

EL USO DE PARAMETROS DE CALIDAD DE EBSD EN LA SEPARACION DE FASES EN MATERIALES MULTIFÁSICOS

Raúl E. Bolmaro (1), Javier W. Signorelli (1), Claudio Schwindt (2), Vanina Tartalini (3), Pablo Risso (3), Martina C. Avalos (1).

⁽¹⁾ Laboratorio de Ciencia de los Materiales, Instituto de Física Rosario CONICET-UNR, Rosario, Argentina.

⁽²⁾ Departamento de Ingeniería, UNS-CONICET. Av. Alem 1253, Bahía Blanca, Buenos Aires, Argentina.

⁽³⁾ Centro Científico Tecnológico, Lab. Microscopía Electrónica de Barrido, Rosario, Argentina.

Email: bolmaro@ifir-conicet.gov.ar

La técnica de Electron Back Scattering Diffraction necesita de diversos parámetros de calidad para evaluar la calidad, corrección y confiabilidad de los resultados obtenidos. Los mismos proveen varios tipos de evaluación de la corrección de las determinaciones de las orientaciones efectuadas por medio de la indexación de los patrones de Kikuchi, siendo calculados en sus diversos estadios: detección de los patrones de Kikuchi, cálculo en el espacio de Hough e indexación del patrón. Una discusión extensa se puede encontrar en Pinard et al. [1]. El índice de calidad (IQ, por sus siglas en inglés) mide el contraste de las imágenes colectadas en la pantalla fluorescente o de su transformada de Hough y la consecuente posibilidad de obtener una buena indexación de los patrones. El índice de confianza (CI, ídem) mide la corrección relativa de las diferentes opciones de indexación halladas por el software, permitiendo adoptar la de mayor CI como la correcta. El parámetro "Fit" mide la diferencia angular promedio entre las líneas del patrón experimental y el calculado. Estos parámetros, o similares, están implementados en la mayoría de los programas comerciales de EBSD.

En un modo avanzado de utilizar la técnica de EBSD se puede efectuar barridos simultáneos con el detector EDS, que permite la detección de fases diferentes y su indexación cristalográfica, basándose en el contenido elemental de cada pixel. Esta metodología se aplica con ventaja en los casos en que la composición difiere apreciablemente entre fase y fase, pero resulta inútil cuando las fases tienen composiciones muy similares.

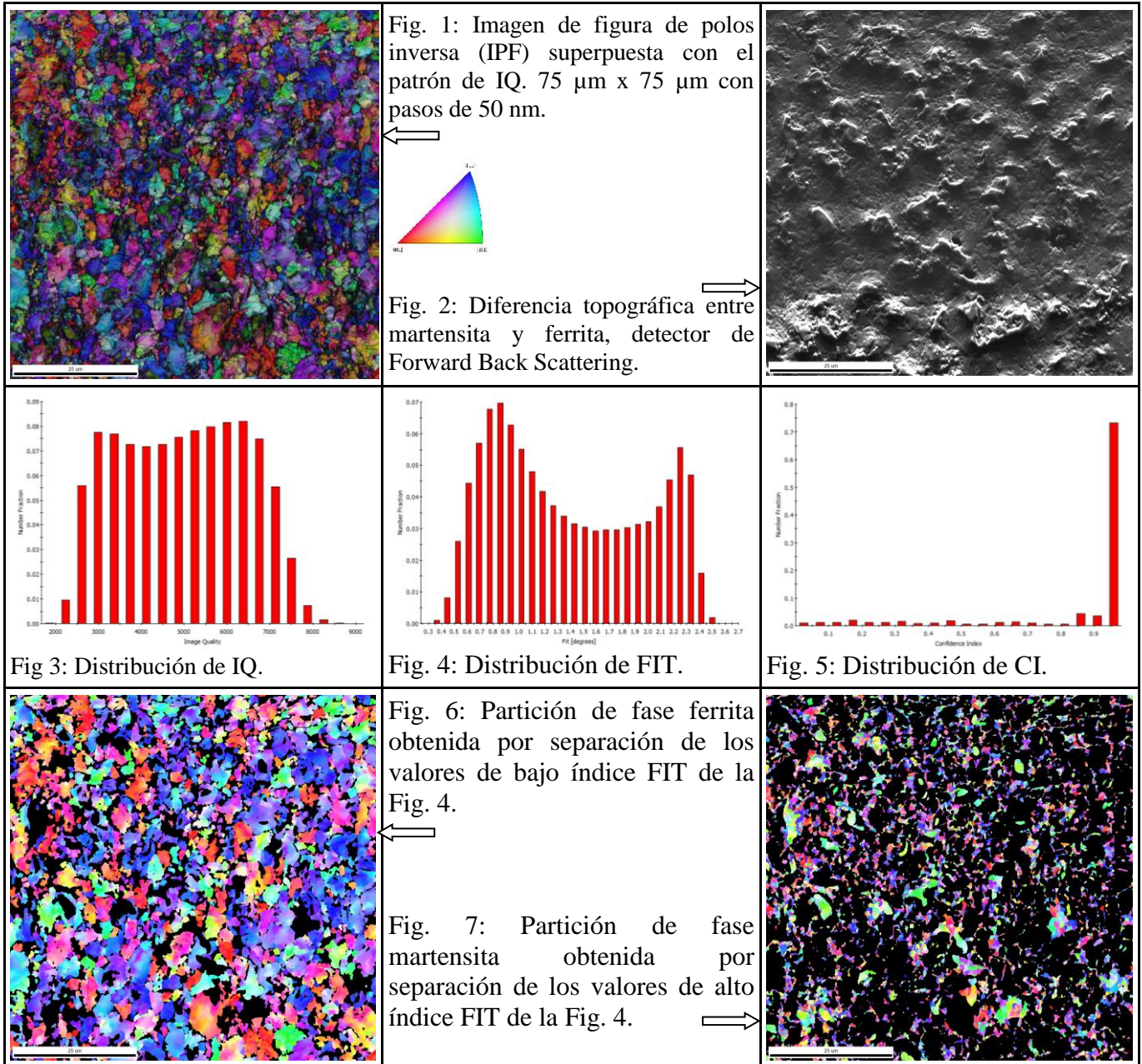
Si por otro lado las estructuras cristalográficas no son discernibles mediante las figuras de Kikuchi la determinación de la fracción de volumen de cada fase y su correlación con los cristales indexados es dificultosa.

