

APLICACIONES DE LA MICROSCOPIA ELECTRONICA ANALITICA

G. Torres Villaseñor¹, J. Negrete² y J.E. Moreno¹

- 1) Instituto de Investigaciones en Materiales
UNAM. A.P. 70-360; 04510 México, D. F.
2) Instituto de Metalurgia, UASLP, S.L.P.

El microscopio electrónico se ha convertido en una de las herramientas más versátiles con la que puede contar un científico dedicado al estudio de las propiedades de los materiales. Un microscopio electrónico analítico combina alta resolución con sistemas que permiten realizar varios tipos de experimentos "in situ", sistemas de análisis químicos y sistemas de observación por transmisión y barrido. Con el objeto de ilustrar el uso de estos sistemas y sus aplicaciones, se presentan en este trabajo experimentos realizados "in situ". Los experimentos están relacionados con uno de los problemas actuales de la rama de las propiedades mecánicas de los materiales y es el de los mecanismos que permiten a un material lograr un estado superplástico. La superplasticidad consiste en que algunos metales con granos finos y de dos fases, pierden prácticamente toda su resistencia mecánica a una cierta temperatura. Actualmente se acepta que el mecanismo principal es el deslizamiento de un grano sobre otro, en lugar del deslizamiento de un plano atómico sobre otro, como sucede en los metales cristalinos convencionales. Se muestran resultados de: pruebas de tensión realizadas dentro del microscopio; cambios de composición producidos por la deformación dentro del mismo grano, así como observaciones de la microestructura realizadas por difracción, campo claro y campo oscuro.

INTRODUCCION

Cuando un haz de electrones incide sobre un sólido ocurren un gran número de eventos que se representan en la Fig. 1, cada evento nos proporciona una diferente información acerca del sólido en cuestión. Parte de la información se origina por medio de la radiación que atraviesa y parte por la radiación que emerge de la superficie de la muestra. Entre las radiaciones que emergen de la superficie se encuentran los rayos X característicos, que se obtienen cuando electrones incidentes con suficiente energía, sacan un electrón de la capa "K" de un átomo perteneciente al sólido originando un rayo X característico al saltar un electrón de un nivel energético superior al hueco dejado en la capa "K". Este rayo X es prácticamente una huella digital del átomo que lo originó, por lo cual al ser analizado nos puede revelar la composición del área o volumen en donde incidió el haz de electrones.

Con los electrones retrodispersados y los electrones secundarios, se puede formar una imagen de las regiones que toca el haz. Para formar una imagen de una área dada se requiere que el haz "barra"

esta área, lo cual se logra por medio de un sistema semejante al usado en un tubo de rayos catódicos. La gran ventaja de este sistema es que se logran imágenes tridimensionales, es decir aparecen en foco los relieves de la muestra, además de lograrse poderes de resolución del orden de 2nm cuando se utilizan electrones secundarios. Los electrones secundarios difieren de los retrodispersados principalmente en su energía, la cual es menor en los secundarios. Debido a esta baja energía y su amplio espectro de valores, los electrones secundarios nos dan información sobre la topografía y cristalografía de la muestra.

Los electrones Auger, son un tipo de radiación que nos brindan información acerca de las capas más superficiales de la muestra. Este electrón se produce cuando un rayo X característico saca un electrón de una capa L del mismo átomo. El electrón así producido es un electrón Auger y posee una energía cinética característica del átomo y del nivel cuántico que lo originó. Para que exista una eficiente emisión de electrones Auger es necesario hacer incidir el haz de un ángulo agudo.

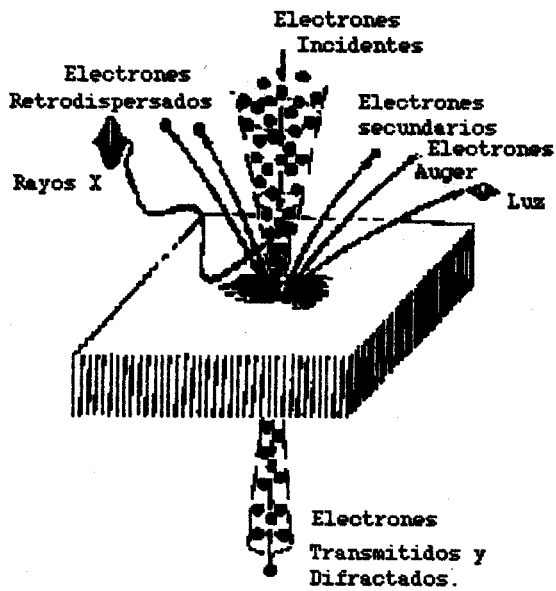


Fig. 1. Eventos de reacción e interacción ocurridos cuando un haz electrónico, choca con un sólido.

