



# Universidad Austral de Chile

Facultad de Ciencias de la Ingeniería

Escuela de Ingeniería Civil Mecánica

## CARACTERIZACION ULTRAESTRUCTURAL DE ACEROS Y ALEACIONES QUE HAN FALLADO EN SERVICIO

Trabajo para optar al título de:  
**Ingeniero Mecánico.**

Profesor Patrocinante:  
Sr. Ernesto Zumelzu Delgado.  
Ingeniero Civil metalúrgico.  
Doctor Materiales, Energía y Medioambiente.

HUGO SEBASTIAN MORALES MORALES  
VALDIVIA – CHILE  
2008

El Profesor Patrocinante y Profesores Informantes del Trabajo de Titulación Comunican al Director de la Escuela de Mecánica de la Facultad de Ciencias de la Ingeniería que el Trabajo de Titulación del Señor:

**Hugo Sebastián Morales Morales**

Ha sido aprobado en el examen de defensa rendido el día / / como requisito para optar al Título de Ingeniero Mecánico. Y, para que así conste para todos los efectos firman:

**Comisión de Titulación:**

**Profesor patrocinante:**

Dr. Sr. Ernesto Zumelzu D.

\_\_\_\_\_

**Profesores informantes:**

Prof. de Est. Sr. José Salazar C.

\_\_\_\_\_

Ing. Sr. Luis Cárdenas G.

\_\_\_\_\_

**Vº Bº Director de Escuela:**

Ing. Sr. Milton Lemarie O.

\_\_\_\_\_

## II

### **Agradecimientos**

*Expreso mis sinceros agradecimientos y auténtica gratitud a todos aquellos que de algún modo han contribuido a la realización de este trabajo. Especialmente a Dios, por las miles de bendiciones que me entrega y permitirme disfrutar de este momento.*

*Agradezco a quienes me han acompañado incondicionalmente en mi formación personal. Especialmente al hombre más bueno, humilde, generoso y trabajador, gracias a ti papá por darme tus consejos y enseñanzas, te aseguro que trabajaré para ser tan bueno como tú. A mi madre, una mujer cariñosa y generosa, gracias por guiarme y entregarme tu gran amor. A mi preciosa hermanita chiquita, una niña de mirada dulce y tierna a quien adoro. También a mi gran hermano de infancia, David.*

*A Andrea, una personita que llegó inesperadamente para quedarse y llenar mi vida de alegría y felicidad. Gracias especialmente por su paciencia inagotable, su gran ternura y sus sabias palabras en el momento preciso.*

*Por último a mis grandes amigos, especialmente a Haroldo y Marlys por su compañía, paciencia y sabios consejos.*

*En mi formación profesional agradezco a cada uno de los profesores que se interesaron en nuestra formación a lo largo de estos años.*

*Especialmente a mi director de tesis, Dr. Ernesto Zumelzu, por su interés, dedicación, su constante apoyo y comprensión durante la investigación. También su contribución a mi formación profesional y mi pasión por la investigación.*

*A mis profesores colaboradores al profesor Luis Cárdenas por su tolerancia y gran comprensión. Y mi total gratitud hacia el profesor José Salazar por su amistad, por el tiempo dedicado a la investigación y los buenos momentos que pasamos en el laboratorio.*

*También debo agradecer al profesor Héctor Calderón, por la entrega de información clave para esta investigación.*

*Al profesor Jesús Casablanca de la Universidad Rey Juan Carlos II, por su disponibilidad, generosidad en entregar información y conocimientos en forma*

### III

*desinteresada. A la doctora Ana María Varela por su disposición a responder mis constantes dudas.*

*Y finalmente un muy especial agradecimiento al Dr. Alejandro Zuñiga del Departamento de Microscopia Electrónica de la Universidad de Chile, por su disposición hacia esta investigación, por la entrega de conocimientos y la disposición total de sus equipos.*

*“Con todo mi amor, a mis padres Hugo y Francisca  
y a mi hermana Francisca”*

## Índice de Contenidos

Contenido	Página
Resumen	1
Summary	2
<b>CAPITULO I</b>	<b>3</b>
1.1. Introducción	3
1.2. Objetivos	4
1.2.1. Objetivo general	4
1.2.2. Objetivos específicos	4
1.3. Hipótesis	4
1.4. Metodología de trabajo	5
<b>CAPITULO II</b>	
<b>Materiales de ingeniería</b>	<b>6</b>
2.1. Estructura del átomo	6
2.2. Estructura de los materiales	6
2.2.1. Enlace iónico	7
2.2.2. Enlace Covalente	7
2.2.3. Enlace metálico	8
2.2.4. Enlace Van der Waals	9
2.3. Estructura cristalina	9
2.3.1. Celda unitaria	10
2.3.2. Dirección y planos de la celda unitaria	12
2.4. Irregularidades de la estructura cristalina	13
2.4.1. Defectos puntuales	13
2.4.2. Defectos lineales o dislocaciones	14
2.4.3. Defectos de superficie	16
2.4.4. Defectos macroscópicos	16

2.5.	Análisis metalográfico	17
------	------------------------	----

### **CAPITULO III**

	<b>Preparación de muestras para análisis metalográfico</b>	<b>18</b>
3.1.	Toma de muestras	18
3.2.	Corte de las muestras	19
3.3.	Montaje de muestras	19
	3.3.1. Montaje en frío	19
	3.3.2. Impregnación al vacío	20
	3.3.3. Montaje en caliente	20
3.4.	Etapas de lijado	22
	3.4.1. Lijado grueso	24
	3.4.2. Lijado fino	24
3.5.	Etapas de pulido	24
	3.5.1. Pulido inicial	25
	3.5.2. Pulido final	25
	3.5.3. Paños para pulido	25
3.6.	Ataque de las muestras para su examen microscópico	26
3.7.	La nueva tecnología	26

### **CAPITULO IV**

	<b>Preparación de muestras para TEM</b>	<b>30</b>
4.1.	Adelgazamiento inicial	30
4.2.	Adelgazamiento final	30
	4.2.1. Adelgazamiento iónico	30
	4.2.2. Pulido electrolítico	32

### **CAPITULO V**

	<b>Técnicas de caracterización, microscopio metalográfico</b>	<b>33</b>
5.1.	Evolución del microscopio a través del tiempo	33
5.2.	Parte mecánica	35

