potencial aplicado considerando el efecto de puntas</b> Rafael Carlos Miramontes Lira	411
<b>Implementación de la técnica CBD-fotoasistida para el depósito de películas delgadas de CdS</b> M.L. Albor Aguilera, A.C. Hernández González, J.M. Flores Márquez, M.A. González Trujillo	414
<b>Cálculo aproximado de la corriente por emisión electrónica de grupos de nanotubos en función del potencial aplicado</b> Rafael Carlos Miramontes Lira	418
<b>Estudio Quimiométrico por Espectroscopia Infrarroja en Aceite de Emú Extraído por Diferentes Métodos</b> Pineda R. Ana M., Díaz V. Elvia	422
<b>Análisis de estabilidad para un ciclo Curzon-Ahlborn, con gas de van der Waals, en el régimen ecológico.</b> R. Páez Hernández, D. Ladino-Luna, A. Ramírez Rojas, J. R. Luévano-Enriquez, P. Portillo Díaz	427
<b>Una propuesta para el estudio analítico del transporte por difusión a través de microtubos</b> Inti Pineda, Leonardo Dagdug	432
<b>137-Figuras de Polos Generalizadas y Energía almacenada de una aleación Fe-50%Ni deformada en frío 90%</b> A. M. Salcedo Garrido, F. Cruz-Gandarilla, T. Baudin, H. Mendoza-Leon1, R. Penelle	438
<b>La cinética de los canales iónicos vista a través de un estudio probabilístico de un mapeo caótico</b> Kenia Lolbeg Juayerk Herrera, José Luis del Río Correa	443



## 137-Figuras de Polos Generalizadas y Energía almacenada de una aleación Fe-50%Ni deformada en frío 90%

A. M. Salcedo Garrido<sup>1</sup>, F. Cruz-Gandarilla<sup>1</sup>, T. Baudin<sup>2,3</sup>, H. Mendoza-León<sup>1</sup>, R. Penelle<sup>2,3</sup>

1- Instituto Politécnico Nacional, Escuela Superior de Física y Matemáticas, Edificio de Ciencia de los Materiales. Edificio 9, U.P.A.L.M., Colonia San Pedro Zacatenco, Del. Gustavo A. Madero, México, D.F., C.P. 07738.

2- CNRS, UMR8182, ICMO, Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide, Orsay, F-91405., France

3- University of Paris-Sud, Orsay, F-91405., France

Teléfono (55) 5729-6000 Ext. 55240 E-mail: salcedo\_marya@yahoo.com.mx

**Resumen** — En este trabajo se puso a punto la metodología de medición de las Figuras de Polos Generalizada (FPG) microestructurales en aleaciones metálicas, se determinaron FPG de tamaño de cristalito, de corrimiento las posiciones de los picos de difracción de rayos-X y de energía almacenada, también se determinó la Función de Distribución de Energía Almacenada (SEDF), lo anterior se aplicó al estudio de una aleación de Fe50%Ni deformada por laminado en frío al 90%. Se usó una muestra policristalina de Ni recocido para la corrección del error sistemáticos del equipo (estándar).

Se desarrolló el software de control para un goniómetro de Textura modelo PW1050/25 instalado en un difractómetro marca Philips, modelo PW 1743 con el objetivo de poder realizar barridos en  $\theta$ -2 $\theta$  para cada posición de la Figura de Polos, así como el desarrollo del software de procesamiento de las diferentes FPG y de la SEDF.

**Palabras Clave** – Figura de Polos Generalizada, Textura, Difracción de Rayos-X. Aleaciones metálicas.

**Abstract** — In this work the methodology for measuring microstructural Generalized Pole Figures (GPF) in metal alloys was performed and tested. GPF for crystallite size, shift peak positions, stored energy (stored energy distribution function-SEDF) were also determined using X-ray diffraction. The sample used was a Fe50% Ni alloy deformed by cold rolling 90%. One Ni standard sample was made with Ni powder annealed, for systematic errors correction of the equipment. Control software was developed to control a texture goniometer to perform  $\theta$ -2 $\theta$  scans at each position in Pole Figure. Software for processing and obtained the different FPG and the SEDF was developed too.

