Preparación metalográfica y caracterización por microscopía óptica y cuantitativa

PAPIME-PE102421
Generación de recursos didácticos que contribuyan a la mejora en la realización de prácticas en formato no presencial y mixto del área de Ciencia e Ingeniería de Materiales

Contenido

1. Objetivos 4
2. Introducción 4
3. Preparación metalográfica 4
3.1. Selección de la muestra .....
3.2 Corte 5
3.3. Limpieza: 8
3.4. Montaje 8
3.5. Desbaste 10
4. Aplicaciones a nivel industrial 18
5. Caracterización metalográfica de los materiales por microscopía 19
5.1 Microscopía óptica 19
5.2 Metalografía y microscopia cuantitativa 21
5.2.1 Análisis de la microscopia 22
5.3 Relación microestructura-propiedades 27
6. Material y Equipo 32
6.1 Equipo 32
6.2 Material 32
7. Metodología para el desarrollo de la práctica 32
7.1 Realizar la preparación metalográfica 33
7.2 Microscopia óptica: 33
7.3 Determinación de tamaño de grano 33
7.3.1 Tamaño de grano ASTM (G) o Tinken: 33
7.3.2 Tamaño de grano con método de intercepción de Heyn: 34
7.4 Determinación del % de fases presentes 35
7.5 Realizar conteo de granos existentes en la micrografía 35
7.5.1 Conteo manual mediante software ImageJ: 35
7.5.3 Conteo rápido mediante software ImageJ: Seguir las instrucciones explicadas en el video de muestra 35
8. Reporte y análisis de resultados 35
8.1 Realizar una breve descripción del proceso experimental 35

8.2 Señalar, describir e interpretar los elementos morfológicos 35
8.3 Reportar los tamaños de grano 36
8.4 Reportar el % de fases presentes 36
8.5 Reportar el número de granos 36
9. Análisis de resultados 36
10. Conclusiones 36
11. Reporte 37
12. Cuestionario 37
13. ANEXOS 37
ANEXO I: Equipos adicionales del laboratorio de metalografía 37
AI. I Horno de mufla o de temple eléctrico Heraeus 37
AI. II Horno o mufla de laboratorio Undberg 38
AI.III Horno de tratamiento térmico Kintel 38
AI. IV Microscopio estereoscópico ZEUSS con axiocam erc 5s 39
ANEXO II: Equipos ubicados en los laboratorios de Metalografía 40
AII.I Cortadora de disco abrasivo: ABRASIMET 2 Marca Buehler 40
AII.II Cortadora Desbastadora de banda SURFMET1 Marca Buehler 41
AII.III Desbastadora de doble banda marca CMS 41
AII.IV Desbastadora y pulidora de doble disco marca CMS 42
AII.V Desbastadora manual HANDIMET 2 marca Buehler 42
AII.VI Pulidora de doble disco marca Mecapol 43
AII.VII Desbastadora y pulidora de un disco marca Presi 43
AII.VIII Prensa de montaje neumática marca CMS 44
ANEXO III: Equipo Laboratorio de recubrimientos 44
AIII.I Cortadora de disco abrasivo ISOMET 1000 PRECISION SAW marca Buehler 44
AIII.II Prensa de montaje neumática METAPRESS-A 45
AIII.III Desbastadora y pulidora de doble disco FORCIPOL 2V marca Metkon 45
AIII.IV Desbastadora y pulidora metaserv 250 marca Buehler 46
ANEXO IV: Principales reactivos químicos para su aplicación en ataque químico 46
14. Bibliografía 48

1. Objetivos

- Realizar la preparación metalográfica de una muestra de metal ferroso o no ferroso mediante el estudio y la aplicación de las técnicas de corte, desbaste, pulido y ataque adecuadas.
- Observar y reportar los elementos observados macroscópicamente (sin aumento o con aumentos menores de aproximadamente (30x).
- Realizar la caracterización microestructural de la muestra de estudio a partir del empleo de microscopía óptica: identificar las características morfológicas apreciables de las micrografías obtenidas: tipo de grano, tamaño de grano.
- Calcular el tamaño de grano del material, el número de granos y el % de fases presentes al aplicar distintas metodologías y comprender las diferencias de cada una de ellas.
- Aprender el uso del software de procesamiento de imagen ImageJ y comprender la importancia de su implementación para el análisis de imagen digital dentro del campo del análisis cuantitativo.

2. Introducción

La metalografía es un proceso que incluye una serie de técnicas para el tratamiento de un material y se realiza con el fin de examinar y determinar los constituyentes, la composición química y la estructura física subyacente de materiales, para de esta manera establecer relaciones entre los elementos observados y propiedades mecánicas y físicas. Es un precepto de la ciencia de materiales que el procesamiento de materiales gobierna la microestructura particular de cada uno de estos y que ésta, a su vez, influye en sus propiedades y desempeño. [1]

3. Preparación metalográfica

La preparación metalográfica consta de 6 etapas: selección de la muestra, corte, montaje (opcional), desbaste, pulido y ataque químico. Sin embargo, no siempre es necesario ejecutar todas las etapas, por lo que la selección de las mismas dependerá de parámetros como: el material del elemento y del objetivo de su estudio, la necesidad del número de muestras, de su tamaño y forma, la influencia que la técnica tendrá hacia este en cuanto a nivel de deformación microestructural y la alteración de propiedades mecánicas e indeseable daño superficial, la naturaleza de las condiciones de servicio a las que estuvo sujeto (si aplica), entre otros. A continuación, se describen las etapas mencionadas. [1]

3.1. Selección de la muestra

El elegir el método para la selección de una muestra sujeta a una posterior preparación metalográfica debe realizarse cuidadosamente y considerar aspectos como el número, la posición y orientación del componente de prueba. Por ejemplo, el número de muestras requerido para caracterizar un componente depende del tamaño y la complejidad de este, así como de la naturaleza de sus condiciones de servicio.

3.2 Corte

A pesar de que en algunas situaciones el tamaño de la muestra sea el adecuado para su preparación, en la mayoría de los casos se requerirá realizar un corte o seccionado, por lo que la primera acción más importante en la preparación metalográfica es la adecuación de una muestra a un tamaño conveniente que represente al componente de análisis, a partir de una pieza más grande. Las muestras de tamaño razonablemente pequeño pueden ser manipuladas mediante el equipo que se encuentra en un laboratorio de metalografía típico: cortadora de disco abrasivo y cortadora de disco abrasivo de diamante de alta o baja velocidad; para muestras más grandes se puede hacer uso de un esmeril como el de la 1. [2]

En los diferentes laboratorios de tratamiento de materiales de la Facultad de Ingeniería existen diferentes máquinas de corte, indicadas en los Anexos II y III de este documento.

1 Esmeril ubicado en el Laboratorio de Metalografía de la Facultad de Ingeniería, UNAM. Elaboración propia.

Para el corte abrasivo convencional que se usa en laboratorio, que resulta ser el método más popular para el corte metalográfico de rutina y posterior análisis microscópico por ser rápido, económico y preciso, se usa un disco rotativo de corte relativamente delgado, soportado en un medio, compuesto de partículas

abrasivas que al tener contacto con el material en sucesión rápida y a velocidades muy altas seccionan lo seccionan. Las miles de partículas se encuentran orientadas aleatoriamente y entran en contacto con la pieza de trabajo en varios ángulos diferentes, muchos de los cuales no son favorables para el corte pues producen calor por fricción y pueden rayar la superficie, por lo que el uso de un refrigerante durante el seccionado es muy recomendado. El refrigerante deberá ser direccionado hacia la zona de corte y el disco; su flujo deberá ser uniforme, de lo contrario el resultado será un desgaste heterogéneo de la herramienta y la obtención de cortes deficientes. Además, su aplicación asegurará el obtener una superficie casi plana sin daño mecánico o térmico considerable. [1], [2]

Los dispositivos de corte más comúnmente utilizados en el laboratorio son las máquinas de corte abrasivo con discos de corte y las sierras de diamante de baja velocidad. Se emplean discos hasta de 12 pulgadas de diámetro. Las cortadoras de disco abrasivo para metalografía, como la mostrada en la (c) (d)

2, están diseñadas específicamente para minimizar los daños en la estructura del material debido al calor excesivo acumulado y a la deformación en las zonas cercanas al corte; incluyen un accionamiento motorizado de alta velocidad donde se colocan los discos de corte de los dos tipos existentes: los no

consumibles y los consumibles. [1]

(a) (b)

(c) (d)

2 (a) y (b) Cortadora de disco abrasivo. Elaboración propia.
(c) y (d) . Pieza para cortar colocada en la mordaza de la máquina. Inicio de corte de la pieza. Elaboración propia.

Los discos de corte consumibles usan partículas de diamante adheridas a un disco. Los discos de corte abrasivos consumibles usan carburo de silicio para cortar metales no ferrosos y no metales, o alúmina (Al_2O_3) para el corte de ferrosos; se pueden encontrar entre una gran variedad de diámetros y espesores. El tamaño de grano del abrasivo puede ser grueso o fino. Los abrasivos de grano grueso son preferidos para el trabajo de producción debido a que producen cortes más rápidos y limpios. Los discos con abrasivo de grano fino producen cortes más suaves y son preferidos para trabajos más delicados. [1]

Material (aleación)	**Clasificación**	**Abrasivo/Ligante**
Al, latón, zinc, etc.	No ferrosos suaves	SiC / Disco de hule
Aleaciones tratadas térmicamente	No ferrosos duros	Al_3O_2 / Resina de hule
Aceros con dureza HRc<45	Aceros suaves	Al_3O_2 / Resina de hule
Aceros con dureza HRc>45	Aceros duros	Al_3O_2 / Resina de hule
Superaleaciones	Aleaciones de alto NI-Cr	SiC / Disco de hule

Tabla 1 Guía general para la selección de un disco abrasivo de corte. [9]

Material	Característica	Velocidad [rpm]	Disco (abrasivo / concentración)
Substrato de silicio	Suave / Frágil	<300	Fino / Bajo
Arseniuro de galio	Suave / Frágil	<200	Fino / Bajo
Compuesto de boro	Muy frágil	500	Fino / Bajo

Tabla 2 Ejemplo de guía para la selección de discos de diamante empleados para el corte. [9]

Los discos de corte de grado de abrasivo de 60 a 120 son los recomendados para seccionar muestras para metalografía pues producen un corte rápido. Al seleccionar un disco de corte abrasivo para una aplicación particular, se deben considerar factores como el material de enlace del que está compuesto, la dureza de dicha unión y el abrasivo. [4]

3.3. Limpieza:

Previo al montaje se recomienda elaborar y comprender un plan general para realizar la metalografía. Generalmente será necesario limpiar las muestras. Cualquier operación de limpieza física (muestras libres de residuos sólidos) o química (libres de cualquier contaminante) deberá iniciarse siempre con una solución simple y gentil como alcohol, acetona o agua jabonosa. [1], [2]

3.4. Montaje

El montaje es un proceso opcional durante la metalografía. La ventaja de montar muestras es la facilidad de manipulación de estas cuando éstas son muy pequeñas, frágiles y presentan una forma incómoda para su manipulación. [2]