## VII

5.3.	Sistema de iluminación	35
5.3.1.	Fuentes de luz	36
5.3.2.	Trayectoria de la luz	37
5.3.3.	Filtros	37
5.4.	Componentes ópticos	38
5.4.1.	Objetivos	39
5.4.1.1.	Propiedades de los objetivos	40
5.4.1.2.	Defectos en lentes	44
5.4.2.	Ocular	48

### **CAPITULO VI**

	<b>Técnicas de caracterización, microscopia electrónica</b>	<b>50</b>
6.1.	Microscopio electrónico de transmisión	50
6.1.1.	Componentes de TEM	51
6.1.2.	Resolución en TEM	54
6.1.3.	Aberraciones	58
6.1.4.	Interacción de los electrones con la muestra	63
6.1.5.	Formación de la imagen	66
6.1.6.	Equipo utilizado, El Hitachi H-700h	68
6.2.	Microscopio electrónico de barrido (SEM)	70
6.2.1.	Partes de un SEM	71

### **CAPITULO VII**

	<b>Procedimiento experimental</b>	<b>75</b>
7.1.	Preparación de láminas delgadas para TEM	75
7.1.1.	Procedimiento inicial	75
7.1.2.	Adelgazamiento final	78
7.2.	Equipo de electropulido	79
7.2.1.	Inicio del software	82
7.2.2.	Ítem 1, configuración	83
7.2.3.	Ítem 2, funciones manuales	83

## VIII

7.2.4. Ítem 3, Métodos establecidos por Struers	85
7.2.5. Ítem 4, métodos diseñados por el usuario	86
7.2.6. Electrolito	86
7.2.7. Voltaje	87
7.2.8. Temperatura recomendada	88
7.2.9. Tiempo de pulido	88
7.2.10. Cantidad de luz necesaria para detener el equipo	88
7.2.11. Grafico del proceso de adelgazamiento	89
7.2.12. Opciones de flujo	89
7.2.13. Rango de flujo de electrolito en la bomba	89
7.3. Preparación de láminas delgadas	89

### **Capítulo VIII**

#### **Análisis Mediante SEM**

**91**

8.1. Análisis del rotor	91
8.2. Análisis falla soporte Inoxidable	95

### **Capítulo IX**

#### **Análisis Mediante TEM**

**100**

9.1. Muestras acero inoxidable	100
9.1.1. Dislocaciones rectas	101
9.1.2. Dislocaciones mixtas	102
9.1.3. Dislocaciones casi-rectas	102
9.2. Muestras acero al silicio	108
Conclusiones	110
Bibliografía	112
Anexos	116
1. Paños de pulir Buehler	117
2. Paños de pulir Struers	118
3. Tabla de Reactivos para ataque químico	121
4. Tabla para selección de discos de corte	122

## IX

5. Electrolitos distribuidos por Struers	124
6. Especificaciones técnicas Hitachi H-700h	125
7. Propiedades químicas electrolito AC2.	127

## Índice de figuras

<b>Figura</b>	<b>Página</b>
2.1. Enlace iónico entre Na y Cl	7
2.2. Enlace covalente	8
2.3. Ilustración esquemática del enlace metálico	8
2.4. Enlace de Van Der Waals	9
2.5. a) Red cristalina, b) celda unitaria	10
2.6. Tipo de celdas unitarias	11
2.7. Direcciones [100], [110] y [111] en la celda unitaria	12
2.8. Identificación del plano BCHG en la celda unitaria	13
2.9. (a) Vacancia, (b) Intersticial, (c) Sustitucional	14
2.10. a) Dislocación de borde, b) dislocación mixta	15
2.11. Disposición de átomos en la frontera del grano	16
2.12. Microfotografía de acero al carbono SAE 1045	17
3.1. Equipo de impregnación al vacío	20
3.2. Bosquejo prensa hidráulica Buehler	21
3.3. Muestra en baquelita, mediante montaje en caliente	22
3.4. Pulidora vertical Buehler, perteneciente al IMPT	23
3.5. Pulidora manual Handimet Grinder de Buehler, perteneciente al IMPT	23
3.6. Equipos para montaje en caliente Struers	27
3.7. Equipo para montaje en caliente Buehler	27
3.8. Equipo de pulido automático Struers	28
3.9. Equipo de pulido automático Buehler	28
3.10. Equipos para preparación de muestras totalmente automático de Struers	29
3.11. Equipo para preparación de muestras totalmente automático Buehler	29

4.1.	Esquema de funcionamiento de un adelgazador iónico con doble cañón	32
5.1.	Microscopio diseñado por Leeuwenhoek	33
5.2.	(a) Microscopio de incidencia de luz vertical. (b) Microscopio de incidencia de luz invertido	34
5.3.	Principio de Iluminación de Köhler	36
5.4.	Comportamiento de la apertura numérica de un objetivo seco y otro de inmersión en aceite	41
5.5.	Relación entre la resolución posible con un microscopio de luz incidente y el $NA$ del lente objetivo	43
5.6.	Relación entre la profundidad de campo de la imagen producida, con el $NA$ del objetivo y la longitud de onda de luz usada	44
5.7.	Aberración esférica	45
5.8.	Aberración cromática longitudinal	46
5.9.	Aberración cromática lateral	46
5.10.	Distorsión en una imagen	47
5.11.	(a) Ocular de campo visual estándar (24mm). (b) Ocular de campo amplio (30mm)	48
5.12.	(a) Ocular estándar. (b) Ocular de alto punto	49
6.1.	Partes de un microscopio electrónico	51
6.2.	Esquema corte transversal del cañón de electrones en un TEM	52
6.3.	Intensidad de los anillos Airy a partir de dos agujeros de alfiler vecinos	55
6.4.	Definición del semi-ángulo $\alpha$	55
6.5.	Aberración esférica, principal factor limitante de TEM	59
6.6.	Ilustración de aberración cromática en un lente	63
6.7.	Interacción del haz de electrones con la muestra	64
6.8.	Microscopio Hitachi H-700h	69
6.9.	Columna Hitachi H-700h	69
6.10.	Monitor y controles H-700h	70