Una técnica utilizada con relativo éxito consiste en determinar la función distribución del parámetro IQ que suele tener valores diferentes para cada fase, debido a diversos factores como la mayor presencia de defectos o mínimas diferencias en los parámetros de red o desvíos respecto de los valores de una estructura BCC debido a la tetragonalización, como ocurre entre la martensita y la ferrita [2, 3].

Debido a la baja capacidad de la técnica EDS para determinar cuantitativamente y con precisión la presencia de carbono, entre los límites en que martensita y ferrita usualmente difieren, la técnica más avanzada de barrido simultáneo de EDS+EBSD no es aplicable en la mayor parte de los aceros. En el presente trabajo se efectúa una determinación, mediante la utilización de los tres parámetros de error mencionados, para la separación de las fases ferrita y martensita en un acero Dual Phase 780 deformado. La Fig. 1 muestra la imagen de figura de polos inversa (IPF) superpuesta con el patrón de IQ. El barrido, de 2.600.367 pixels, fue efectuado en un campo de 75 μm x 75 μm con pasos de 50 nm después de un pulido de diversos papeles y pasta de diamantes terminando con paño y sílica coloidal 0.05 μm . Puede verse una microestructura compleja con fragmentación interna de granos, tanto producto de la deformación como de la distribución original de la fase martensita. La Fig. 2 muestra la diferencia topográfica entre martensita y ferrita, siendo esta última la que aparece a menor nivel. La señal corresponde al Forward back Scattering. Las Figs. 3, 4 y 5 muestran la función distribución de IQ, FIT y CI correspondientes al barrido de la Fig. 1. Puede observarse que los parámetros presentan una distribución bimodal donde ambos máximos corresponden a la diferente capacidad de obtener, para cada fase, a) buen contraste en el patrón de Kikuchi una vez transformado al espacio de Hough (IQ), b) la exactitud angular con que son indexadas y calculadas las bandas de los patrones de Kikuchi (FIT) y, c) la confianza con que se efectúa la indexación al elegir entre las diversas soluciones del software (CI). La separación de fases se efectuó basándose en la distribución del parámetro FIT, que muestra una mayor sensibilidad, probablemente debido a que la fase martensita es de bajo carbono y baja distorsión de tetragonalización. La diferencia principal entre ambas fases

4° Congreso de la Asociación Argentina de Microscopía (SAMIC 2016)

puede evidenciarse en pequeños desacuerdos angulares entre las bandas de Kikuchi experimentales y calculadas, lo que se revela principalmente en el parámetro FIT. Las particiones por separado se muestran en las Fig. 6 y 7. La fracción de volumen aproximada de martensita es de 30%. Este modo de cálculo de la misma trae como ventaja adicional la información cristalográfica asociada, lo que no se consigue con ninguna técnica metalográfica.



REFERENCIAS

- [1] Pinard P T, Lagacé M, Hovington P, Thibault D and Gauvin R. (2011) An Open-Source Engine for the Processing of Electron Backscatter Patterns: EBSD-Image. *Microscopy and Microanalysis*. 17, 3: 374-385.
- [2] Field D (1997). Recent advances in the application of orientation imaging. *Ultramicroscopy*. 67: 1-9.
- [3] Choi S-H, Kim E-Y, Woo W, Han S H, Kwak J H (2013). The effect of crystallographic orientation on the micromechanical deformation and failure behaviors of DP980 steel during uniaxial tension. *Int. J. of Plasticity* 45 : 85-102.