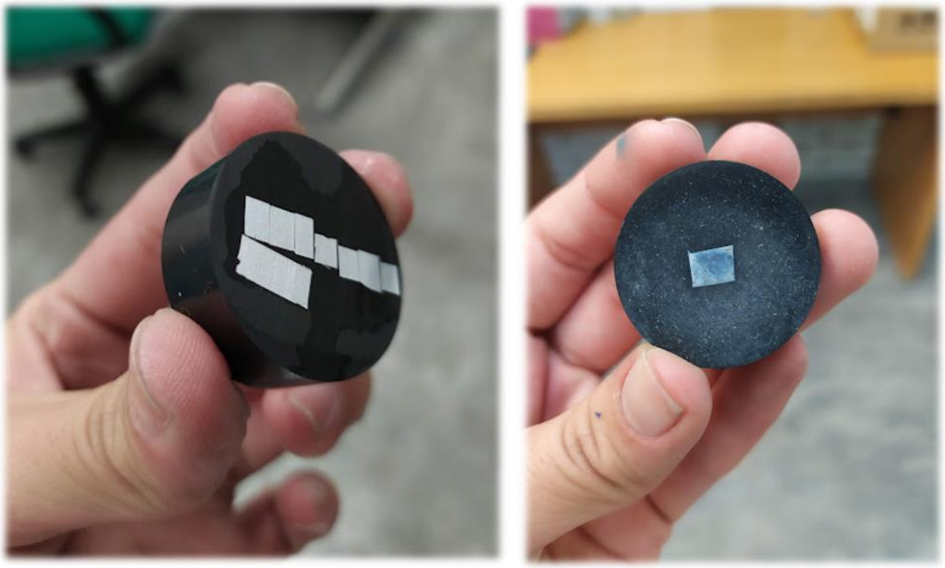
El montaje consiste en el encapsulado de una muestra del material de estudio en un material polimérico, o al amordazarle con un dispositivo mecánico. Los aparatos que se emplean para el montaje y encapsulado son prensas metalográficas de montaje que contienen moldes de montura para laboratorio y pueden producir montajes redondos con diámetro de generalmente 1, 1 ¼ o 1 ½ pulgadas, mientras que su altura varía de entre ½ a ¾ de pulgada; un ejemplo es el de la 4. Para montar muestras, estas deberán ser previamente cortadas a un tamaño para que quepa dentro del molde con un espacio libre alrededor de al menos 1/8 de pulgada. [1]

Las prensas metalográficas de montaje pueden ser manuales hidráulicas o neumáticas automáticas, estas últimas tienen incorporados dispositivos de calentamiento y enfriamiento en el mismo recinto alrededor del molde.

El material utilizado para el molde es típicamente un polímero. Los polímeros como materiales para montaje de compresión se pueden clasificar en 2 categorías: aquellos que requieren calor y presión para ser curados y aquellos que lo hacen a temperatura ambiente. El primer grupo, que es el más empleado en laboratorio y se conoce como termoestable, se obtiene generalmente como polvos, mientras que el segundo o termoplástico como un líquido o un líquido y un polvo. El polímero termoestable requiere calor y presión durante el ciclo de moldeo y podrá ser expulsado del molde a la temperatura de moldeo. La baquelita es el material para moldeo de compresión más comúnmente empleado debido a la simplicidad de uso, los buenos resultados que se obtienen como material de montura, su bajo costo y su propiedad como material conductor. [2]

3 Compuesto conductor para montaje (baquelita en polvo). Elaboración propia.

El tamaño y forma del montaje es a veces influenciado por el tamaño y la forma de la muestra, las necesidades específicas de la investigación y la naturaleza del material a montar. El material menos costoso y el empleo de la técnica más rápida es lo que generalmente se prefiere. [1]



4 Probetas montadas en baquelita. Elaboración propia.

Otro factor para considerar es la resistencia inherente del material de montura a los solventes o reactivos químicos; particularmente si el reactivo se debe calentar, una montura conductora es la deseable. La generación de calor en el montaje de compresión puede ser sustancial: si al emplear calor se altera la microestructura del polímero, las resinas para montaje en frío deberán emplearse. Es importante considerar que este tipo de montaje puede dañar muestras delgadas y frágiles. [1]

En los diferentes laboratorios de tratamiento de materiales de la Facultad de Ingeniería existen diferentes prensas de montaje, indicadas en los Anexos II y III de este documento.

3.5. Desbaste

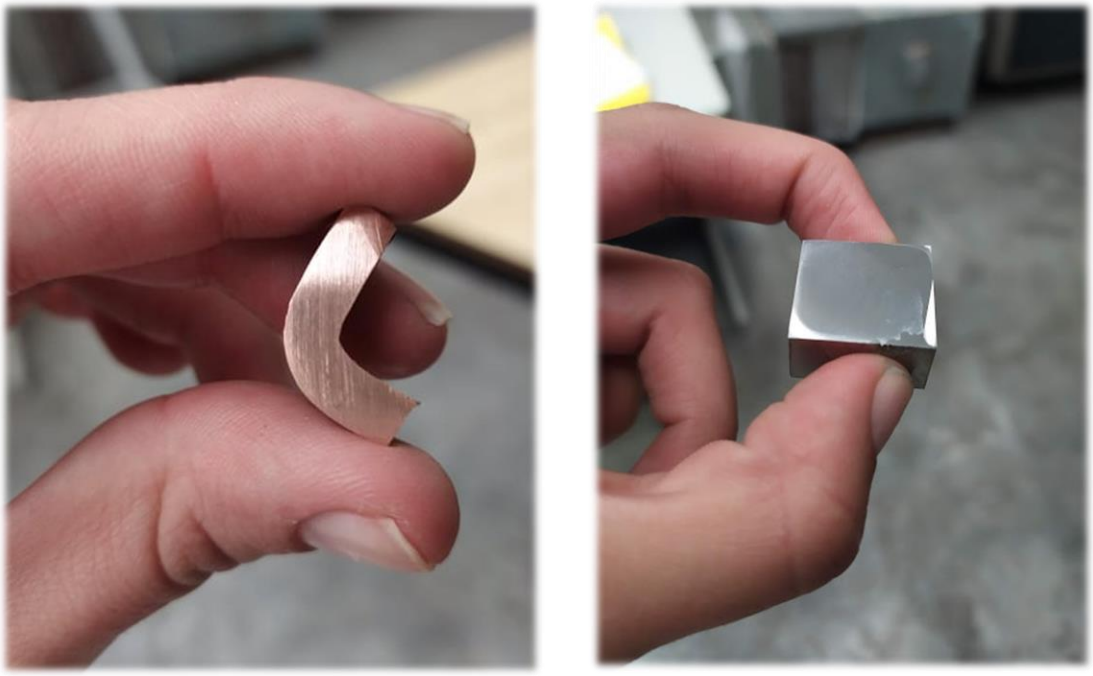
El desbaste es una fase muy importante dentro de la secuencia de preparación de muestras, debido a que es durante esta que el daño inducido durante el corte puede ser removido. Al finalizar el desbaste, el único daño presente en la muestra deberá ser el producido por el último paso de desbaste; un daño severo producido en esta etapa debido a una deficiente técnica no puede ser removido por los abrasivos empleados en el pulido. [2]

El desbaste se realiza mediante papel lija abrasivo que generalmente se moja con agua destilada para disminuir el daño por el calor generado debido a la deformación del material al ser desbastado y que podría alterar la microestructura; además de minimizar el atrapamiento del metal entre las partículas abrasivas del papel y evita que estas se expongan más a la superficie de la muestra, lo que durante la observación microestructural podría malinterpretarse como inclusiones. [2]

El tamaño de grano inicial depende de la rugosidad de la superficie y la profundidad del daño causado por el corte previo. La dirección del desbaste, en referencia a la muestra, no deberá permanecer

constante durante el proceso, sino que deberá variar entre 45° y 90° entre cada paso de desbaste. Generalmente en el laboratorio se realiza un desbaste manual, por lo que el operador deberá observar la superficie de la muestra trabajada entre cada paso para asegurar que las rayas de los pasos anteriores han sido removidas casi por completo. Además, es fundamental desbastar la pieza de manera homogénea para evitar la formación de diferentes planos en la superficie de la pieza, ver la (b)

5.



(a) *(b)*

5 (a) Se muestran las líneas de debaste generadas a partir de una lija de grano grueso en una probeta de cu. Elaboración propia.
(b) Probeta de al posterior a la aplicación de diferente presión en sus esquinas durante el desbaste; se generaron planos diferentes. Elaboración propia.

Además de poder realizar el desbaste de las muestras manualmente, en laboratorio es posible emplear una desbastadora automática en la cual se puede colocar papel de lija abrasivo de 8 a 12 pulgadas de diámetro sobre una rueda giratoria. El papel de lija abrasivo se monta dentro de un anillo de metal que se aprieta alrededor del disco giratorio. Durante su uso se emplea agua destilada o agua corriente como lubricante direccionado hacia la muestra y sobre el papel. Durante el desbaste, se sostiene la muestra de manera plana contra la superficie del disco con presión moderada y se va moviendo lentamente del centro del disco hacia afuera. Generalmente la velocidad de rotación del disco va de 300 a 600 [rev/min]. [2]

Etapa	Abrasivo	Lubricante	Paño
Desbaste grueso	SiC (180 o menor)	Agua corriente	
Desbaste fino	Grano	Agua corriente	
	Grano	Agua corriente	
	Grano	Agua corriente	
	Grano	Agua corriente	
	Grano	Agua corriente	
Pulido fino	Alúmina 0.05 $[\mu m]$	Agua corriente	Rayón

Tabla 3. Guía general para la etapa de preparación de desbaste y pulido de la muestra. [9]

El desbaste se clasifica generalmente como grueso, cuando el grado del abrasivo o el tamaño de grano de la malla abrasiva es de hasta 150, o fino, cuando va de 180 a 600 (o mayor) ver la

6. [2]

(a) (b)

(c) (d)

6 (a) y (b) Papel de lija grueso y fino, al observar es posible diferenciar el tamaño de los granos. Elaboración propia. y (d). Papel de lija fino marca Buehler de tamaño de malla 1500. Elaboración propia.

En los diferentes laboratorios de tratamiento de materiales de la Facultad de Ingeniería existen diferentes máquinas de corte, indicadas en los Anexos II y III de este documento.

3.6. Pulido

Posterior al desbaste, la muestra se pule para producir una superficie plana y razonablemente libre de rayones que pueden causar alta reflectividad. El pulido también se clasifica como grueso o fino. Para el primero se emplean abrasivos del rango de 30 a 3 $[\mu m]$, mientras que para el segundo se usan abrasivos de 1 micra o menor que con frecuencia es pasta de diamante. Para el pulido grueso se emplea pasta o suspensión de diamante o alúmina gruesa y es recomendable que la pulidora automática trabaje entre 150 a 600 [rev/min]. Los abrasivos de alúmina se utilizan más para pulido fino y se encuentra como un polvo de una suspensión pre- mezclada con tamaños de partícula de 5$[\mu m]$, 1$[\mu m]$, 0.3$[\mu m]$ y 0.05 $[\mu m]$; imágenes del material en la

7.