## XII

6.11.	Esquema de un SEM	71
7.1.	Sierra de precisión Buehler	76
7.2.	Láminas obtenidas por adelgazamiento manual	77
7.3.	Muestra delgada montada en un micrómetro	78
7.4.	Variación del espesor en una cuña	78
7.5.	Variación de la zona delgada con respecto al espesor	79
7.6.	Montaje de láminas al porta muestras	79
7.7.	Equipo de electropulido TenuPol-5, perteneciente al IMPT	80
7.8.	Equipo de electropulido TenuPol-5	81
7.9.	Panel frontal TenuPol-5	82
7.10.	Pantalla inicial	82
7.11.	Opción de configuración	83
7.12.	Opción funciones manuales	84
7.13.	Instrucciones para cambio de electrolito	84
7.14.	Instrucciones para ajustar el flujo de electrolito	85
7.15.	Opciones diseñadas por Struers	85
7.16.	Opción diseñadas por el usuario	86
7.17.	Variables a controlar	86
7.18.	Variables principales en TenuPol-5	90
7.19.	Lámina preparada por electropulido	90
8.1.	Partes de rotor fracturado con fisuramiento superficial	91
8.2.	Microanálisis químico del rotor	92
8.3.	(a) Sustrato en zona de fractura, (b) Microfisuras superficiales con microfracturas por desgaste ante cargas o golpes mecánicos	93
8.4.	(a) Desprendimiento por microfactura y desgaste en el borde de grieta, (b) Columnas que atraviesan las fisuras	93
8.5.	Distribución atómica de silicio, hierro y manganeso en zona de fractura	94
8.6.	Distribución química de elementos en zona de grieta	95
8.7.	Soporte inoxidable desprendido del montaje	96

### XIII

8.8.	Diferencia de granos superficiales e interior en corte	96
8.9.	Microanálisis químico al soporte mediante EDAX	97
8.10.	Microestructura pulida sin atacar. SEM 2.91 Kx y 5.37 Kx	98
8.11.	Microestructura en corte, con ataque químico. SEM x 5000	98
9.1.	Patrón de difracción de electrones en un material FCC.	101
9.2.	Presencia de elementos extraños en zona 01	102
9.3.	Presencia de dislocaciones en zona 03	103
9.4.	Estructura confusa en zona 04	103
9.5.	Estructura confusa, según Cho	104
9.6.	Redes de dislocaciones en zona 05.	104
9.7.	Microestructura de red confusa, según Zhang	105
9.8.	Dislocaciones en estructura austenítica, zona 06.	105
9.9.	Microestructura mediante TEM, según Armas	106
9.10.	Apilamiento de dislocaciones en zona 07	106
9.11.	Apilamiento de dislocaciones, según Gaudin	107
9.12	Cuña demasiado gruesa con presencia de dislocaciones de baja densidad, zona 07.	107
9.13	Dislocaciones de baja densidad	108
9.14	Imagen Obtenida mediante el Hitachi H-700h	109
9.15	Imagen de cuñas obtenida mediante el Hitachi H-700h	109

## Índice de tablas

Tabla		Página
2.1.	Características de los sistemas cristalinos	11
2.2.	Índice de Miller de la figura 2.8	13
6.1.	Comportamiento de $\lambda$ con respecto a $V$	58
6.2.	Límite de resolución debido a la aberración esférica. $r_{a.esf.}(nm)$	60
6.3.	Resolución limitada por la difracción	61
6.4.	Abertura optima y limite de resolución considerando $C_s$	64
8.1.	Componentes obtenidos mediante microanálisis en rotor	92
8.2.	Componentes obtenidos mediante microanálisis en zona de grietas	95
8.3.	Elementos obtenidos mediante microanálisis en soporte	97

## Simbología

- $C_s$ : Coeficiente de aberración esférica  
 $e$ : Carga del electrón  
 $f$ : Longitud del objetivo  
 $h$ : Constante de Plank  
 $k$ : Constante de proporcionalidad relacionada al grado de superposición de dos puntos que puedan ser resueltos por el ojo humano  
 $L$ : Aumento inicial  
 $m$ : Masa del electrón  
 $Me$ : Ampliación máxima del ocular  
 $Mo$ : Ampliación máxima del objetivo  
 $NA$ : Abertura numérica del objetivo  
 $p$ : Potencia de ampliación del ocular.  
 $r_{a.esf.}$ : Limite resolución incluyendo aberración esférica  
 $r_{lim}$ : Limite de resolución  
 $T$ : Longitud del tubo del microscopio  
 $T_f$ : Profundidad del campo  
 $V$ : Voltaje acelerador de los electrones  
 $v$ : Velocidad de un electrón  
 $X_{min}$ : Distancia mínima a la que se distinguen dos puntos separados  
 $Z$ : Número atómico  
  
 $\alpha$ : Ángulo medio de los rayos de luz oblicuos que entran al objetivo.  
 $\alpha_{opt.}$ : Abertura óptima,  
 $\mathfrak{F}$ : Transformada de Fourier.  
 $\lambda$ : Longitud de onda de la luz empleada  
 $\mu$ : Índice de refracción del material entre la muestra y la lente

## Resumen

La presente investigación tiene como objetivo caracterizar la estructura de un tipo de acero mediante microscopía electrónica de transmisión, estas muestras han presentado fallas operacionales en la industria.

Lo anterior implica realizar un extenso estudio de microscopía inicialmente analizando la microscopía óptica para comprender mejor los principios de la microscopía electrónica.

El estudio demanda crear láminas delgadas para su posterior análisis, considerando la forma más fácil, sencilla y efectiva de prepararlas. La preparación de éstas se realiza mediante electropulido, una técnica que consiste básicamente en erosionar un material mediante reactivo químico. Para tal efecto se utiliza el Tenupol-5 un equipo de avanzada tecnología capaz de generar láminas de excelente calidad, éste se analiza en profundidad examinando las funciones involucradas para un proceso exitoso.

Finalmente el estudio se centra en dos tipos de materiales que presentaron fallas en una conocida industria. Según los análisis realizados mediante microscopía electrónica de barrido y transmisión es posible determinar una directa relación entre la macroscopía, microscopía y defectos a nivel cristalino. El microscopio electrónico de transmisión revela detalles de la estructura interna y detalles ultraestructurales, mientras que el microscopio electrónico de barrido entrega información sobre morfología y características de la superficie.

Es preciso comentar que la nomenclatura del presente trabajo se rige bajo las normas del sistema internacional de medidas.

**Abstract**

The objective of the present investigation is to characterize the structure of a kind of steel by electronic microscopy of transmission, because this samples had presented operational fails in the industry.