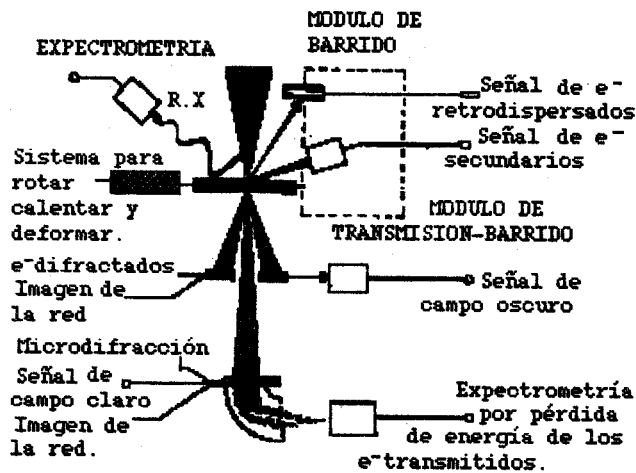


Fig. 2. Diagrama esquemático que nos describe el concepto de Microscopio Electrónico Analítico.

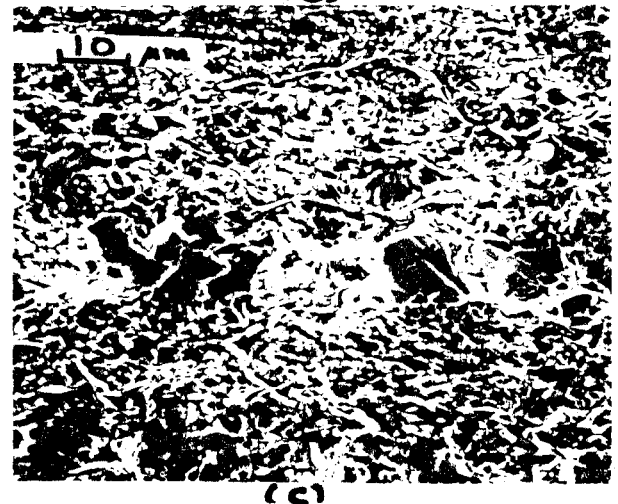
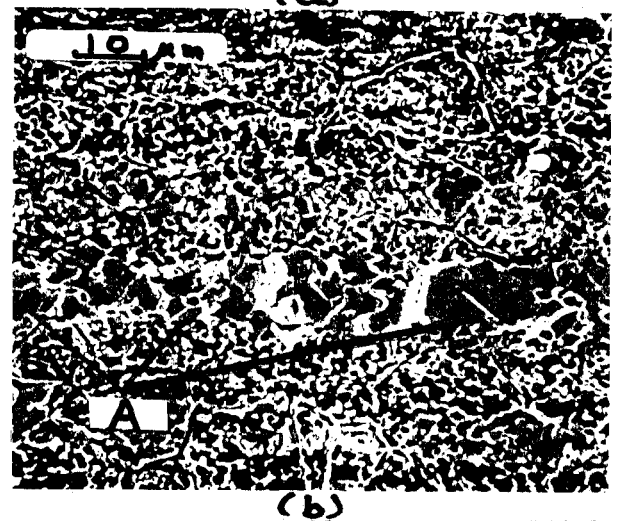
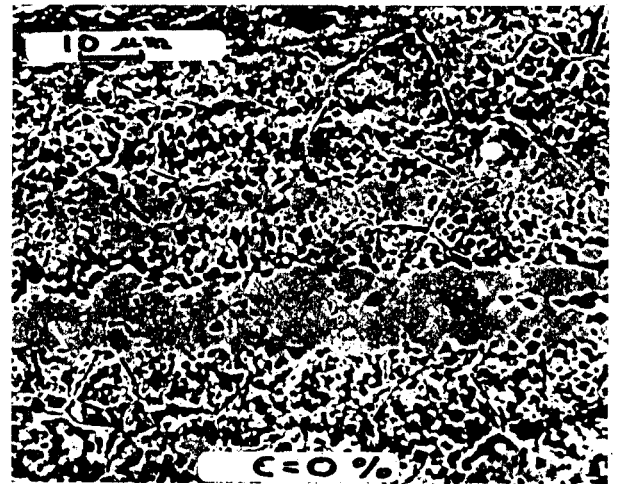


Fig. 3. Diversas etapas de la deformación "in situ" de la aleación Cu-21Al-Cu. a) Estado inicial. b) Deformación del 25%. Aparecen líneas de deslizamiento en la superficie de los granos "A". c) Deformación del 140%.