[2]

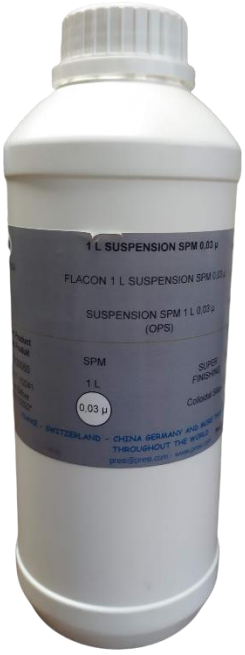
500 CC DIAMOND SUSPENSION
REFLEX LDM 3 µ
FLACON 500 CC SUSPENSION
REFLEX LDM 3 µ
DIAMANTSUSPENSION 500 ML
REFLEX LDM 3 µ
LDM
500 CC
DIAMOND
SUSPENSION
Monocrystalline
Ref. Product
Réf. Produit
PRESI 00242520
3 µ
500 CC DIAMOND SUSPENSION
REFLEX LDM 3 µ
FLACON 500 CC SUSPENSION
REFLEX LDM 3 µ
DIAMANTSUSPENSION 500 ML
REFLEX LDM 3 µ
BY PRESI
SINCE 1961

(a)

500 CC DIAMOND SUSPENSION
REFLEX LDM 1 µ
FLACON 500 CC SUSPENSION
REFLEX LDM 1 µ
DIAMANTSUSPENSION 500 ML
REFLEX LDM 1 µ
LDM
500 CC
1 µ

(b)

1 L LUBRICANT REFLEX LUB
FLACON 1 L LUBRIFIANT REFLEX
LUB
SCHMIERMITTEL 1 L REFLEX LUB
LUB
1 L
LUBRICANT
WATER BASE
Ref. Product
Réf. Produit WATER BASE
PRESI 00242700
1 L LUBRICANT REFLEX LUB
FLACON 1 L LUBRIFIANT REFLEX
LUB
SCHMIERMITTEL 1 L REFLEX LUB
BY PRESI
SINCE 1961


1 L SUSPENSION SPM 0,03 µ
FLACON 1 L SUSPENSION SPM 0,03 µ
SUSPENSION SPM 1 L 0,03 µ
(OPS)
SPM
1 L
0,03 µ

(c) (d)

7 (a) y (b) Suspensión de diamante de 1$[\mu m]$ y 0.3$[\mu m]$ marca Presi. Elaboración propia.
(a) y (d). Lubricante a base de agua marca Presi empleado durante el pulido y silica de 0.03$[\mu m]$. Elaboración propia.

El pulido puede realizarse manual o mediante una pulidora automática, en el que se emplea un disco rotativo que se coloca en la máquina. Para el pulido se emplean paños con un adhesivo en la parte posterior y que se podrán adherir al disco. El modo de trabajo es el mismo también: se sostiene plana la muestra contra la superficie del disco con presión moderada y se va moviendo lentamente del centro del disco hacia afuera; además, la orientación de la muestra durante el proceso no deberá ser constante. Generalmente, la presión que se aplica en un inicio es moderadamente alta y se va reduciendo gradualmente hasta el término del proceso. [2]

(a) (b) (c)

8 (a) paño para pulido de uso con suspensión de diamante de 1$[\mu m]$ marca Presi o alúmina gruesa. (b) paño para pulido de uso con suspensión de diamante de 0.03$[\mu m]$ marca Presi. (c) paño para pulido de acabado espejo de uso con sílica. Elaboración propia.

En los diferentes laboratorios de tratamiento de materiales de la Facultad de Ingeniería existen diferentes desbastadoras manuales y automáticas, así como pulidoras, indicadas en los Anexos II y III de este documento.

3.3. Ataque químico

El término de ataque se refiere al ataque químico, electroquímico o físico preferencial de los diferentes constituyentes de la superficie de una muestra para revelar los detalles estructurales en la examinación micro y macroscópica. Se emplea primordialmente en la metalografía para revelar la microestructura de una probeta con el microscopio óptico (de luz reflejada). Frecuentemente una muestra pulida no exhibirá su microestructura porque en su superficie la luz se reflejará uniformemente. El ojo humano no puede discernir las pequeñas diferencias en la reflectividad, por lo que se debe producir un contraste en la imagen. [1]

Dado que el ataque metalográfico en el sentido habitual del uso en laboratorio consiste en la reacción entre la superficie pulida del material y el reactivo químico, resultando en la alteración de la superficie, es una acción que consiste en esencia de un proceso de corrosión controlada. El ataque ocurre a través de una acción electrolítica en las variaciones estructurales de la superficie de una muestra. La corrosión (y por lo tanto el ataque) procede mediante una acción electrolítica atendiendo diferencias estructurales que existen en la superficie de la muestra. Algunas porciones discretas de la superficie son anódicas respecto a otras catódicas que en consecuencia sufren disolución electrolítica bajo las circunstancias apropiadas.

Las diferentes técnicas de ataque mejorarán el contraste en la imagen con el ataque preferencial de los constituyentes en la superficie de la muestra a ser examinada. [4]

El ataque a los límites de grano revela las intersecciones de los granos individuales. Los límites de grano tienen un potencial de disolución mayor que el interior de los granos, esto debido a su alta densidad en defectos; la acumulación de impurezas en dichos límites incrementa este efecto. [1]

Dentro de la región del límite de grano hay un cierto desajuste en la transición de la orientación cristalina de un grano hacia la del adyacente. Dentro de la estructura de un material sólido cristalino, los átomos que componen su superficie externa no están unidos al número máximo de sus átomos vecinos más cercanos y, por lo tanto, se encuentran en un nivel de energía mayor que los átomos en posiciones más próximas al interior del sólido (más alejadas de la superficie). Los enlaces de los átomos en la superficie que no se satisfacen dan lugar a una energía de superficie. La magnitud de esta energía es función del grado de desorientación de los granos, siendo mayor para límites de ángulo alto, es decir, cuando el ángulo de desorientación entre granos es considerable [5]. Por lo tanto, es posible decir que los átomos están enlazados más irregularmente a través del límite de grano durante más tiempo y, en consecuencia, existe una energía de límite de grano similar a la energía de superficie previamente descrita. Los límites de grano son más reactivos químicamente que los granos en sí como consecuencia de esta energía de

superficie. Además, los átomos de impurezas generalmente se segregan preferencialmente a lo largo de los límites debido a su estado de mayor energía. La energía de intercara total es menor en materiales de grano grueso que en aquellos de grano fino, porque en los primeros hay menos área de límite total. [4]

Pequeñas ranuras se forman a través de los límites de grano como consecuencia del ataque; debido a que los átomos a través de las regiones de los límites de grano son más activos químicamente, estos se disuelven a una velocidad mayor que aquellos dentro de los granos en sí. Las ranuras se vuelven más perceptibles cuando se observan a través del microscopio debido a que éstas reflejan la luz a un ángulo diferente al de los propios granos. [4]

El ataque químico produce contraste metalográfico ya sea por el resultado producido por el ataque a los granos a diferentes velocidades debido a la variación de su orientación cristalina, que produce escalones en los límites de grano y diferencias de reflectividad, o por el ataque a los límites de grano, que produce ranuras. La microestructura se va “revelando” a través de la disolución selectiva de la estructura, iniciando en la superficie y continuando hacia el interior de la muestra. Las diferencias entre las velocidades de ataque (conforme va avanzando la corrosión) van revelando dicha microestructura. [2]

Cuando se busque atacar químicamente un material, se deberá iniciar con la selección apropiada del reactivo o agente mediante consultas en compilaciones existentes de reactivos para este proceso. Usualmente los reactivos químicos se combinan en pequeñas cantidades que generalmente van entre los 50 a 200 [ml] y se colocan en platos poco profundos o en agitadores. Estos reactivos pueden usarse al sumergir la muestra y agitar gentilmente o frotarla sobre el agente a temperatura ambiente. [1], [2]

Por ejemplo, en la 9 se atacó químicamente un cobre electrolítico 1100 para revelar algunos aspectos de la microestructura, la cual, revela los granos como se muestra pues la luz difracta diferente en cada uno de ellos.

Composición	Procedimiento	cobre o aleación de cobre
8[g] CrO_3, 10 $[ml]$ HNO_3, 10 $[ml]$ H_2SO_4, 200 $[ml]$ H_2O CrO_3	Inmersión o aplicación con hisopo	

Ataque de contraste de grano para cobre electrolítico. No disuelve CuO_2.

9 Micrografía de cu electrolítico obtenida mediante un microscopio metalográfico. [2] y Elaboración propia.

El tiempo de ataque se determina empíricamente, aunque en situaciones específicas o bien definidas en la literatura, el trabajo durante un tiempo específico encontrado dentro esta producirá mejores resultados. El control del tiempo del ataque será importante para obtener una imagen bien definida que permita la mayor resolución de detalles finos. Un sub-ataque producirá una falla al revelar el detalle microestructural, mientras que el sobre ataque lo obscurecerá. [2]

4. Aplicaciones a nivel industrial

La metalografía se aplica a gran escala dentro del control de calidad a nivel industrial. Las principales áreas de aplicación de la metalografía asociadas al control de calidad involucran:

- **Análisis de falla:** La metalografía representa un proceso dentro del protocolo del análisis. Las mediciones microestructurales son útiles en los estudios fractográficos y metalográficos necesarios para comprender la naturaleza de la falla de un elemento, así como sus causas, mismas que pueden ser: falla por desgaste, por corrosión, por fractura o por exposición a temperaturas asociadas a la deformación [2]
- **Metalografía de campo:** Evalúa la topografía y la microestructura exterior de la superficie de componentes de gran tamaño que no pueden ser trabajados en el laboratorio. Se aplica para la evaluación de la vida útil de los componentes en plantas de energía nuclear y de combustibles fósiles, así como para declarar cuándo deben reemplazarse antes de su falla y también para la

evaluación de daños. Dentro del área de la tribología, permite determinar mecanismos de desgaste. [5]

- La caracterización de superficies dentro del **sector metalúrgico** tiene como finalidad el promover la concientización acerca de la relación que comparten la condición superficial de un elemento y el campo de problemas a los que puede estar sujeto durante su tiempo de servicio tales como fatiga, corrosión, y corrosión inducida por esfuerzos, corrosión por agrietamiento, entre otros. [2]

La importancia de la metalografía de investigación resulta significativa durante las pruebas de aceptación de piezas en cuanto a la detección de anormalidades vinculada con la identificación de una microestructura indeseable en un componente determinado, resultado un proceso de conformado carente de calidad.

- **La evaluación metalográfica de componentes aeroespaciales** es aplicada durante la etapa de su diseño, su producción y en algunos aspectos para su mantenimiento y revisión. La metalografía se usa ampliamente como una herramienta en el análisis de falla para ayudar a determinar la causa de la falla y, posteriormente, como un método de control para ayudar a establecer dónde habrá fallado la secuencia de control, con el fin de evitar que vuelva a ocurrir. [5]
- El estudio de la **manufactura de implantes ortopédicos** a través del control de calidad mediante la metalografía apoya el establecimiento de la relación entre el desempeño de estos elementos y las características microestructurales de los mismos. En pocas palabras, la metalografía sirve para relacionar el rendimiento de los materiales observado clínicamente con las características metalúrgicas de las materias primas. [2]

Algunas de las necesidades que han imperado en el continuo desarrollo tecnológico de la metalografía son el empleo de muestras de la más alta calidad para la obtención de imágenes digitales para el campo de investigación, así como la necesidad de la reproductibilidad de análisis, aumentos en la velocidad y disminución del costo de los mismo y la mejora en la evaluación cuantitativa y cualitativa que coinciden con los requerimientos de la industria contemporánea.