This implicates to make an extended study of microscopy, beginning with the analysis of the optical microscopy to get a better understanding of the principles of the electronic microscopy.

The study demands to create thin films to use in further analysis, considering the most easy, simple and effective way to prepare it. Preparation of these were done via electropolishing, a technique that basically consists in to erode a material through a chemical reactive. To get this effect is used Tenupol-5 which is an advanced technology equipment, capable to generate those thin films in excellent quality, the process is discussed deeply by examining the functions involved to get a successful process.

Finally, this study is centered in two types of materials that showed defects in a known industry. According to the analysis made with the scanning transmission electron microscope, STEM, it's possible to determinate a direct relation between the macroscopia, the microscopy and the defects at the crystalline level. The transmission electron microscope, TEM, reveals details of the inner structure and ultraestructurals details, while the scanning electron microscope, SEM, gives us information about the morphology and surfaces features.

It is necessary to comment that the nomenclature of the present work is governed under the International Measurement System

## **CAPITULO I**

### **1.1. Introducción**

Vivimos en un mundo cada vez más exigente, que presenta desafíos inimaginables a la industria del acero. Actualmente existen innumerables nuevas composiciones, llamadas superaleaciones. Sin embargo, a pesar de su excelente calidad presentan nuevas fallas por condiciones cada vez más exigentes y extremas.

El presente documento, intenta ser un aporte significativo a la investigación del país genera la inquietud de resolver problemas a nivel de átomos y a partir de esto crear superestructuras capaz de satisfacer los mas altos requerimientos de la industria.

La tesis estudia las posibles causas de falla para un tipo de acero de alto contenido de silicio y una acero inoxidable austenítico, evaluando defectos puntales y principalmente dislocaciones. Además de respuestas que se generan a nivel de estructura cristalina, vale decir, presencia de inclusiones, defectos cristalinos, defectos de fabricación, tipos de precipitados, contaminantes, etc, y relacionarlas a fallas macroscópicas a nivel de servicio.

Para la caracterización de las muestras se utiliza microscopía electrónica de barrido (SEM, por su siglas en inglés, scanning electron microscope), y microscopía electrónica de transmisión, determinando la correlación existente entre ambos estudios.

Considerando lo anterior, el principal problema que se presenta esta en la preparación de láminas delgadas para su posterior análisis mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM, por su siglas en inglés, transmission electron microscope), ya que de esta etapa dependerá en gran medida el éxito o fracaso de la investigación. Esto requiere de la vinculación de personal adecuado, además de ensayos involucrando diversos materiales para determinar las condiciones óptimas de trabajo bajo condiciones dadas.

## **1.2. Objetivos**

### **1.2.1 Objetivo general**

Caracterizar la estructura de aceros y aleaciones mediante microscopía electrónica de transmisión de piezas de ingeniería que han presentado fallas operacionales en la industria.

### **1.2.2 Objetivos específicos**

- 1.- Implementar una técnica apropiada para preparar láminas delgadas metálicas para ser observadas en TEM.
- 2.- Determinar las condiciones óptimas y montajes de las láminas delgadas electropulidas para ser observadas por TEM.
- 3.- Caracterizar ultraestructuralmente a nivel de cristales, defectos cristalinos precipitados y morfología por TEM de las muestras seleccionadas.
- 4.- Analizar correlaciones entre la caracterización ultraestructural de las muestras y las razones de falla en servicio desde el punto de vista de la calidad metalúrgica de aceros y aleaciones.

## **1.3. Hipótesis**

- 1.- El comportamiento (fallas) de los materiales se asocian a sus características ultraestructurales (estructura a nivel cristalino).
- 2.- Una correcta aplicación de las técnicas de preparación de las muestras y de observación por TEM permite tener antecedentes de la característica del material a nivel estructural.

#### **1.4. Metodología de trabajo**

Considerando los objetivos de la investigación, en primer lugar se crea la necesidad de recopilar a mayor cantidad de información que sustente verídicamente la investigación.

Se hace necesario investigar TEM, conociendo sus principios y funcionamiento. Para comprender mejor esto, asisto a un congreso internacional de materiales, además de participar de un curso de microscopia electrónica de transmisión realizado en la Universidad de Chile, dictado por Alejandro Zúñiga, profesor de microscopia electrónica de esta casa de estudios, Héctor Calderón y Fernando Ponce, estos últimos principales impulsores de la nanociencia mundial.

También es necesario familiarizarse al equipo de electropulido, el Tenupol-5, desarrollando múltiples ensayos con diferentes materiales para conocer y posteriormente tener conclusiones coherentes, verídicas y atinadas de su funcionamiento.

En la preparación de muestras se desarrollan múltiples ensayos para determinar la forma más sencilla, rápida y efectiva de crear láminas delgadas, considerando nuestros limitados recursos. Dentro de ello, se considera corte mecánico mediante sierra de precisión, un primer adelgazamiento manual para luego someterlas a electropulido.

Las muestras analizadas corresponden a materiales que han presentado fallas claramente establecidas, terminando con su vida útil. Los aceros elegidos corresponden a muestras de aceros inoxidables y fundiciones, todas estas representativas de piezas mecánicas que forman parte del registro de materiales del Instituto de Materiales y Procesos Termomecánico perteneciente a la Facultad de Ingeniería de la Universidad Austral de Chile, (IMPT).

Finalmente el análisis se realiza mediante SEM y TEM. Los análisis mediante TEM se realizaron en dependencias de la Universidad de Chile y otros en nuestras dependencias.

## **CAPITULO II**

### **Materiales de ingeniería**

Según Askeland (1998), los materiales se clasifican en cinco grupos, los metales, cerámicos, polímeros, semiconductores y materiales compuestos, cada uno de estos poseen estructuras y propiedades distintas.

Se entiende por estructura todo tipo de ordenamiento interno, que va desde las dimensiones atómicas (picoestructuras), estructura cristalina (nanoestructura), distribución de las fases y cristales (microestructura) hasta la macroestructura producto de los procesos de fabricación.

#### **2.1. Estructura del átomo**

El átomo esta compuesto del núcleo rodeado por electrones. El núcleo es la parte central del átomo y contiene partículas con carga positiva, los protones, y partículas que no poseen carga eléctrica, los neutrones. En la parte exterior se encuentran los electrones, poseen carga negativa, están ordenados en distintos niveles y giran alrededor del núcleo.