**Keywords** — Generalized Pole Figure, Texture, X-ray Diffraction. Metallic Alloys.

### I. INTRODUCCIÓN

Los materiales deformados plásticamente almacenan entre 1 y 10 % de la energía utilizada durante el proceso de deformación, mientras que el resto de esta energía se disipa en forma de calor durante el proceso. La energía almacenada en estos materiales es responsable de cambios en las propiedades físicas de los mismos y en la cinética de procesos como la recrystalización [1,2].

La medición de la energía almacenada se ha realizado según dos grupos de técnicas, las que miden la energía almacenada

globalmente (sin importar aspectos locales como orientación de los granos, etc.) y métodos locales (donde se tiene en cuenta la orientaciones de los granos, su distribución espacial etc.) [2,3]. Los valores de la energía almacenada medidas mediante métodos locales como Difracción de Rayos-X, (DRX), Patrones de Electrones Retrodispersados en un Microscopía Electrónica de Barrido, (EBSD-MEB) o Microscopía electrónica de Trasmisión, (TEM) son utilizados en el estudio del proceso de recrystalización, donde es una de las magnitudes fundamentales en la simulación por computadora de este proceso [4,5,6,7].

En el presente trabajo se ha enfocado a medir esta energía almacenada mediante DRX utilizando la metodología de las Figuras de Polos Generalizadas (FPG), las cuales nos permiten el estudio microestructural de los policristales anisótropos micro y nanoestructurados. Las FPG consisten en la representación espacial de una propiedad física anisotrópicas  $\Omega(\vec{y})$  en función de las direcciones en el

espacio de la muestra  $\vec{y} = \vec{y}(\alpha, \beta)$ , donde  $\alpha$  y  $\beta$  son las coordenadas angulares de la dirección [8,9]. Entre las FPG que permiten describir el comportamiento anisótropo de un policristal, son ampliamente conocidas las FPG de la propiedad “densidad de planos cristalinos del tipo (hkl) en la dirección  $\vec{y}$  o  $P_{(hkl)}(\vec{y})$ ”, que son las figuras de polos comúnmente medidas por difracción de Rayos-X, neutrones o reconstruidas mediante mediciones de Microscopía de Imagen Orientacional (EBSD).

A partir de las mediciones de las FPG es posible calcular las funciones de distribución que caracterizan la física de los policristales, un ejemplo es la Función de Distribución de Orientaciones Cristalina (FDOC o ODF en inglés) [10,11], Kallend (1986) desarrollo una metodología para el cálculo de la Función de Distribución de Energía Almacenada (Stored Energy Distribution Function, SEDF) que describe la energía almacenada en función de la orientación de los cristalitos, esto es posible mediante la ecuación de Stibitz (1), la cual se presenta a continuación[4,12]:

$$E_{hkl}(\alpha, \beta) = V_{mol} \frac{3}{2} \frac{V_{hkl}}{(1+2V_{hkl})} \langle \xi^2 \rangle(\alpha, \beta) \quad (1)$$

## XVI Reunión Nacional de Física y Matemáticas 2011

donde  $Y_{hkl}$  es el módulo de Young y está determinado por la siguiente expresión:

$$Y_{hkl} = \frac{1}{(S_{11} - 2 A_{hkl} S)} \quad (2)$$

y  $\gamma_{hkl}$  es la razón de Poisson y es determinado por la siguiente expresión:

$$\gamma_{hkl} = \frac{-(S_{12} + A_{hkl} S)}{(S_{11} - 2 A_{hkl} S)} \quad (3)$$

estas formulas aparecen en el trabajo de Ceretti [13], utilizando los coeficientes de los tensores de elasticidad o rigidez (Compliance o Stiffness) reportados en la literatura [14,15,16].

### II. METODOLOGÍA

Los materiales que se utilizaron en este trabajo fueron una pastilla de Ni confeccionada con polvo (Alfa-Aesar con una pureza de 99.9%), el cual fue previamente sometido a recocido acumulativo de 4.5 horas a 650 °C en un atmósfera de Hidrógeno. La muestra texturada que se utiliza fue una lamina de aleación Fe-50%Ni, con una composición de Fe 48%wt, Ni-0.5%wt, Mn, deformada por laminación en frío hasta un 90%, la misma está constituida por fase  $\gamma$  (GE. Fm-3m-225-FCC), con una textura cristalográfica tipo Cobre, suministrada por el Laboratorio de Físico Química del Estado Sólido de la Universidad de Paris Sud (Paris XI-Orsay).