En cuanto al desarrollo tecnológico de la metalografía, han de ser referidos varios adelantos significativos:

Actualmente se disponen de diferentes técnicas de microscopía empleadas para producir imágenes con las cuales sea posible observar las fases estructurales presentes en un material, así como su constitución

o sus propiedades heredadas debido a su procesamiento previo. Por otra parte, se emplean para observar las características microestructurales de interés tales como el tamaño de grano y la presencia de defectos de línea y de volumen. El requerimiento de la observación a niveles de dimensión nanométrica y atómica requieren el empleo de técnicas de microscopía electrónica. [2]

5. Caracterización metalográfica de los materiales por microscopía

5.1 Microscopía óptica

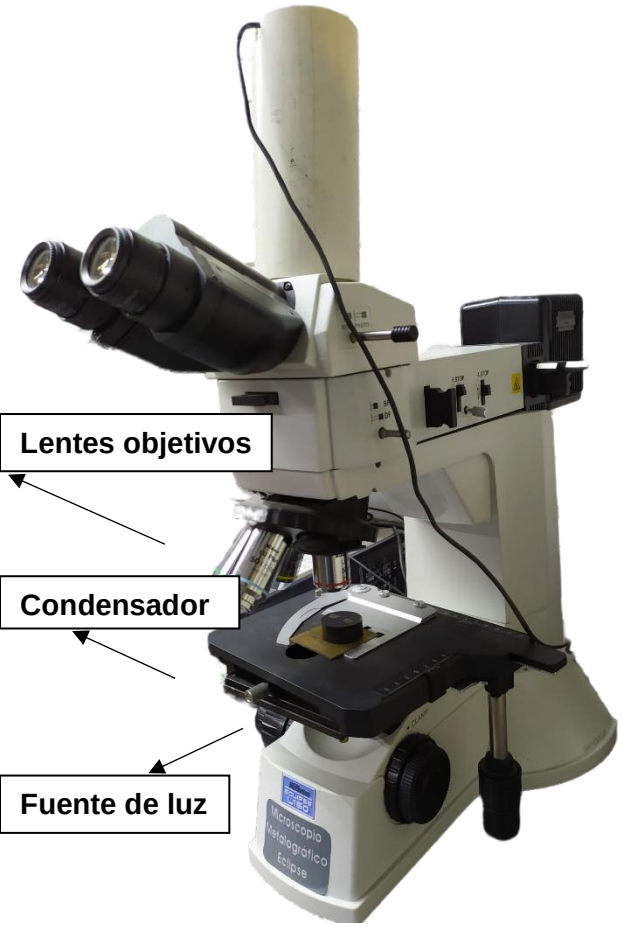
Aunque existe la disposición de numerosas herramientas metalográficas sofisticadas, el microscopio óptico sigue siendo el dispositivo más importante pues, merece la pena hacer mención, que en cualquier estudio de materiales, el procedimiento de evaluación referente o inicial debe ser a nivel macroscópico mediante la simple examinación visual del componente de estudio (a partir de lo cual se podrían reconocer grietas u óxidos, por ejemplo) para así continuar a detalle con el uso del microscopio óptico y/o electrónico. En virtud de ello, el uso conjunto de la microscopia convencional con la de mayor desarrollo tecnológico permite obtener una información más completa, por lo que el encargado del análisis debe conocer las opciones disponibles, así como las ventajas y desventajas para obtener la máxima cantidad de información. La selección de la técnica a implementar dependerá de la naturaleza del problema, la experiencia del investigador y del equipo disponible. [2]

Dentro de la microscopía óptica el empleo de la técnica de visualización mediante el microscopio de luz reflejada se emplea para estudiar la microestructura de los materiales mediante la combinación de varios lentes objetivos que revelarán los detalles en la microestructura de la muestra a analizar y permite producir de manera sencilla micrografías o imágenes de alta calidad. Para aquellos materiales que se muestran opacos a la luz visible (todos los metales y muchos cerámicos y polímeros) únicamente la superficie está sometida a observación, de aquí el uso de luz reflejada que proporciona una imagen magnificada de la microestructura. Los contrastes en la imagen producida resultan de las diferencias en la reflectividad de las diferentes regiones de la microestructura; es a través del tratamiento superficial o ataque químico, que revelará la microestructura mediante imágenes de magnificaciones de entre 1 a 1500 aumentos de las características topográficas o microestructurales. La reactividad química de los granos que componen los materiales de una sola fase depende de la orientación cristalina. [1]

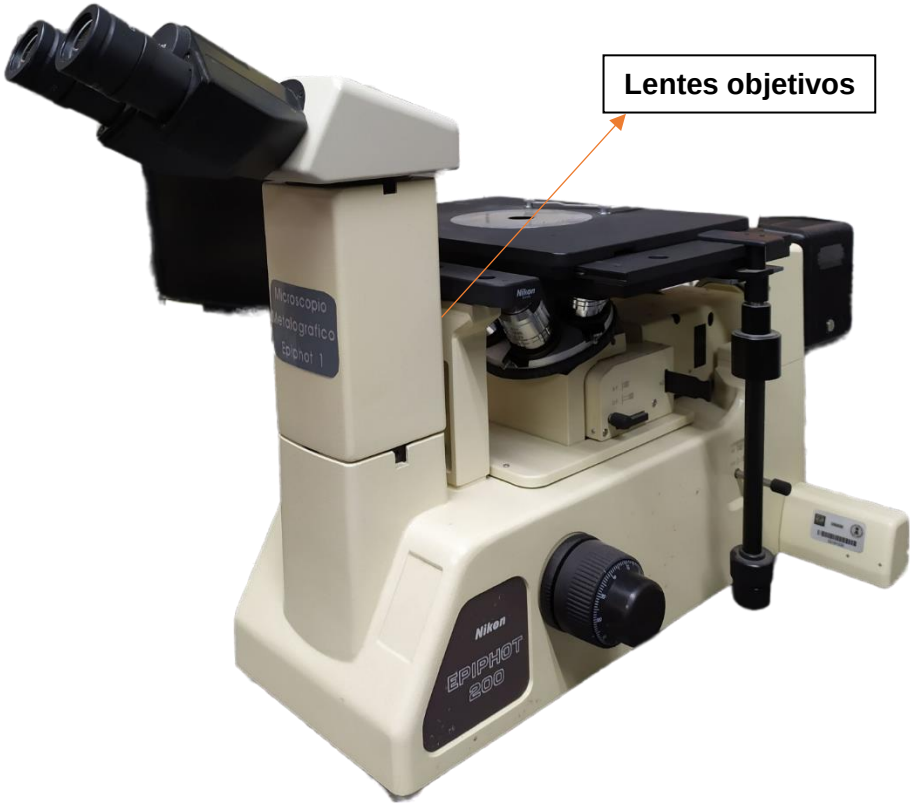
Entre las principales aplicaciones de la observación del material mediante esta herramienta se encuentran la caracterización de los efectos del procesamiento del material sobre la microestructura y propiedades físicas, la determinación de la historia de la manufactura de un material, análisis de falla y la examinación de la integridad de las juntas soldadas. [4]

Las limitaciones que presenta es que la resolución máxima es de 1 [µm], la profundidad de campo limitada, esto es, no puede enfocar en superficies rugosas y no proporciona directamente la información química y cristalográfica de las características microestructurales.

Hay dos tipos básicos de microscopios metalográficos: el microscopio vertical y el invertido, términos que refieren a la orientación de la cara de la muestra pulida que se está examinando, ver la 10. [1]



(a)



(b)

10 (a) microscopio óptico vertical, o metalográfico. (b) microscopio óptico o metalográfico invertido del ubicados ambos en el Laboratorio de Metalografía de la Facultad de Ingeniería, UNAM. Elaboración propia.

Los lentes objetivos forman la imagen primaria de la muestra y, en consecuencia, es el elemento más crítico del microscopio. Estos elementos colectan tanta luz como es posible que llegue de cualquier lugar de la muestra y combina esta luz recolectada para formar la imagen. Otros elementos esenciales de cualquier sistema de iluminación son la fuente de luz y el sistema condensador. [1]

5.2 Metalografía y microscopia cuantitativa

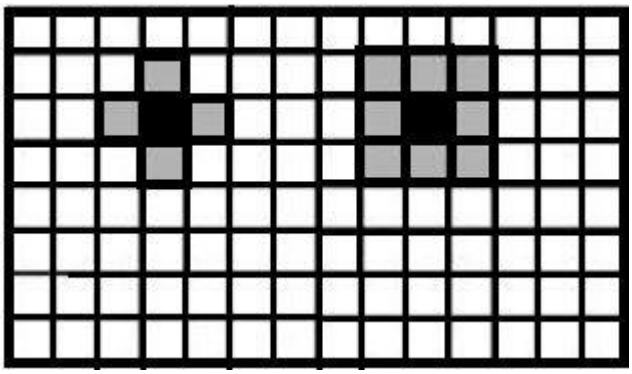
El progreso en la tecnología de producción de materiales ha forzado a realizar investigaciones extensivas de los mismos. Como producto de estos avances se ha desarrollado la metalografía cuantitativa que consiste en describir las características (granos, precipitados, dislocaciones, etc.) presentes en la microestructura de un material en términos cuantitativos como cantidad y tamaño. Los métodos desarrollados que forman parte de esta técnica han permitido, por ejemplo, la caracterización eficiente de estructuras anisotrópicas, así como la reconstrucción 3D de la microestructura de secciones consecutivas de un elemento. [2]

5.2.1 Análisis de la microscopia

5.2.1.1 Mediciones digitales

Las mediciones digitales son el núcleo del análisis cuantitativo de imágenes; la mayoría de ellas se realizan en imágenes binarias.

Contar varios objetos es una de las tareas más naturales y sencillas; sin embargo, en las imágenes digitales que se almacenan en matrices cuadradas, se deben definir las reglas de conectividad antes de realizar cualquier medición. Hay dos casos básicos: cuatro pixeles conectados (cualquier pixel tiene cuatro vecinos, similar al pixel negro de la 11 (a)) u ocho pixeles conectados (cualquier pixel tiene ocho vecinos, similar al pixel negro

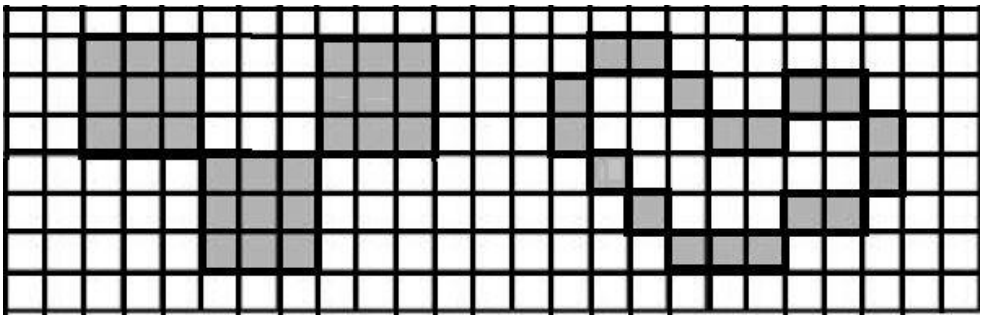


de la 11(b).