Según Askeland (1998), la masa de un electrón es aproximadamente unas 2000 veces menor a la masa que posee un protón.

Los átomos de un elemento químico tienen igual cantidad de protones y electrones, a esto se le denomina número atómico ( $Z$ ) siendo este característico de cada elemento.

Los átomos son eléctricamente neutros, debido a que los elementos químicos tienen igual número de protones que de electrones.

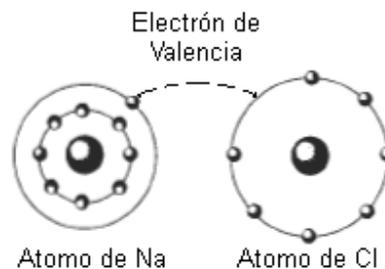
#### **2.2. Estructura de los materiales**

Los materiales en general están formados por enlaces de átomos llamado arreglo atómico. Cada material tiene un tipo de arreglo único que le entrega propiedades características.

Según Askeland (1998) es posible clasificar cuatro tipos de enlaces en que los átomos se unen entre sí formando un sólido, en tres de ellos el enlace se consigue mediante la transferencia de electrones que se produce en los dos últimos niveles.

### 2.2.1. Enlace iónico

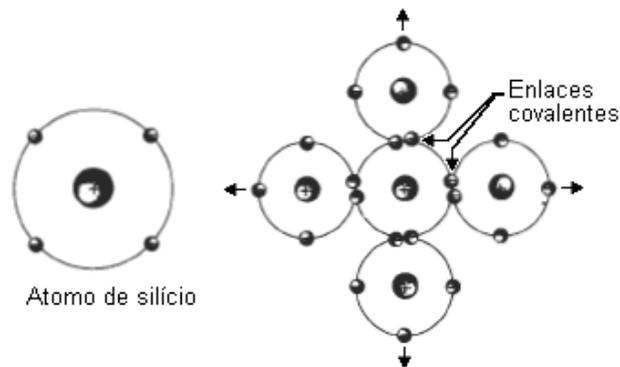
Se produce cuando la capa externa de un átomo se encuentra completa, este cede electrones a otro átomo, por lo tanto, el primero queda con una carga eléctrica positiva (catión) y el otro con una carga eléctrica negativa (anión). La figura 2.1 muestra la unión entre sodio y cloro por enlace iónico.



**Fig. 2.1.** Enlace iónico entre Na y Cl, (Askeland 1998).

### 2.2.2. Enlace Covalente

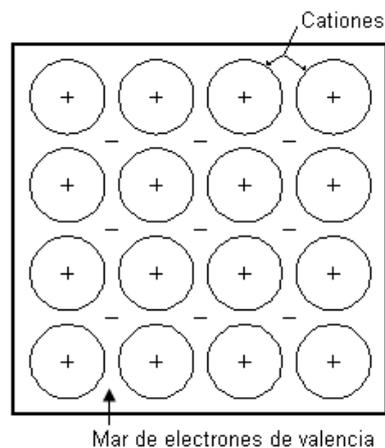
Se produce cuando los átomos comparten uno o más electrones de su capa externa. Esto permite a los átomos completar su orbital externo produciendo un fuerte enlace entre ellos, debido a la atracción que ejercen los núcleos a los electrones compartidos. La figura 2.2 muestra el enlace covalente de un átomo de silicio.



**Fig. 2.2.** Enlace covalente (Askeland 1998).

### 2.2.3. Enlace metálico

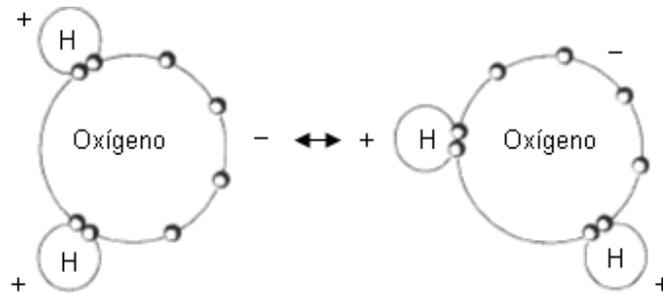
Los materiales metálicos tienen uno, dos o, a lo sumo, tres electrones de valencia. En este modelo, los electrones de valencia del sólido no pertenecen a ningún átomo en particular y son más o menos libres de circular a través de todo el metal. Se puede interpretar que pertenecen al metal, formando un “mar de electrones” o una “nube de electrones”. El núcleo y los electrones que no son de valencia forman cationes, que poseen una carga positiva igual al total de electrones de valencia por átomo. Los electrones libres contrarrestan las fuerzas repulsivas generadas entre cationes. En consecuencia el enlace metálico tiene un carácter no direccional. Los electrones libres actúan como elemento de unión de los iones cargados positivamente. Fig.2.3. (Callister 1997).



**Fig. 2.3.** Ilustración esquemática del enlace metálico, (Callister, 1997).

### 2.2.4. Enlace Van der Waals

Los enlaces de Van der Waals unen moléculas o grupo de átomos mediante una atracción electrostática débil. Muchos plásticos, cerámicos, agua y otras moléculas están polarizadas de manera permanente; esto es, algunas porciones de la molécula están cargadas positivamente, en tanto que otras lo están negativamente. La atracción electrostática entre regiones de carga positiva de la molécula y regiones de carga negativa de una segunda molécula unen de manera débil ambas moléculas. Fig 2.4. Esto, llamado enlace de hidrógeno, ocurre cuando una de las regiones polarizadas está formada de átomos de hidrógeno. (Askeland, 1998)



**Fig. 2.4.** Enlace de Van Der Waals, (Askeland 1998).

### 2.3. Estructura cristalina

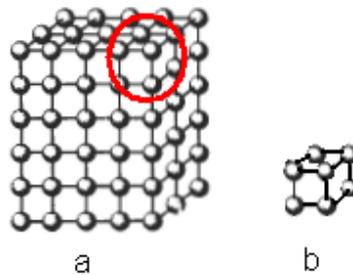
En un material cristalino, los átomos se sitúan en una disposición repetitiva periódica a lo largo de muchas distancias atómicas; es decir, existe un orden de largo alcance tal que, al solidificar el material, los átomos se sitúan según un patrón tridimensional repetitivo, en el cual cada átomo está enlazado con su vecino más próximo. (Callister, 1997)

Por lo tanto, la estructura cristalina es un ordenamiento espacial de átomos, que da lugar a la formación de una red tridimensional que se obtiene al unir sus vértices con rectas imaginarias. La figura 2.5 ilustra dicho principio.