En el caso en que la muestra sea delgada, es decir con un espesor entre 100 y 200 nm, tendremos la posibilidad de obtener información de electrones que atraviesan la muestra en forma de electrones transmitidos, los cuales pasan por el sólido sin sufrir alteraciones o difractados, los cuales interaccionaron con la red cristalina. Estos electrones al pasar por un sistema adecuado de lentes magnéticas nos permiten formar una imagen del interior del sólido. Hay dos mecanismos importantes que nos proporcionan el contraste en la imagen: a) Los electrones difractados, son detenidos por el diafragma del lente objetivo y no contribuyen en la formación de la imagen. A esta imagen se le denomina de campo claro. Por el contrario la imagen de campo oscuro se forma interceptando el haz transmitido y dejando pasar los difractados, en esta forma lo que aparecía oscuro en campo claro aparece brillante en campo oscuro. b) Otra forma de obtener imagen es a través del contraste por fase. Los efectos del contraste por fase son importantes cuando se intentan resolver detalles de la imagen menores a 1,5 nm. El método consiste en dejar pasar por la abertura del diagrama algunos o todos los haces dispersados por la muestra, permitiéndoles así interaccionar con el haz transmitido para formar una imagen en la cual, las diferencias de fase presentes en los electrones al salir de la muestra, se convierten en diferencias de intensidades. Con este método es posible la resolución directa de las posiciones atómicas, cuando los detalles a resolver son de más de 1,5 nm, el método pierde importancia.

El microscopio electrónico analítico, es básicamente un microscopio electrónico de transmisión convencional, modificado con un sistema de barrido que le permite trabajar en el modo convencional de transmisión (MET) o por transmisión-barrido (METB), con módulos de análisis que le permiten una rápida conversión a microscopía electrónica por barrido (MEB), a espectrometría por análisis de la energía de los R.X. emitidos por la muestra (en inglés EDX) y a espectrometría por análisis de la pérdida de energía de los electrones transmitidos (en inglés EELS). El sistema se representa gráficamente en la Fig. 2.

Además de los módulos descritos anteriormente, la potencia del microscopio analítico se ve incrementada con el diseño de portamuestras que permiten deformar la muestra "in situ", calentarla hasta 1200°C o enfriarla hasta -268°C, inclinarla en dos ejes o rotarla con el objeto de acomodar los planos cristalinos importantes en posiciones de máximo con-

traste. El conjunto de todas estas herramientas disponibles en un solo aparato, le dan una increíble gama de aplicaciones en el campo de la ciencia de los materiales.

En el presente trabajo, se ejemplifican algunas aplicaciones de la microscopía analítica, mostrando los avances realizados en la investigación, sobre mecanismos de deformación superplástica en aleaciones Zn-21Al-2Cu y Cd-17Zn.

DETALLES EXPERIMENTALES

Las probetas para realizar los experimentos "in situ", fueron cortadas de láminas superplásticas de las aleaciones Zn-21Al-2Cu y de Cd-17Zn. Las dimensiones de las probetas fueron: 2mm de ancho, 0,5 mm de espesor y 6 mm de largo. Las observaciones de la deformación se realizaron únicamente en el modo de barrido con el objeto de poder observar los mecanismos de deformación en un sólido. Las observaciones por microscopía de transmisión requieren una muestra con espesores menores a 200 nm, lo cual no es representativo de lo que pasa en un sólido real. Al terminar la deformación, la cual fue mayor al 120%, se adelgazaron las probetas para ser observadas por microscopía electrónica de transmisión y microanálisis. La deformación se realizó a temperatura ambiente, que corresponde a una temperatura homóloga (relación entre la temperatura en grados absolutos, de fusión y la de deformación) de 0,4 para Zn-Al-Cu y de 0,55 para Cd-Zn. Se ha observado que la superplasticidad aparece en las cercanías de la temperatura homóloga de 0,5.

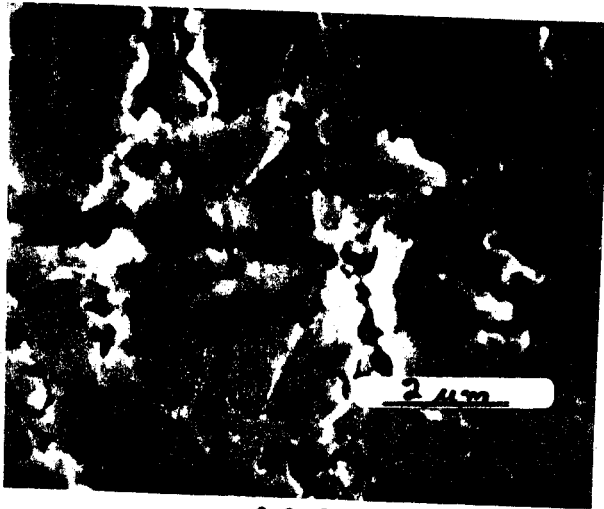
RESULTADOS Y DISCUSION

La presente investigación aunque inconclusa nos muestra, la gran variedad de experimentos que pueden realizarse con un microscopio analítico y la importancia de éste en las investigaciones en el área de la Ciencia de Materiales.