(a) (b)

11 Efecto de las reglas de conectividad. [6]

Cualquier objeto consta de todos los pixeles dispuestos de tal manera que es posible moverse de cualquier pixel a otro, moviéndose únicamente a través de los pixeles de este objeto y usando las reglas de conectividad. Si se requiere contar partículas relativamente grandes, es mejor asumir una vecindad de cuatro conexiones, como en el caso de los objetos de la Figura 12 (c). se recomienda otra solución para líneas finas o curvas, como se muestra en la Figura 12 (d).



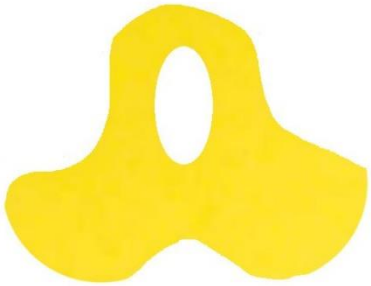
(c) (d)

12 Otros efectos de las reglas de conectividad. [6]

En comparación con los métodos estereológicos manuales clásicos, el análisis de imágenes digitales permite evaluación de varias características geométricas relacionadas con objetos individuales de manera rápida y conveniente. En la Tabla 4 se muestran algunos de los parámetros geométricos básicos disponibles en el análisis cuantitativo de imágenes. [6]

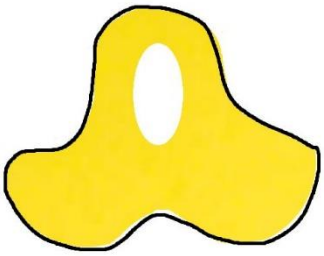
Cantidad	Ilustración	Propiedades y descripción

Área superficial



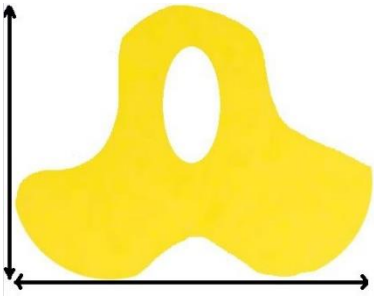
E l área de la superficie es igual al número de píxeles que forman el objeto. El área de superficie es uno de los parámetros más simples y precisos que se pueden evaluar en el análisis de imágenes.

Perímetro



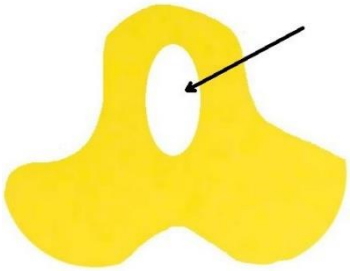
Es una buena práctica verificar la precisión de la evaluación del perímetro usando figuras de prueba antes de cualquier medición.

Diámetro de Feret (vertical y horizontal)



Especialmente útil para la caracterización de objetos alargados y convexos que son paralelos a la dirección horizontal o vertical de la imagen

Número de agujeros



Un parámetro importante para la cuantificación de la topología de los objetos. En metalografía, se usa solo ocasionalmente.

Tabla 4 Parámetros geométricos básicos. [6]

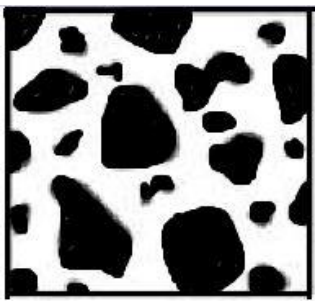
5.2.1.2 Conteo de objetos y distribuciones de tamaño

Contar los objetos visibles en una imagen y dividir su número por un área de sección de la imagen da el parámetro estereológico NA. Este parámetro permite estimar el área media de la sección del objeto, de acuerdo con la ecuación 1:

$$\bar{a} = \frac{A_A}{N_A} \quad (1)$$

Donde $\bar{a}$ es el área del objeto, A_A es la fracción de área de los objetos analizados, N_A es el número de objetos por unidad de área de la sección.

Algunas partículas o granos por los bordes de la imagen (por ejemplo, de la micrografía) no tiene efecto alguno en la estimación de la fracción de volumen o el número de puntos de intersección en métodos lineales, ver la 13. El problema surge a la hora de contar estas partículas. [6]

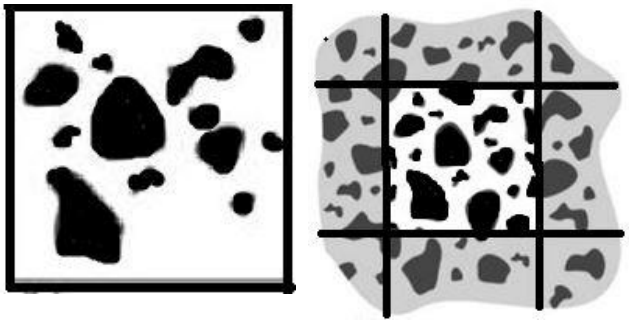


(a)

13 (a) Una imagen con algunos de algunas partículas interiores cortados por los bordes de la misma. [6]

Si uno tiene en cuenta todos los objetos visibles, el resultado será sobreestimado, porque las partículas en los bordes de la imagen también pertenecen a otras imágenes que tocan la analizada. Así mismo, sería fácil poder remover los objetos cortados por el borde de la imagen, pero esto derivaría a obtener un resultado subestimado, ver la 14 (b). [6]

la solución apropiada se puede derivar del esquema en la 14 (c). En esta figura, se puede ver una serie de imágenes tocándose entre sí. Los fondos de estas imágenes están marcados en gris, con una excepción: la imagen analizada, que tiene un fondo blanco.



(b) (c)

14 (b) Misma que (a) después de la remoción de las partículas cortados por los bordes. (c) la imagen de análisis tratada como un elemento de una serie de imágenes. [6]

Se puede usar una fórmula universal para contar el número de partículas en la imagen, conocida como el método de Jeffries.

$$N = N_i + \frac{L}{2} N_b + \frac{L}{4} N_c \quad (2)$$

donde N = número de partículas a ser estimadas N_i= es el número de las partículas internas, N_b= número de partículas cortadas por el borde de la imagen, N_c= número de partículas cortadas por las esquinas de la imagen.

Finalmente, el procedimiento descrito anteriormente permite la estimación imparcial del número de objetos por unidad de área de imagen N_A. [6]

$$N_A = \frac{N}{A} \quad (3)$$

siendo A el área de la imagen analizada

5.2.1.3 Análisis de forma

La cuantificación de la forma es una de las tareas más frecuentes del análisis cuantitativo de imágenes. El principal problema en la cuantificación de la forma es la falta de una definición precisa y universal de esta cantidad. Existe cierta percepción de la naturaleza de la forma, y se sabe que cualquier objeto puede

cuantificarse por su forma y tamaño. Sin embargo, a menudo es bastante difícil separar la forma del tamaño.

Por el contrario, la fracción de volumen (que describe la cantidad de cualquier fase) siempre cae en el rango de 0 a 1 (0 a 100%), y el tamaño de cualquier componente estructural nunca excede el tamaño de la pieza probada de un material. No tener la posibilidad de describir la forma con la máxima precisión conduce a la introducción de nuevos parámetros sensibles a los cambios de forma, los llamados factores de forma. [6]

Para obtener una cuantificación microestructural útil, todos ellos deben tener las siguientes propiedades comunes.

- El factor de forma debe ser adimensional para mantener su valor inalterado en el caso de partículas de la misma forma, pero de diferente tamaño.
- El factor de forma debe describir de manera cuantitativa cuánto se desvía una forma dada del ideal teórico o del modelo.
- El factor de forma debe ser sensible a los cambios de forma particulares que ocurren en un proceso bajo consideración. En consecuencia, es imposible definir un factor de forma universal.

En general, los factores de forma cuantifican una desviación del objeto analizado del ideal o modelo. [6]

Es posible afirmar que, pese al continuo avance tecnológico y la amplia gama de técnicas metalográficas, estos aspectos tienen como común denominador un factor crítico: la preparación superficial de la muestra cuyo producto sea una superficie pulida de alta calidad para su posterior caracterización, ya que la verdadera microestructura puede quedar parcial o totalmente oscurecida por una mala técnica o ejecución. [2]

5.3 Relación microestructura-propiedades

Las propiedades mecánicas de los materiales son altamente dependientes en la microestructura, esto es el tamaño de grano, la distribución de fases, el contenido de una segunda fase, etc.; el tipo de estructura cristalina, como la configuración de los átomos, y la composición elemental, referida a los elementos aleantes o el nivel de impurezas). Por lo tanto, las variaciones en la microestructura de un material

resultan en grandes cambios en las propiedades mecánicas; estos cambios son consecuencia directa de la relación entre las características estructurales y los mecanismos de deformación y fractura. [5]

Las relaciones usuales entre estructura-propiedades se pueden establecer mediante la metalografía óptica e incluyen por mencionar algunos ejemplos: el incremento en el límite elástico y la dureza de un metal al reducir su tamaño de grano, la tendencia general de la disminución de la ductilidad al aumentar el contenido de inclusiones, la asociación de los sitios de inicio de fallas con la no homogeneidad microestructural, la correlación entre el comportamiento mecánico anisotrópico con la presencia de granos elongados y/o orientaciones de grano preferenciales. [7]

Para poder establecer las relaciones mencionadas, resulta necesario hablar acerca de los defectos cristalinos relacionados de los que dependen en su mayoría los cambios de las propiedades mecánicas.

En investigaciones de materiales, es común pedir a los expertos en el área de ciencia e ingeniería de materiales que diseñen algunos materiales con enfoque en la mejora de propiedades mecánicas, como el aumento en resistencia o dureza. Es por esta razón que un posible factor determinante a establecer para la vinculación entre la importancia de la microestructura y sus características (como el movimiento de dislocaciones) y las propiedades mecánicas son los mecanismos de endurecimiento de los materiales. [5]

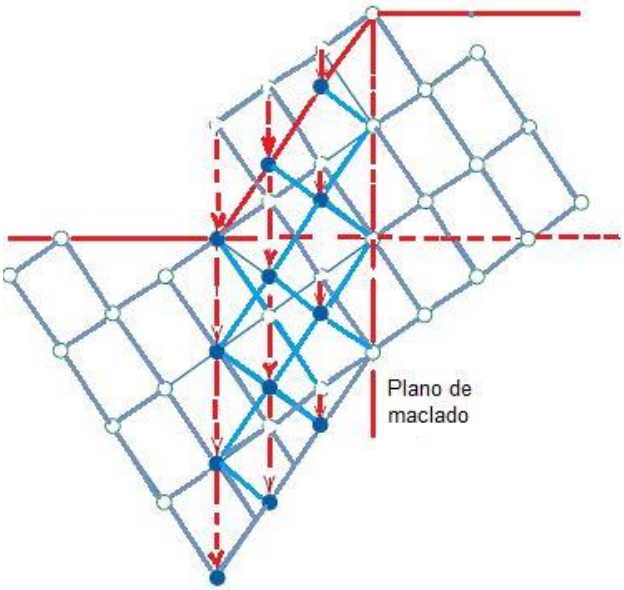
Una dislocación es un defecto cristalino lineal o de una dimensión, alrededor del cual los átomos se encuentran desalineados. Prácticamente todos los materiales cristalinos contienen dislocaciones que se pudieron haber introducido durante la solidificación del material o deformación plástica. La capacidad de un metal para deformarse plásticamente es debida a la existencia de dislocaciones. Algunas características de las dislocaciones son importantes respecto a las propiedades mecánicas de los materiales. Por ejemplo, los campos de deformaciones que existen alrededor de las dislocaciones y que influencian su movilidad y su habilidad para multiplicarse. [4]