Los materiales sólidos se pueden clasificar según la regularidad con que sus átomos se ordenan uno respecto al otro, de este orden dependen sus propiedades mecánicas.

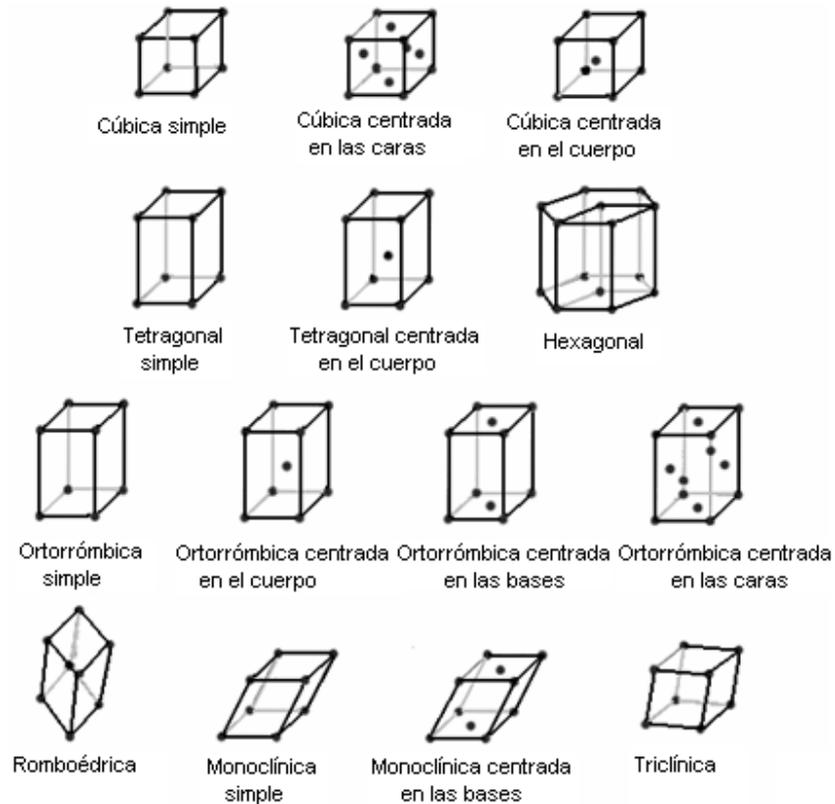
### 2.3.1. Celda unitaria

Es la unidad estructural fundamental, define la estructura cristalina mediante su geometría y por la posición de los átomos dentro de ella. Fig. 2.5.



**Fig. 2.5.** a) Red cristalina, b) celda unitaria, (Askeland, 1998).

*Se identifican 14 tipos de celdas unitarias o redes de Bravais agrupadas en siete sistemas cristalinos (figura 2.6 y tabla 2.1). Los puntos de la red se han localizados en las esquinas de las celdas unitarias y, en algunos casos, en cualquiera de las caras o en el centro de la celda unitaria. (Askeland, 1998)*



**Fig.2.6.** Tipo de celdas unitarias, (Askeland, 1998).

**Tabla 2.1.** Características de los sistemas cristalinos. (Askeland, 1998).

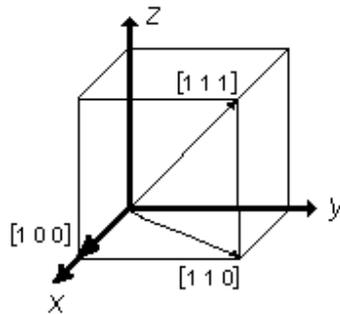
Estructura	Ejes	Ángulo entre ejes
Cúbica	$a = b = c$	Todos los ángulos de $90^\circ$
Tetragonal	$a = b \neq c$	Todos los ángulos de $90^\circ$
Ortorrómbica	$a \neq b \neq c$	Todos los ángulos de $90^\circ$
Hexagonal	$a = b \neq c$	Dos ángulos de $90^\circ$ Un ángulo de $120^\circ$
Romboédrica	$a = b = c$	Todos los ángulos son iguales y ninguno de $90^\circ$
Monoclínica	$a \neq b \neq c$	Dos ángulos de $90^\circ$ Un ángulo ( $\beta$ ) distinto a $90^\circ$
Triclínica	$a \neq b \neq c$	Todos los ángulos son distintos y ninguno de $90^\circ$

### 2.3.2. Dirección y planos de la celda unitaria

En materiales cristalinos es conveniente especificar los planos cristalográficos o alguna dirección de estos, para ello se ha establecido una notación basada en un sistema de coordenadas  $x, y, z$ , cuyo origen se sitúa en un vértice de la celda unitaria.

#### Dirección de la celda unitaria

Corresponden a las componentes vectoriales de la dirección a lo largo de cada uno de los ejes coordenados, reducidos a enteros. La importancia de identificar direcciones en la celda unitaria se debe a que los metales se deforman principalmente en direcciones en que los átomos se encuentran en planos más compactos. La figura 2.7 identifica direcciones en una celda unitaria.



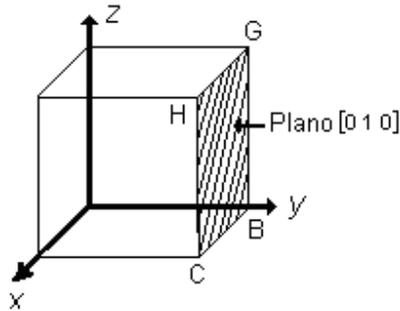
**Fig. 2.7.** Direcciones  $[100]$ ,  $[110]$  y  $[111]$  en la celda unitaria, (Callister; 1997).

#### Planos cristalográficos

Para determinar la orientación de los planos cristalográficos de la estructura cristalina se utiliza un sistema de coordenadas de tres ejes, en que la celda unitaria es la unidad fundamental.