Las mediciones de los perfiles de Rayos-X para la obtención de las Figuras de Polos Generalizadas (FPG) se realizaron en un goniómetro de Textura modelo PW1050/25 instalado en un difractómetro Philips, modelo PW 1743, con radiación  $K\alpha$  de Molibdeno, ( $K\alpha$  Mo,  $\lambda = 0.7092 \text{ \AA}$ ) [17]. El equipo de medición se acondicionó para realizar mediciones de Figuras de Polos Generalizadas. La primera adaptación que se le realizó al goniómetro fue la elaboración de una rendija para el detector para reducir la divergencia axial (divergencia según el eje  $\theta$ -2 $\theta$  del difractómetro), la rendija se realizó con una lámina de acero inoxidable, el diseño se hizo sobre la base de que la rendija sólo dejara pasar 3 grados del ángulo polar y se eligió una rendija para la divergencia ecuatorial del detector que dejara pasar 0.066 grados.

Para el control de los movimientos polar, azimutal y de 2 $\theta$  se desarrolló el software **METEFG2 (en C++)** para el caso de la medición de la muestra texturada (FE-50%Ni) y **Standarg (en C++)** para el caso de la medición del estándar de Ni. Se utilizó un voltaje de 40 kV, un amperaje de 25mA, con un paso de 0.05°, y un tiempo de 30 segundos por paso.

El programa utilizado para el ajuste de los difractogramas obtenidos fue WinplotR ® [30], los ajustes se realizaron mediante una función Pseudo-Voigt (p-V) Thompson Cox Hasting (TCH), cuya ecuación se muestra a continuación [18,19,20]:

$$pV(H, \eta, x) = \eta L'(H, x) + (1 - \eta) G'(H, x) \quad (2)$$

El Software para la construcción y cálculo de la FPG y de la SEDF se desarrollaron en Mathematica 5.1 ® [21], los cuales se describen a continuación:

**Young-anis.nb.** Software para el cálculo del Modulo de Young y el Coeficiente de Poisson anisotropicos.

**Corrección-FPG.nb.** Software para el cálculo de las funciones instrumentales.

**Selección de los ángulos a medir FP de textura-tri.nb.** Software para seleccionar los ángulos polares y acimutales a medir utilizando como datos figuras de polos incompletas de Textura.

**Obtención-Corrección-FPG.nb.** Software para la Obtención de las FPG ya corregidas instrumentalmente.

**Completar-FP para el difractometro PHILIPS-tri.nb.** Software para completar la GPF con valores para los ángulos no medidos se obtienen ficheros de salida con los formatos de los programas LABOTEX [22] y BEARTEX [23] para poder realizar cálculos de funciones de distribución.

**Multip\_FPG\_FP\_LABOTEX.nb.** Software para multiplicar las figuras de polos de textura por las figuras generalizadas.

**Calculo de la constante de Normalizacion.nb.** Software para el cálculo de la constante que permite obtener los valores reales de la SEDF.

**DEC-SEDF-ODF-Labotex.nb.** Software para obtener los cortes de la SEDF y graficar los cortes de la SEDF.

### III. RESULTADOS

#### A. FPG del tamaño de cristalito

En la Figura 1 se muestra la FPG de tamaño de cristalito para la reflexión (111) del Fe-50%Ni. En la Fig. 1 se observa que la el tamaño de cristalito van desde 50 hasta 2000 Å. La distribución del tamaño de cristalito no es simétrica entre los hemisferios superior e inferior. Se observa que el hemisferio inferior hay mayor tamaño de cristalito que en el superior.



## XVI Reunión Nacional de Física y Matemáticas 2011

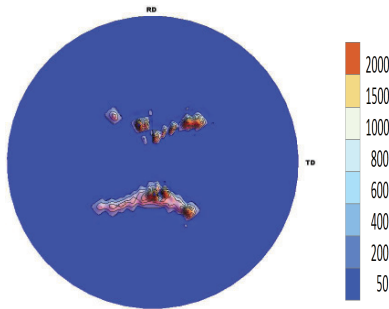


Figura 1. FPG de tamaño de cristalito para la reflexión (111) en Å.