La deformación plástica corresponde al movimiento de un gran número de dislocaciones. El proceso por el cual la deformación plástica se produce por dicho movimiento se conoce como deslizamiento. Debido a las orientaciones cristalográficas aleatorias de los numerosos granos, la dirección del deslizamiento varía de un grano a otro; para cada uno, el movimiento de dislocación ocurre a lo largo de un sistema de deslizamiento y es gobernado por una fuerza cortante crítica. En materiales policristalinos se deberá ir aplicando un esfuerzo mayor para producir una deformación adicional, pues a medida que el flujo de

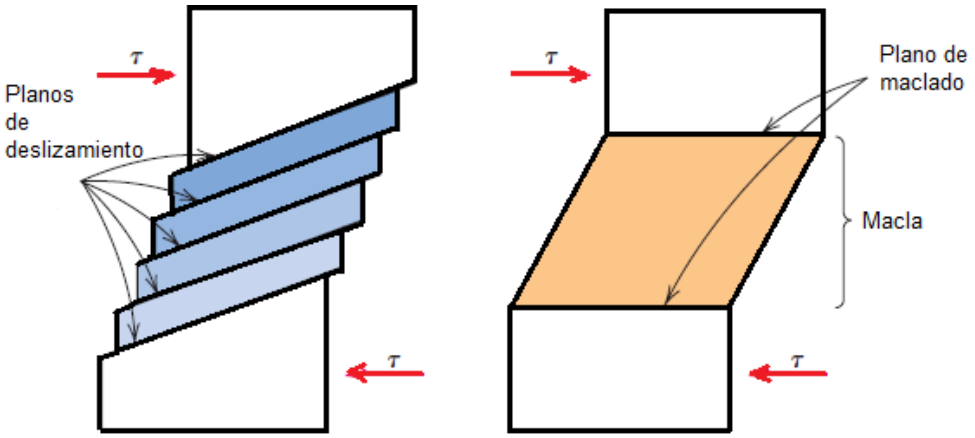
material (el cual no ocurre generalmente a velocidades constantes) continúa, el número de dislocaciones incrementa; éstas comienzan a interactuar unas con otras, además de con los límites de grano. Cuando una dislocación encuentra un límite de grano, el movimiento es detenido. [5]

Además del deslizamiento, la deformación plástica en los materiales metálicos que presenten estructuras cristalinas BCC y HC, a temperaturas bajas y a altas velocidades de aplicación de la carga, puede ocurrir por formación de maclas, proceso conocido como maclado. La deformación por maclado se produce de una manera similar a aquella por deslizamiento: una fuerza de cizalladura produce desplazamientos atómicos de tal manera que un lado del plano de maclado los átomos están situados como si fueran imágenes reflejadas de las posiciones de los átomos del otro lado, ver la 15. Las principales diferencias de la deformación por deslizamiento y por maclado es que, para la primera, la orientación cristalográfica por encima y por debajo del plano de deslizamiento es la misma antes y después de la deformación, además, como consecuencia se obtienen escalones en la superficie; mientras que para la segunda se produce una reorientación a través del plano de maclado y la deformación de cizalladura en la superficie es homogénea, ver la (b***)***

16. [4]



15 Esquema que muestra como se produce el maclado a partir de un esfuerzo cortante. Los círculos sin color representan los átomos que no cambiaron de posición, círculos sólidos representan la posición final. [4]



(b)

16 (a) y (b) Deformación por deslizamiento y por maclado, respectivamente. Se muestran los planos generados por cada tipo. [4]

El endurecimiento por deformación o por trabajo en frío se utiliza comercialmente para modificar la geometría de un material metálico, esto es, darle una cierta forma determinada o solicitada por el usuario, por lo que la mejora de las propiedades mecánicas de los metales durante su fabricación a través de procesos de conformado es entonces una consecuencia de los mismos.

El fenómeno de endurecimiento por deformación se puede explicar con base en las interacciones de los campos de deformaciones de dislocación-dislocación. La densidad de dislocaciones incrementa mediante la deformación o trabajo en frío debido a la multiplicación de las dislocaciones o a la formación de nuevas. En cierta medida, las interacciones mencionadas se repelen, y el resultado neto será el impedimento del deslizamiento, además, por la presencia de otras dislocaciones. Mientras la densidad de defectos aumenta, esta resistencia al movimiento se vuelve más pronunciada debido a que habrá mayor cantidad de obstáculos que impedirán el deslizamiento. Por lo tanto, el esfuerzo necesario para deformar el material irá en aumento conforme lo haga la deformación. [4]

Prácticamente todas las técnicas para aumentar la resistencia de los metales se basan en un principio simple: restringir u obstaculizar el movimiento de una dislocación, lo cual produce un material más duro y resistente.

El límite o frontera de grano consiste en un defecto cristalino de área o 2D que vale la pena mencionar para continuar con la definición de la relación entre estructura-propiedades de un material metálico. [4]

En materiales policristalinos, el tamaño de los granos o el promedio de su diámetro influencía las propiedades mecánicas. Un material de grano fino será más duro y resistente que aquel de grano grueso, debido a que el primero tendrá una mayor área total de límite de grano que se traduce en más barreras que impedirán el movimiento de la dislocación; sin embargo, cabe destacar que no se trata de una generalidad. [4]

La celda unitaria es el bloque de construcción básica de la red cristalina. Mientras que la red cristalina dentro de un grano es consistente, las orientaciones cristalinas varían de un grano a otro. La ruta de la fabricación del material juega también un papel importante en cuanto a la afectación de la orientación cristalográfica preferencial (o textura) de los granos, contribuyendo más adelante a la falta de homogeneidad y anisotropía de la microestructura. [4]

Estas características microestructurales influencian en gran medida las propiedades mecánicas medidas durante los ensayos mecánicos de los materiales. La realización de ensayos mecánicos funge como la vía para caracterizar mecánicamente un material, esto es, la definición de sus propiedades mecánicas. El análisis de estas propiedades funge como otra vía para establecer su relación entre el comportamiento o desempeño mecánico y sus características microestructurales. [4]

Una de las propiedades mecánicas más relevantes es la resistencia de un metal, considerada en el área de diseño mecánico como el esfuerzo de cedencia y en manufactura como el esfuerzo máximo, misma que se relaciona con la facilidad, o en cambio con la dificultad, del movimiento de dislocaciones; si el movimiento no se inhibe (que se inicie fácilmente y continúe sin impedimento) la resistencia será baja y se producirá relativamente poco endurecimiento por trabajo en frío. En contraste, la presencia de barreras dentro de la microestructura alentará el movimiento de la dislocación, resultando el incremento de la resistencia. El límite de grano actúa como una barrera para el movimiento de la dislocación debido a que dos granos adyacentes tendrás diferentes orientaciones, por lo que la dislocación que pasa de un grano a otro tendrá que cambiar su dirección de movimiento, lo que irá incrementando en dificultad conforme la desorientación aumente. [4]

Los límites de grano proveen obstáculos para dicho movimiento, relación bien establecida mediante la ecuación de Hall-Petch que, aunque es ampliamente utilizada para relacionar el tamaño de grano y el esfuerzo de cedencia de un material, es importante mencionar que ésta es una relación empírica y no considera activaciones de otros mecanismos de endurecimiento. A tamaños de grano más bajos, existirá

una mayor probabilidad de que ocurran interacciones dislocación-dislocación (amontonamiento de dislocaciones en los límites de grano) conllevando a una mayor resistencia al movimiento de dicho defecto. Si el tamaño de grano aumenta, la oposición al movimiento de la dislocación debido a esfuerzos asociados al tratar de traspasar los límites de grano, disminuirá debido a las distancias más largas entre los límites.

La importancia de las relaciones planteadas previamente resalta, por ejemplo, al diseñar las condiciones de procesamiento del material, así como en la selección del material para una cierta aplicación. Además, Las relaciones entre la estructura de un material y su desempeño en una determinada aplicación hacen que la determinación de las propiedades mecánicas sea importante para una gran variedad de aplicaciones estructurales en el trabajo de los metales, en análisis de falla y en su prevención, así como para el desarrollo de nuevos materiales para aplicaciones avanzadas. [4]

Algunos ejemplos son durante los ensayos de control de calidad, un esfuerzo mayor que el esfuerzo de fluencia de un material particular podría ser el resultado de un refinamiento de grano durante el proceso. Si como resultado se observara una resistencia menor para un metal endurecido por envejecimiento, la causa sería la modificación de las partículas durante el tratamiento de envejecimiento. De igual manera, la disminución dramática de la ductilidad de otro material resultaría del aumento del contenido de inclusiones (en algunos casos, debido a la fragilidad por la existencia de la segregación de impurezas a los límites de grano. [1,4]

El empleo exitoso de los metales en aplicaciones ingenieriles recae en la habilidad del metal para satisfacer los requerimientos de diseño y servicio. La capacidad de los metales para poder satisfacer lo mencionado es determinada por las propiedades mecánicas como el módulo elástico, el esfuerzo de fluencia, la elongación, la dureza, la resistencia a la fatiga y la tenacidad a la fractura.

6. Material y Equipo

6.1 Equipo

- Cortadora de disco abrasivo o esmeril
- Discos de corte abrasivo para metal ferroso o no ferroso de acuerdo con la probeta de estudio
- Desbastadora automática o manual
- Pulidora automática o manual

- Microscopio óptico invertido Nikon Epiphot 200 o Nikon Eclipse L150 y computadora con software para su uso
- Reactivo químico para ataque
- Piseta

6.2 Material

- Papel de lija abrasivo grados: 120,240, 360, 400, 600, 800, 1000, 1200 y 1500
- Alúmina blanca para pulido.
- Agua corriente o destilada
- Paño para pulido

Probeta de:

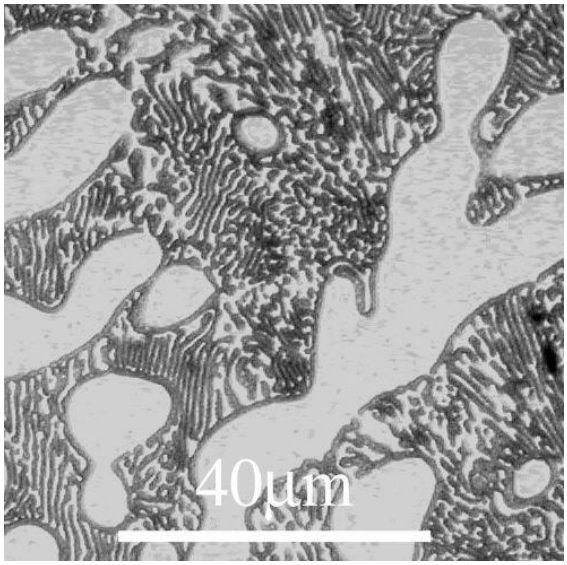
- aleación metálica no ferrosa: latón, aluminio u otras aleciaciones de Cu proporcionada por el profesor y en función de la disponibilidad del material del laboratorio.
- aleación metálica ferrosa: acero AISI 1018, 1060, 1045 Cu proporcionada por el profesor y en función de la disponibilidad del material del laboratorio.