*Ciertos planos de átomos en un cristal también son significativos; por ejemplo, los metales se deforman a lo largo de aquellos planos de átomos que están empaquetados más estrechamente. (Askeland 1998).*

Los planos cristalográficos se especifican mediante los índices de Miller, éstos entregan la relación existente entre los planos atómicos o cristalográficos y los ejes de la celda unitaria. Corresponden al valor inverso de las coordenadas de intersección del sistema de planos sobre cada eje. La figura 2.8 ilustra el plano BCHG y tabla 2.2, sus índices de Miller.



**Fig. 2.8.** Identificación del plano BCHG en la celda unitaria.

**Tabla 2.2.** Índice de Miller de la figura 2.8.

Ejes	X	Y	Z
Intersección	$\infty$	1	$\infty$
Inverso	$1/\infty$	$1/1$	$1/\infty$
Índice de Miller	0	1	0

## 2.4. Irregularidades de la estructura cristalina

Los materiales poseen irregularidades o defectos en la estructura cristalina, estas imperfecciones se pueden clasificar como defectos puntuales y defectos lineales.

### 2.4.1. Defectos puntuales

*Los defectos puntuales alteran el arreglo perfecto de los átomos circundantes, distorsionando la red a lo largo de quizás cientos de espaciamentos atómicos, a partir del defecto. Una dislocación que se mueva a través de las cercanías generales de un defecto puntual encuentra una red en*

la cual los átomos no están en sus posiciones de equilibrio. Esta alteración requiere que se aplique un esfuerzo más alto para obligar a que la dislocación venza al defecto, incrementándose así la resistencia del material. (Askeland, 1998).

### Vacancias

Se produce cuando falta un átomo en la red, esto genera un vacío y por lo tanto una distorsión en la red.

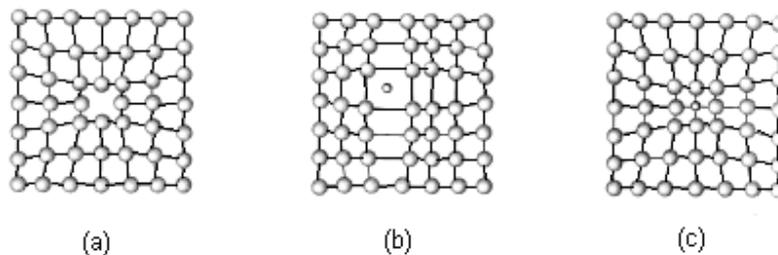
### Intersticial

Se produce cuando un átomo de otro elemento o una impureza, se ubica en intersticios existentes entre los átomos del material base.

### Sustitución

Se produce cuando se reemplaza un átomo por uno de otro elemento, y este posee propiedades y tamaño distinto.

La figura 2.9 muestra los distintos tipos de defectos puntuales.



**Fig. 2.9.** (a) Vacancia, (b) Intersticial, (c) Sustitucional, (Askeland, 1998).

### 2.4.2. Defectos lineales o dislocaciones

Corresponden a defectos en la red cristalina que afectan a una fila de puntos de la red de Bravais. Están definidas por el vector de Burgers, que le permite pasar de un punto de la red al obtenido tras aplicar la dislocación al mismo. Se generan principalmente en las direcciones compactas de un cristal y

son importantes para explicar el comportamiento elástico de los metales, puesto que la deformación plástica puede ocurrir por desplazamiento de dislocaciones.

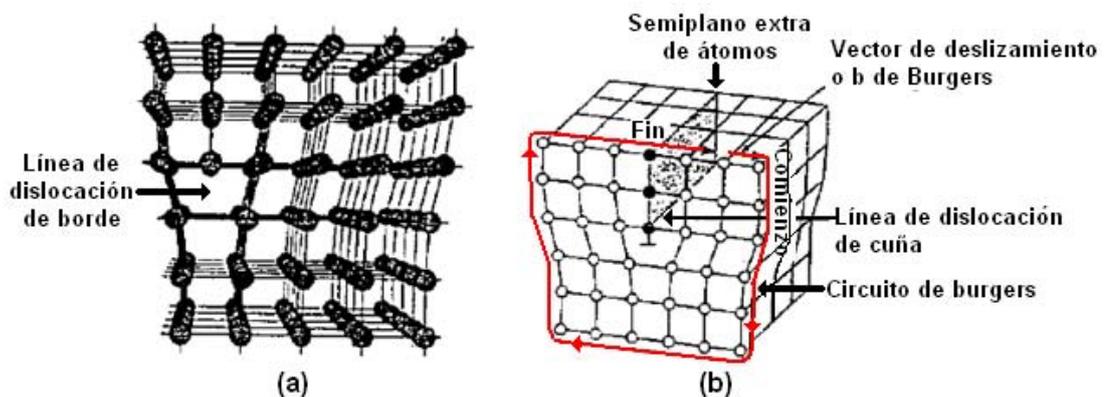
Es posible identificar dos tipos de dislocaciones de borde y de tornillo.

### Dislocaciones de borde

Consiste en un semiplano extra de átomos que provoca una distorsión local de la red, como consecuencia los planos laterales son paralelos en un principio hasta llegar a una zona donde se crea un desplazamiento perdiendo su paralelismo. Para este caso el vector de Burgers es perpendicular a la línea de dislocación.

### Dislocaciones de tornillo

Esta dislocación se crea al aplicar un esfuerzo de cizalla en un cristal perfecto que ha sido separado por un plano cortante, es decir, es una dislocación producida torciendo un cristal, de tal modo que un plano atómico produce una rampa espiral en torno a la dislocación. Para este caso el vector de Burgers es paralelo a la línea de dislocación.



**Fig. 2.10.** a) Dislocación de borde, b) dislocación mixta, (Smith, 1998)

### 2.4.3. Defectos de superficie

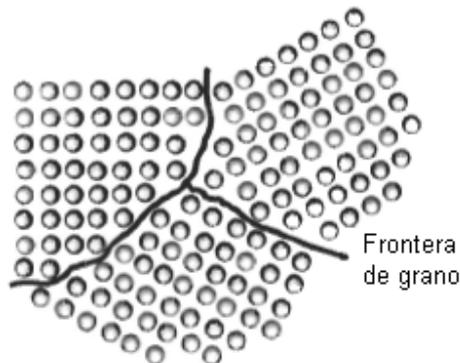
Según Callister (1997), los defectos de superficie incluyen la superficie externa, límite de grano, límites de macla, defectos de apilamiento y límites de fase.