Las Figs. 3 y 4 nos muestran la superficie de la muestra en diversas etapas de la deformación. Cuando la deformación alcanza el 25% se observa el inicio de una separación entre granos, producida por el efecto de deslizamiento de los granos, esta separación es una consecuencia de la necesidad de incrementar la superficie del sólido¹, durante la deformación plástica. En la aleación Zn-Al-Cu es posible observar en algunos granos marcados "A", Fig. 3, la aparición de líneas de deslizamiento, clásicas de una deformación asistida por dislocaciones, este efecto no fue observado en la aleación Cd-Zn, en donde la deformación se realiza exclusivamente por deslizamiento



(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 4. Diversas etapas de la deformación "in situ" de la aleación - Cd-Zn. a) Estado inicial. b) Deformación del 35%. c) Deformación del 100%. En la región marcada "B" empiezan a surgir granos de las capas inferiores a la superficie. d) Deformación del 125%. En la región "B", ha emergido completamente un grano.



Fig. 5. Grano de aluminio, mostrando la aparición de subfronteras de grano, las cuales pueden ser las causas de la fragmentación de los granos durante la deformación superplástica. Aleación Zn-Al-Cu.

de granos. Al incrementarse la deformación es posible observar que las grietas formadas por la separación de granos no crecen y fracturan al material - como clásicamente sucede en un metal con mecanismos de deformación por dislocaciones. En este caso se observa que los granos se van separando y surgen nuevos granos de las capas inferiores del sólido, Fig. 4c y 4d, los cuales llenan los huecos dejados por la separación y emigración de los granos. Este acto fue sugerido por Gifkins², como una corrección a la teoría para explicar la deformación superplástica de Ashby³. La proposición original, planteaba la emergencia de un grano, el cual por mecanismos de difusión acomodaba su geometría para llenar perfectamente el hueco dejado en la superficie. En nuestras observaciones experimentales, encontramos que el grano emergente conserva su geometría al cubrir el hueco, dejando pequeñas cavidades por no tener las dimensiones exactas del hueco. Es de esperarse que este fenómeno se repita en las capas inferiores no visibles desde la superficie, dando origen a la cavitación observada⁴ en todos los materiales superplásticos después de una deformación. Por comparación del estado final e inicial, podemos darnos cuenta que los granos son - mas finos, concluyéndose que existe un proceso de rompimiento de los granos durante la deformación superplástica.

Las observaciones realizadas por microscopía electrónica por transmisión, nos permiten observar que los granos - iniciales en especial los de aluminio - han sufrido subdivisiones que se pueden apreciar por la aparición de subfronteras de grano, Fig. 5, las cuales con el esfuerzo adecuado pueden iniciar un deslizamiento, originando la refinación de los granos observada por MEB. Por medio del microanálisis practicado en cada - subdivisión del grano de aluminio fue - posible determinar que el silicio, que viene como impureza en el aluminio, emigra hacia los granos marcados 2 y 4, - Fig. 5, ya que en éstos detecta y en - los otros no. Estas subfronteras de grano no aparecen en los granos antes de - la deformación, por lo cual concluimos que los esfuerzos a los cuales están sujetos los granos, inducen estas subfronteras y al mismo tiempo favorece la difusión de los átomos de silicio (impurezas) de una región sujeta a altos esfuerzos a una región menos esforzada. Las - muestras de Cd-Zn aún no han sido observadas.

CONCLUSIONES

La deformación de las aleaciones Zn-21Al-2Cu y Cd17Zn, se deforman utilizando mecanismos de resbalamiento entre granos, observándose una ligera contribución de deslizamiento entre planos en algunos granos de Zn, en la aleación Zn-Al-Cu, debido a que la temperatura homologa de deformación es inferior a 0,5.

La superficie del material se incrementa durante la deformación, por medio de la emergencia de nuevos granos, de las capas inmediatamente inferiores a la superficie. Se ve la necesidad de modificar el mecanismo de Gifkins, propuesto para este fenómeno.

Se observa una disminución en el tamaño de grano, al progresar la deformación. Esto puede pasar por la formación de subfronteras en el interior de los granos, las cuales después de formadas, se deslizan creando fragmentaciones de los granos iniciales.

REFERENCIAS

1. G. Torres Villaseñor. Ciencia 39 103-111 (1989).
2. R. Gifkins. J. Mater. Sci. 13 1926-1936 (1978).
3. M.F. Ashby y R. Verrall. Acta Met. 21 149-157 (1973).
4. T.G. Landon. Superplastic Forming of Structural Alloys, The Metall. Soc. AIME. pág. 27-40.