7. Metodología para el desarrollo de la práctica

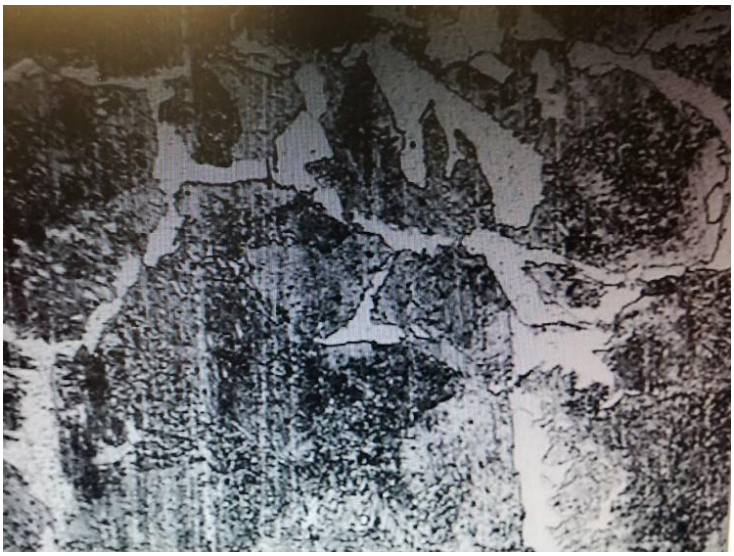
7.1 Realizar la preparación metalográfica de una muestra metálica al aplicar las técnicas de corte, desbaste, pulido y ataque adecuadas descritas en el presente manual y siguiendo las instrucciones proporcionadas por el profesor y el video de muestra.

7.2 Microscopia óptica:

Mediante el uso del microscopio óptico se deberán obtener micrografías al menos a 20x (macroscopía), 50x, 100x y observar los elementos mostrados; más adelante se solicitará señalar las características morfológicas observadas. A continuación, se muestran dos ejemplos: La 17 a) corresponde a una micrografía obtenida de una aleación de aluminio Al75Cu25 que muestra principalmente granos de tipo dendritas y sus brazos (color blanco) es. La 17 (b) corresponde a una micrografía de un acero 1060 templado que muestra la presencia de las fases ferrita (blanco) y perlita (negro).



(a)



(b)

17 (a) Micrografía de Al75Cu25. (b) Micrografía de acero 1060 templado sin barra de escala. [8] y elaboración propia.

7.3 Determinación de tamaño de grano

Realizar el conteo de granos de la micrografía obtenida a 100x empleando técnicas diferentes:

7.3.1 Tamaño de grano ASTM (G) o Tinken: Es un método planimétrico. Se determina un tamaño de grano promedio, por lo cual se limita a materiales con granos equiaxiales y de un tamaño homogéneo. Ésta se define como el número de granos por pulgada cuadrada observados a un aumento estándar o de referencia de 100x y se calcula de acuerdo con las ecuaciones (4) y (5):

$$N = 2^{G-1} \quad (4)$$

$$G = \frac{log\ N}{log\ 2} + 1 \quad (5)$$

Donde N - número de granos por pulgada cuadrada a 100x y G - el tamaño de Grano ASTM.

[9]

7.3.2 Tamaño de grano con método de intercepción de Heyn: Se determina el tamaño de grano mediante las siguientes relaciones:

$$N_L\ [mm^{-1}] = \frac{N*l}{L_T} = \frac{N*M}{n*l} \text{ o } P_L\ [mm^{-1}] = \frac{P*M}{n*l} \quad (6)$$

Además:

$$\bar{l}\ [mm] = \frac{1}{N_L} = \frac{1}{P_L} \quad (7)$$

donde

N - número de granos interceptados por la recta trazada,

P - número de límites de grano interceptados por la recta trazada

L_T – *true length* o distancia verdadera de la recta trazada

N_L - número de intercepciones de grano por unidad de longitud

P_L - número de intercepciones de límite de grano por unidad de longitud.

l – longitud de la recta

$\bar{l}$ - longitud media o promedio del intercepto lineal o de la recta

n – total de rectas que interceptan

[10]

Finalmente, el número de granos G se determina mediante:

$$G = [-6.644log(l)] - 3.288 \quad (8)$$

El procedimiento por seguir se describe a partir de las instrucciones proporcionadas en el video de muestra.

7.4 Determinación del % de fases presentes

A partir de la micrografía obtenida de mayores aumentos (100x) para aceros o aleaciones, determinar el % de fracción de cada una de las fases presentes en el material mediante software ImageJ de acuerdo con las instrucciones del video de muestra.

7.5 Realizar conteo de granos existentes en la micrografía

7.5.1 Conteo manual mediante software ImageJ: Seguir las instrucciones explicadas en el video de muestra.

7.5.2 Conteo manual mediante longitud ImageJ: Seguir las instrucciones explicadas en el video de muestra.

7.5.3 Conteo rápido mediante software ImageJ: **Seguir las instrucciones explicadas en el video de muestra.**

8. Reporte y análisis de resultados

8.1 Realizar una breve descripción del proceso experimental o de la preparación metalográfica realizada, incluir fotos o imágenes.

8.2 Señalar, describir e interpretar los elementos morfológicos observados de manera macro y microscópica (a partir de las micrografías obtenidas).

Macroscópica:

- Segregaciones: se trata de distribuciones de concentración desiguales de algún elemento, inclusiones.
- Texturas: se trata de orientación preferencial (orientación de deformación) de los cristales debido a fenómenos de recristalización, deformación o recocido.

Microscópica:

- límites de grano
- grano: señalar e indicar su tipo (columnar, equiaxial, etc.)

En el caso de haber trabado con un material ferroso:

- fases: En el caso de material ferroso especificar las diferentes fases observadas (perlita, ferrita, cementita)
- tipos de defecto que se observan en las micrografías: poros

8.3 Reportar los tamaños de grano calculados mediante las 3 metodologías aplicadas.

8.4 Reportar el % de fases presentes en la microestructura del material

8.5 Reportar el número de granos obtenido mediante los conteos manual y rápido.

9. Análisis de resultados

Comparar los resultados obtenidos del cálculo de tamaño de grano y analizar brevemente el por qué de su obtención, la confiabilidad de cada método, etc. Si es necesario, investigar las metodologías para la determinación de tamaño de grano.

Describir brevemente el significado de los % de fases calculados.

Comparar el uso del manejo de un método manual vs un método computarizado para el conteo de granos.

Reseñar brevemente cuál se cree que es la importancia del uso de las mediciones digitales en el análisis cuantitativo.

10. Conclusiones

Elaborar las conclusiones de acuerdo con los objetivos de la práctica además de determinar si se logró o no cumplirlos. Finalmente, indicar cual es la relevancia de la metalografía en la industria de acuerdo con lo leído en la introducción del presente documento.

11. Reporte

Entregar el reporte de manera individual.

12. Cuestionario

El cuestionario se realiza durante el video de la práctica.

13. ANEXOS

ANEXO I: Equipos adicionales del laboratorio de metalografía

AI. I Horno de mufla o de temple eléctrico Heraeus

Se emplea para la aplicación de tratamientos térmicos en metales como acero, aluminio, magnesio, cobre, latón, bronce, y aleaciones.

18 Horno Heraeus abierto. Elaboración propia.

AI. II Horno o mufla de laboratorio Undberg

Se emplea para la aplicación de tratamientos térmicos en metales como acero, aluminio, magnesio, cobre, latón, bronce, y aleaciones.

Se caracteriza por generar un calentamiento rápido y, debido al aislante que se encuentra en su interior, conserva la temperatura.
Es un horno con un periodo de vida largo y se puede operar frecuentemente a los valores de sus temperaturas máximas sin causar un desgaste severo.

19 Horno Undberg abierto y cerrado. Elaboración propia.

AI.III Horno de tratamiento térmico Kintel

Se emplea para la obtención de materiales por medio de fundición, así como para la aplicación de tratamientos térmicos en metales como acero, aluminio, magnesio, cobre, latón, bronce, y aleaciones.

El horno posee dos tipos de aislamiento térmico, uno es en tabique refractario de alta temperatura y el segundo es en fibra cerámica con tecnología propia de compactación, reduciendo el tiempo de calentamiento y consumo eléctrico. [11]

20 Horno de tratamiento térmico Kintel. Elaboración propia.

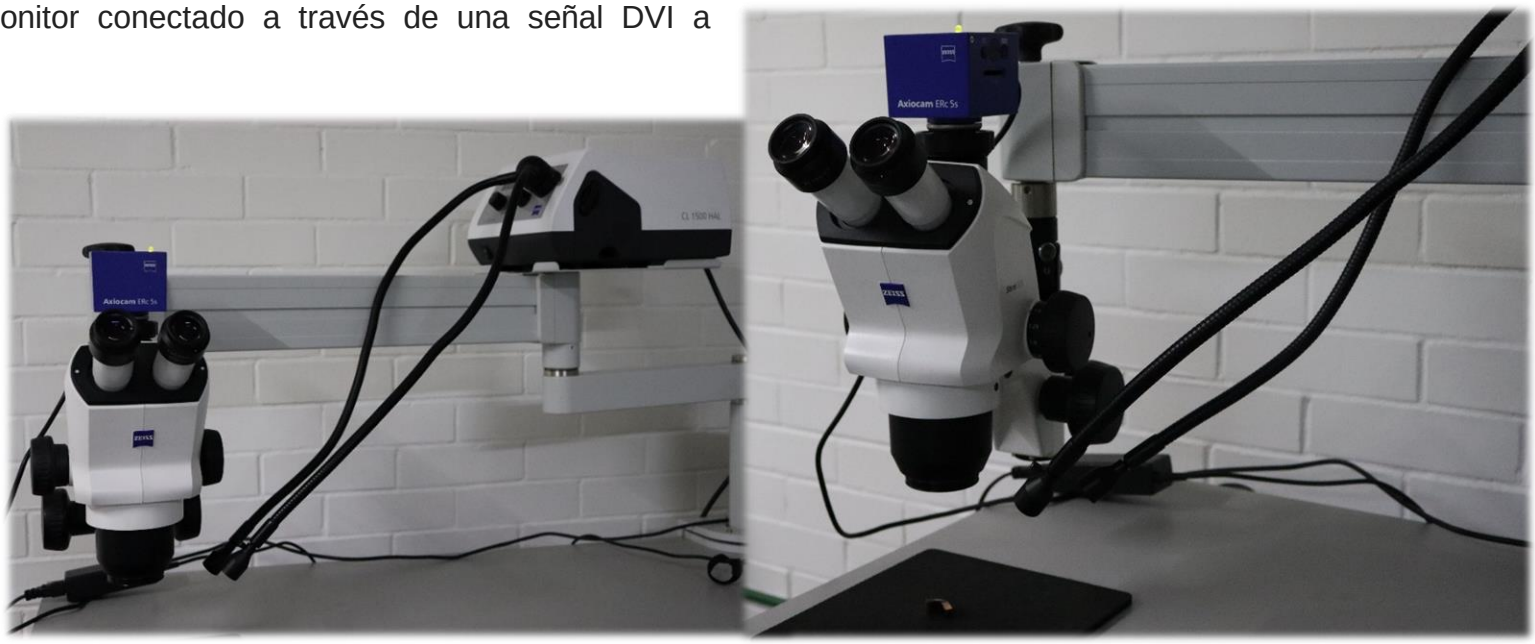
AI. IV Microscopio estereoscópico ZEUSS con axiocam erc 5s