### B. FPG del corrimiento de la posición del pico

En la Figura 2a se muestra la FPG de corrimiento de la posición de los picos ( $\Delta d/d$ ), para la reflexión (200) del Fe-50%Ni. Donde se observa que el corrimiento de picos es hacia la derecha e izquierda (en d), teniendo valores que van desde los -300 %% hasta los 250 %% de la posición teórica del pico. Los valores de corrimientos negativos y positivos se observan mejor en la Figura 2b, que es una FPG en 3D. En ambas figuras se observa que los desplazamientos no son simétricos, lo cual se observa mejor en la Figura 2b, donde se observa que los valores de desplazamiento del hemisferio derecho, en la mayor parte, son negativos, mientras que los desplazamientos del hemisferio izquierdo son, en la mayor parte, positivos.

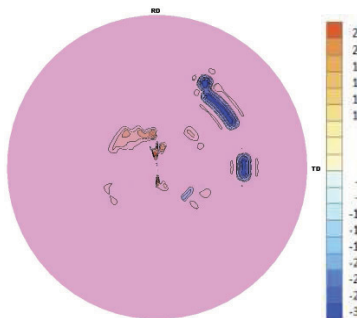


Figura 2a. FPG del corrimiento del pico para la reflexión (200) %%

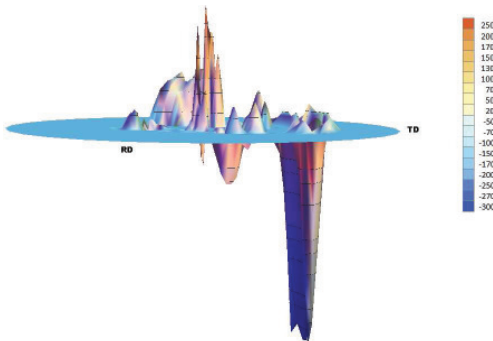


Figura 2b. FPG del corrimiento del pico para la reflexión (200) %%

### C. FGP de la energía almacenada

En la Figura 3 se muestra las FPG de la energía almacenada para la reflexión (220) del Fe-50%Ni. En esta figura se observa la energía almacenada en J/mol. Los valores que se calcularon se encuentran entre 2 y 60 J/mol.

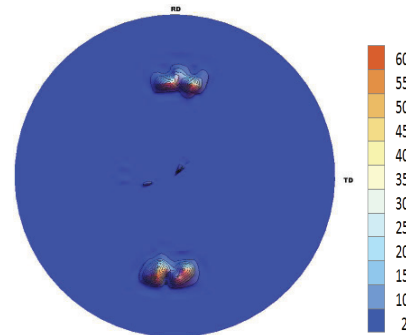


Figura 3. FPG de energía almacenada para la reflexión (220) en J/mol

### D. SEDF de la FE-50%Ni

En la Figura 4 se muestran los 3 principales cortes ( $0^\circ$ ,  $45^\circ$ ,  $60^\circ$ ) de la ODF y la SEDF, para el caso del Fe-50%Ni (FCC) con simetría triclinica de muestra. En la Figura puede observarse que los valores de las componentes van desde valores de 5 J/mol (zonas de color azul) a valores de 80 J/mol (zonas de color rojo). Los valores de energía almacenada para cada componente de textura se muestran en la Tabla 1.

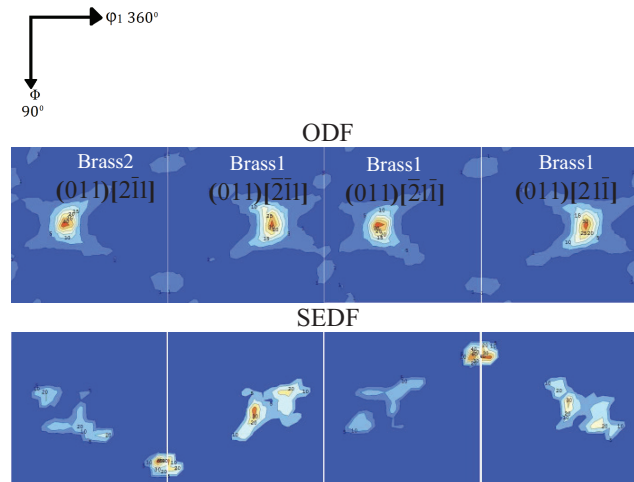


Figura 4 a. ODF y SEDF para  $\phi_2 = 0^\circ$  del Fe-50%Ni, Isolíneas 30, 25 20, 15, 10, 5, 1 [m.r.d] y 80, 60, 40, 20, 10, 5, 3 [J/mol] respectivamente