Un microscopio estereoscópico (conocido también como lupa binocular) es un microscopio óptico con una ampliación que puede ser fija o zoom y diseñado para la observación en una imagen en tres dimensiones de las muestras a bajos aumentos (normalmente de 2.5x a 90x), aunque también hay equipos capaces de proporcionar un máximo 300x. Estos microscopios se componen de dos objetivos que ofrecen 2 imágenes (una imagen para cada ojo) con un ángulo diferente. Posteriormente, el cerebro humano combina las dos imágenes para generar una imagen en 3 dimensiones con una mayor profundidad de enfoque. [12]

El microscopio estereoscópico se utiliza intensivamente en la industria para la preparación de la muestra o la observación de todo tipo de objetos en el campo de las Ciencias de los Materiales, por ejemplo, para adquirir imágenes nítidas sin distorsión para determinar las características de la superficie. [13]

Mediante el microscopio estereoscópico ZEUSS la percepción de una imagen tridimensional se mejora notablemente mediante la correcta preparación metalográfica y cuidadosa manipulación de muestras. Esta herramienta le ofrece al usuario una gran libertad de movimiento en la zona de trabajo al manipular la muestra y al variar la cantidad de luz emitida para el enfoque de esta. [13]

Para extraer la máxima información de la imagen a analizar, el microscopio está vinculado a una cámara iocam ERc 5s con opciones de iluminación variable que envía las imágenes en vivo directamente a un onitor conectado a través de una señal DVI a



través de un cable HDMI. El paquete de software del equipo de cómputo permite calibrar los tamaños de los píxeles. [14]

(a) (b)

(c)

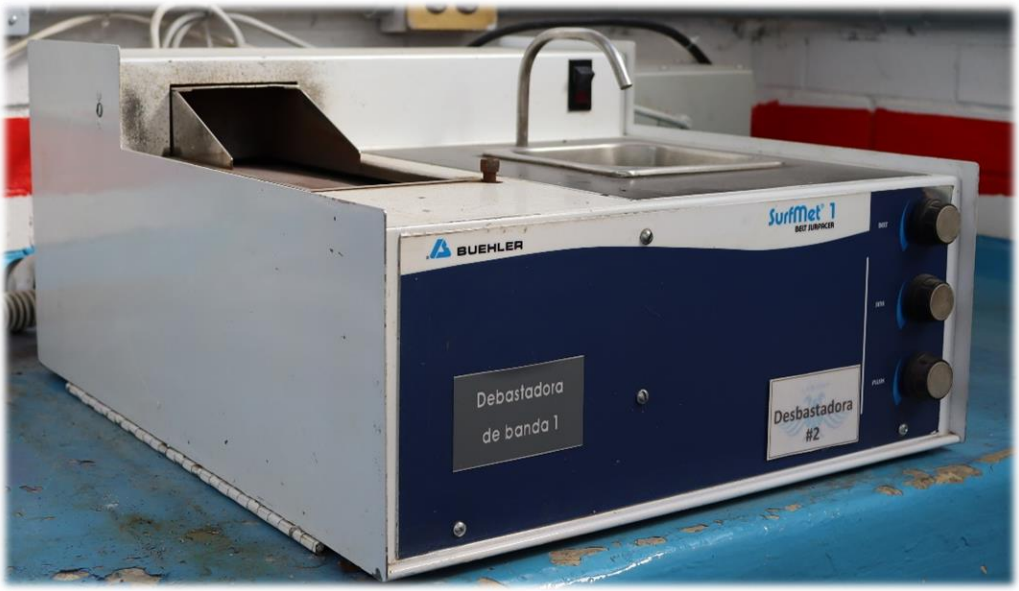
21 (a), (b) y (c) Microscopio estereoscópico ZEUSS con axiocam erc 5s. Elaboración propia.

ANEXO II: Equipos ubicados en los laboratorios de Metalografía

AII.I Cortadora de disco abrasivo: ABRASIMET 2 Marca Buehler

22. Cortadora de disco abrasivo: ABRASIMET 2. Elaboración propia.

AII.II Cortadora Desbastadora de banda SURFMET1 Marca Buehler



22 Cortadora Desbastadora de banda. Elaboración propia.

AII.III Desbastadora de doble banda marca CMS

23 Desbastadora de doble banda CMS. Elaboración propia.

AII.IV Desbastadora y pulidora de doble disco marca CMS

24 Desbastadora y pulidora de doble disco CMS. Elaboración propia.

AII.V Desbastadora manual HANDIMET 2 marca Buehler

25 Desbastadora manual HANDIMET 2 Buehler. Elaboración propia.

AII.VI Pulidora de doble disco marca Mecapol

26 Pulidora de doble disco marca Mecapol. Elaboración propia.

AII.VII Desbastadora y pulidora de un disco marca Presi

28. Desbastadora y pulidora de un disco Presi. Elaboración propia.

AII.VIII Prensa de montaje neumática marca CMS

27. Prensa de montaje neumática marca CMS. Elaboración propia.

ANEXO III: Equipo Laboratorio de recubrimientos

AIII.I Cortadora de disco abrasivo ISOMET 1000 PRECISION SAW marca Buehler

28. Cortadora de disco abrasivo. Elaboración propia.

AIII.II Prensa de montaje neumática METAPRESS-A

29 Prensa de montaje neumática. Elaboración propia.

AIII.III Desbastadora y pulidora de doble disco FORCIPOL 2V marca Metkon

30 Desbastadora y pulidora de doble disco Metkon. Elaboración propia.

AIII.IV Desbastadora y pulidora metaserv 250 marca Buehler

31 Desbastadora y pulidora metaserv 250 Buehler. Elaboración propia.

ANEXO IV: Principales reactivos químicos para su aplicación en ataque químico

Aleación	Reactivo	Condiciones	Características
Aceros	100 $[ml]$ Alcohol etílico 96% 1-10 $[ml]$ Ácido nítrico NITAL	Segundos a minutos	Utilizable para aceros al carbono, aceros aleados y fundición gris. las segregaciones pueden producir un ataque irregular.
	100 $[ml]$ alcohol etílico 96% 2-4 $[g]$ Ácido pícrico	Segundos a minutos Tener más precaución	Reactivo para todo tipo de aceros, con o sin tratamiento térmico

	PICRAL		
	100 $[ml]$ alcohol etílico 96% 20 $[ml]$ ácido clorhídrico	5 a 10 $[min]$	Distinguir entre martensita cúbica y tetragonal. Aceros al Ni
	45 $[ml]$ Glicerol 15 $[ml]$ Ácido nítrico 30$[ml]$ Ácido clorhídrico VILELLA	Segundos a minutos Tener más precaución	Aceros inoxidables con alto contenido en Cr. Aceros moldeados al Cr-Ni
Aluminio	190$[ml]$ agua destilada 5-10$[ml]$ ácido nítrico 3-6$[ml]$ ácido clorhídrico 2-4 $[ml]$ ácido fluorhídrico	10 a 30 $[s]$ Usar recién hecho	Para la mayoría de las aleaciones de al
	100 $[ml]$ agua destilada 1-2 $[g]$ hidróxido sódico	5 a 10 $[s]$ a 50 ℃	Excepto las que tengan alto contenido de silicio
Cobre	100-200$[ml]$ alcohol etílico 20-50$[ml]$ acido clorhídrico 5-10 $[ml]$ cloruro férrico	Segundos a minutos	Contrasta el grano
	80 $[ml]$ agua destilada	3 a 30 $[s]$ inmediatamente antes de su uso	

	5 $[ml]$ Ácido sulfúrico 10 g Dicromato potásico	añadir dos gotas de ácido clorhídrico	Se puede usar después del reactivo anterior
Níquel	20-100$[ml]$ Agua destilada 2-25$[ml]$ Ácido clorhídrico 5-8 $[ml]$ Cloruro férrico	5 a 6 $[s]$	Aleaciones Ni-Fe, Ni-Cu y Ni-Ag. Superaleaciones base Ni.
Zinc	100 $[ml]$ agua destilada 20 $[ml]$ ácido clorhídrico (VI) 5-8 $[ml]$ cloruro férrico	2 a 3 $[min]$	Uso general en aleaciones de Zn

Tabla 5 Reactivos para ataque químico más comunes para algunos materiales. [15]

14. Bibliografía

Se incluyen las referencias de la elaboración de videos.

[1] Baldwin, W. (2004). Comité Internacional de Manuales ASM. (1973). “Metalografía y microestructuras”. Volumen 9. https://doi.org/10.31399/asm.hb.v09.9781627081771 “METALLOGRAPHY PRINCIPLES AND PRACTICE.”

[2] Vander, G. (1974). “Principios y práctica de la metalografía”. En Ciencia e Ingeniería de materiales (Vol. 14, Issue 1, pp. 1–2). https://doi.org/10.1016/0025-5416(74)90116-5

[3] MOLLARD FR. (1969). “Metalografía como una herramienta en el control de calidad”. *Am Foundrymen’s Soc-Trans*, *77*, 368–372.

[4] Callister, W D.D. (2019). Ciencia e Ingeniería de materiales, una introducción, 10th edición. En materiales y diseño. (Vol. 12)

[5-] Fallis, A. (2013). Manual ASM, Volumen 8 “Evaluación y ensayos mecánicos”. *Diario de información Química, 53(9).*

[6] Wojnar, L., Kurzyd, K. J., & Szala, J. (2004). Quantitative Image Analysis (Vol. 9). ASM International.

[7] Comité Internacional de Manuales ASM. (1998). “Caracterización de materiales”. Volumen 10.

[8] Full Record for Micrograph 1. (n.d.). Retrieved February 27, 2022, from https://www.doitpoms.ac.uk/miclib/full_record.php?id=1

[9] Ortiz P. Armando Dr., Márquez A. Ubaldo E. M. en C., Barba P. Arturo Dr., Romero H. Jorge Luis M. en C. (2020). “Manual de Prácticas del Laboratorio de Materiales I” Facultad de Ingeniería, UNAM.

[10] Vander, G. F. (n.d.). Measurement of Grain Size.

[11] Hornos Industriales. Hornos Eléctricos y de Gas. Kintel S.A. de C.V. (n.d.). Retrieved February 27, 2022, from https://www.kintel.com.mx/hornos/

[12] INDUSTRIA | Microscopios estereoscópicos - Euromex. (n.d.). Retrieved February 27, 2022, from https://www.euromex.com/es/productos/productos/microscopios-estereoscpicos/industria-microscopios-estereoscpicos/

[16] ZEISS Axiocam ERc 5s – Mobile Stand-Alone Color Microscope Camera. (n.d.). Retrieved February 27, 2022, from https://www.zeiss.com/microscopy/int/products/microscope-cameras/axiocam-erc-5s.html

[14] SteREO Discovery.V8 for spatial vision. (n.d.). Retrieved February 27, 2022, from https://www.zeiss.com/microscopy/int/products/stereo-zoom-microscopes/stereo-discovery-v8.html#applications

[15] Ortiz P. Armando Dr., Márquez A. Ubaldo E. M. en C., Barba P. Arturo Dr., Romero H. Jorge Luis M. en C. (2020). “Manual de Prácticas del Laboratorio de Ingeniería de Materiales” Facultad de Ingeniería, UNAM.

[16] Ubero Pascal, N. (n.d.). Fundamentos de Microscopía Óptica. URL: http://paginaspersonales.unam.mx/app/webroot/files/1481/clase22_(1).pd