ODF  
(112)[ $\bar{1}\bar{1}1$ ] (112)[ $\bar{1}\bar{1}1$ ]

## XVI Reunión Nacional de Física y Matemáticas 2011



Figura 4b. ODF y SEDF para  $\phi_2 = 45^\circ$  del Fe-50%Ni, Isolíneas 30, 25 20, 15, 10, 5, 1 [m.r.d] y 80, 60, 40, 20, 10, 5, 3 [J/mol] respectivamente

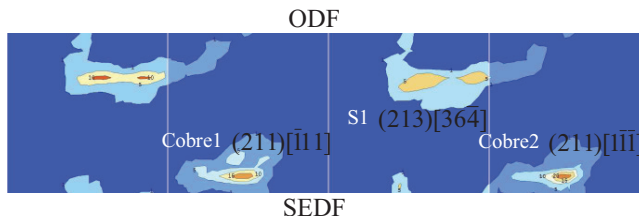


Figura 4c. ODF y SEDF para  $\phi_2 = 60^\circ$  del Fe-50%Ni, Isolíneas 30, 25 20, 15, 10, 5, 1 [m.r.d] y 80, 60, 40, 20, 10, 5, 3 [J/mol] respectivamente

### IV. DISCUSIÓN

Este es el primer trabajo para obtener FPG donde se hace un tratamiento sin imponer simetría ortorrómbica de las FPG y la SEDF. En las FPG's se observa que no hay una simetría ortorrómbica de las FPG, esta característica es debido a la anisotropía del Fe-50%Ni y a las propias especificidades de la simetría entre las diferentes propiedades. Por otro lado, los modelos utilizados en cálculo del Módulo Young y la razón de Poisson proporcionan más de una ecuación para el cálculo y además en la literatura se encuentra más de un valor para los coeficientes de la elasticidad (Compliance) unido a esto está el problema del cálculo de la constante de normalización esto trae como consecuencia de que solo es posible una comparación de valores relativos del las SEDF obtenidos en este trabajo y los valores de las SEDF reportados en la literatura obteniéndose un buena cuerdo en la comparación global.

En la Fig.4 se observa que los componentes con mayor energía almacenada el tipo Cobre1, seguido de la componente S1. En la Tabla I se muestra los valores de energía almacenada para los principales componentes de textura del Fe-50%Ni, con variaciones entre 3 a 6 J/mol.

Tabla I.  
PROMEDIO DE LA ENERGÍA ALMACENADA PARA CADA UNO DE LOS COMPONENTES PRESENTES EN EL Fe-50%Ni

Componente de Textura	Energía Almacenada [J/mol]
Brass1 {011}<-2-11>	37
Brass2 {011}<-2-11>	13
Cobre1 {112}<11-1>	80
Cobre2 {112}<-1-11>	15
S1{213}<36-4>	60
S3{213}<-3-64>	10

La mejora de anteriores mediciones implicara, además de resolver los problemas antes señalado se necesita de una óptica con mejores funciones instrumentales, como sería una óptica de haces paralelos (errores sistemáticos) y una mejora en la estadística de los conteos como la que se obtendría con un detector sensible a la posición de amplio rango angular (error estadístico).

### V. CONCLUSIONES

Las conclusiones de este trabajo se resumen en los siguientes puntos:

- Se puso a punto la metodología de medición de las FPG y el cálculo de la SEDF.
- Se procesaron todos los resultados obtenidos, teniendo como resultado la diferencia en la simetría entre las ODF y SEDF. La simetría de la SEDF no corresponde con una simetría ortorrómbica de muestra como si lo hace la ODF. Resultados similares se obtienen entre la FPG y las FP.
- Con los resultados obtenidos en este trabajo, se encontró que el componente de Cobre1 es el que tiene mayor energía. Esto es congruente con similares resultados reportados en la literatura.
- Y entre las dos componentes que conforman la componente Brass, una de ellas tiene mayor energía.

### AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen el apoyo de COFAA-IPN (Proyecto IPN-SIP 20110844)

## XVI Reunión Nacional de Física y Matemáticas 2011

### REFERENCIAS

- [1] Recrystallization-Fundamental aspects and relations to deformation microstructure, Ed. N. Hansen, X. Huang, D. Juul Jensen, E. M. Lauridsen T. Leffers W. Pantleon, T. J. Sabin & J. A. Wert. Riso National Laboratory, Roskilde, Denmark 2000. p.p. 257-263
- [2] Recrystallization and related annealing phenomena, F. J. Humphreys, M. Hatherly, ed. Pergamon, pp. 11-54, 1995
- [3] Orientation-dependent stored energies in hot deformed Al-2.5%Mg and their influence on recrystallization., G. Guiglionda, A. Borbély, J. H. Driver. Acta Materia 52, p.p. 3413-3423, 2004.
- [4] N. RAJMOHAN, Y. HAYAKAWA, J. A. SZPUNAR. Acta mater. **45**, No. 6., 2385~2494, (1997).
- [5] F. Cruz-Gandarilla, T. Baudin, R. Penelle, H. Mendoza-Leon. "EVOLUCION DE LA MICROESTRUCTURA DURANTE LA RECRISTALIZACION PRIMARIA EN Fe3%Si MEDIANTE EDSD". X Congreso Nacional de Microscopía-Morelia. Asociación Mexicana de Microscopía. (2010)
- [6] D.E. Solas, C.N. Tome. O. Engler. H.R. Wenk. Acta mater. **49**. 3791~3801, (2002),
- [7] Yu. Perlovich, M. Isaenkova, V. Fesenko. Z. Kristallogr. **Suppl.** **26** 327-332, (2007).
- [8] Yu. Perlovich1, M. Isaenkova1, V. Fesenko1 and H.J. Bunge. Materials Science Forum-**495-497** pp 77-86 (2005).
- [9] J.S.Kallend, Y.C. Huang. Metal Science **18** 381-385. (1984).
- [10] H.J. Bunge. "Texture Analysis in Materials Science. Mathematical Methods". Ed Butterworths (1982). ISSN 0-408-10642-5
- [11] R.A. Young. The Rietveld Method. Edit. IUCr Oxford University Press (1993). ISBN 0-19855577-6.
- [12] Stibitz G.R., Phys Rev **49** 872, (1937).
- [13] M.Ceretti A. Lodini. « Analyse des Contraintes Résiduelles par Diffraction de Rayons X et des Neutrons » . Editores Alain Lodini et Michel Perrin. Évaluation des Contraintes Résiduelles à partir de la Mesure des Microdéformations dans les Matériaux Polycristallins. Ed. Commissariat a L'Énergie Atomique. France (1994)
- [14] Preferred orientation in deformed metals and rocks: An introduction to modern texture analysis, Wenk H. R., Academia Press inc. London 1985.
- [15] Young's modulus surface and poisson's ratio curve for cubic metals, Jian-Min Zhang, Yan Zhang, Ke-Wei Yu, Vincent Ji., Journal of Physics and Chemistry of Solid **68**, 2007., p.p. 503-510.
- [16] Second and Higher order elastic constants, Landolt H. and Börnstein R., New series III, Nelson, 299
- [17] A. Música Rodríguez., M. Hesiquio Garduño., F. Cruz Gandarilla. y G. Cabañas Moreno. "Actualización y Automatización del Goniómetro de Textura de la ESFM". Memorias de la 6ta Reunión Nacional Académica de Física y Matemáticas, México, 78 a 83, (2001).
- [18] Juan Rodríguez-Carvajal, <http://www.ill.eu/sites/fullprof/php/tutorials.html>. Documents about microstructure. "Study of Micro-Structural Effects by Powder Diffraction Using the Program FULLPROF".
- [19] Thompson, Cox and Hastings, J. Appl. Cryst. **20**, 79 (1987).
- [20] Stephen Wolfram. Mathematica. <http://www.wolfram.com/>
- [21] Francisco Cruz Gandarilla, José Gerardo Cabañas Moreno y Mayahuel Ortega Aviles. Aplicaciones de la Difracción de Rayos X a Materiales Policristalinos. Ed. Sociedad Mexicana de Cristalografía. (2005). ISBN 970-9888-00-5
- [22] K. Pawlik, P.Ozga: "LaboTex: The Texture Analysis Software. <http://www.labosoft.com.pl/index.htm>
- [23] Hans-Rudolf Wenk, "Berkeley Texture Package BEARTEX", <http://eps.berkeley.edu/~wenk/TexturePage/beartex.htm#BEARTEX>.