#### Superficie externa

Corresponde al límite de la estructura cristalina, es decir, los átomos superficiales no se encuentran enlazados con su vecino más próximo. Por ello se encuentran en un estado energético superior que los átomos ubicados en el interior.

#### Límite del grano

Un grano corresponde a una porción de material que posee un mismo arreglo atómico. Como se aprecia en la figura 2.11 el límite del grano corresponde a la frontera que separa dos granos de diferente orientación cristalográfica. En la región límite, existe un cierto desalineamiento en la transición, desde la orientación cristalina de un grano a la del grano vecino.



**Fig.2.11.** Disposición de átomos en la frontera del grano, (Askeland 1998).

### 2.4.4. Defectos macroscópicos

Este tipo de defectos son posibles de detectar a simple vista o de lo contrario con una lupa de muy poco aumento. Principalmente se producen en

los procesos tecnológicos de solidificación del metal en estado líquido en los moldes.

Los defectos mas comunes en este proceso son las inclusiones de escoria grietas de contracción, cavidades y algunas porosidades.

## 2.5. Análisis metalográfico

El análisis mediante microscopio metalográfico permite resolver aspectos relacionados a la microestructura de un metal. Por ejemplo, forma y tamaño de los granos, las fases presentes además de su distribución, defectos e inclusiones. Por ejemplo, los constituyentes metálicos que pueden encontrarse en aceros al carbono a temperatura ambiente son ferrita, cementita, perlita, martensita. También algunos constituyentes no metálicos como sulfuros, óxidos y silicatos.

La figura 2.12 ilustra un ejemplo característico de un análisis sencillo mediante microscopio metalográfico. La muestra corresponde a un acero al carbono 1045 y una ampliación de 400X.



**Fig. 2.12.** Microfotografía de acero al carbono SAE 1045.

## **CAPITULO III**

### **Preparación de muestras para análisis metalográfico**

*La metalografía no se reduce meramente al examen visual o microscópico de los metales, sino que, ahora, comprende todos los métodos empleados en el estudio de la constitución y estructura interna de los metales y de sus aleaciones, así como la influencia que ambas ejercen sobre las propiedades físicas y mecánicas (Greaves, 1966).*

La metalografía básicamente trata el estudio de características estructurales o de constitución de un metal o aleación, para relacionarlas con sus propiedades físicas y mecánicas

#### **3.1. Toma de muestras**

De la elección de la muestra depende en gran medida el éxito o fracaso del estudio, ésta debe satisfacer las condiciones de amplitud y representatividad estadística, aún cuando su dimensión pudiera ser muy reducida. Por ejemplo, si el estudio corresponde a un control rutinario, es recomendable que la selección sea por métodos aleatorios. Por el contrario, si se investiga la causa de una falla, la probeta debe estar muy próxima a su hipotético origen.

*Cuando se trata de una pieza rota en servicio debe efectuarse el primer examen de la rotura con una lupa o microscopio si ello fura posible. En otras palabras, se realizará un estudio que permita conocer las zonas homogéneas, las partes heterogéneas y en los casos correspondientes la orientación de las fibras del metal.*

*Por consiguiente debe prestarse atención a la posición de la muestra con relación al sentido del forjado o laminado y en el pulimiento, para respetar, en lo posible, la selección de la rotura y poder observar la estructura de las zonas inmediatas a las mismas (Sturla, 1951).*

### **3.2. Corte de las muestras**

*Si bien las dimensiones de la superficie a examinar varían en cada caso, es suficiente, siempre que sea posible, disponer de secciones mínimas de 10x10mm, y no mayores de 25x25mm, y con probetas con altura de 20mm.*(Sturla, 1951).

En la etapa de corte, si el material es relativamente blando puede realizarse mediante sierra mecánica o manual. Sin embargo, si se trata de aleaciones frágiles, como fundiciones y algunos bronceos ricos en estaño se pueden romper con un martillo. Las muestras de materiales duros, difíciles de cortar, tales como aceros templados y aleaciones no férricas endurecidas por envejecimiento se pueden cortar fácilmente con discos abrasivos.

Se debe refrigerar adecuadamente la probeta durante el proceso de corte, la temperatura producida por el roce puede alterar radicalmente la estructura original, por lo menos en la superficie obtenida por el corte.

### **3.3. Montaje de muestras**

Cuando las muestras son pequeñas o de difícil manejo en las operaciones de desbaste y pulido, es necesario montarlas en un material adecuado para hacer posible la preparación. Éstas pueden montarse de tres formas distintas: montaje en frío, impregnación al vacío y montaje en caliente.

#### **3.3.1. Montaje en frío**

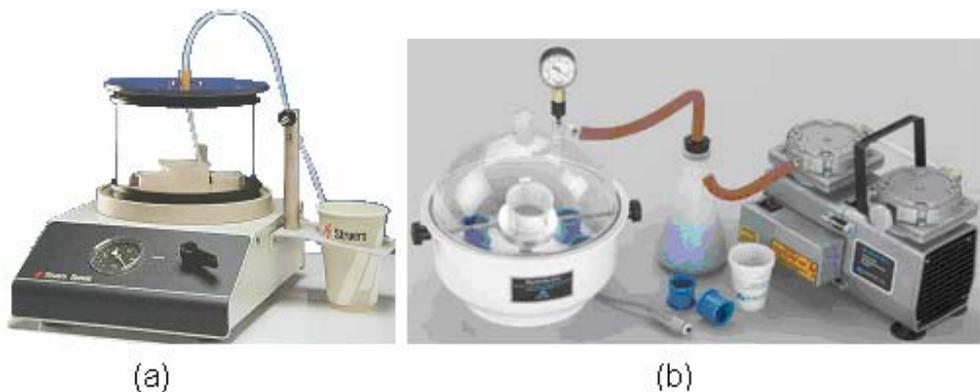
Consiste en una reacción química, la muestra se coloca en un molde y luego se agrega esta reacción hasta cubrir completamente el volumen entre la muestra y el molde. Es utilizada preferentemente en el montaje de muestras sensibles al calor o a la presión.

Hay tres tipos de resinas para montaje en frío, epoxi (menor contracción, excelente adherencia y tiempo largo de solidificación), acrílicas (menor tiempo y

buena adherencia y son termoplásticos), de poliéster (idéntica a la anterior pero duroplásticas).

### 3.3.2. Impregnación al vacío

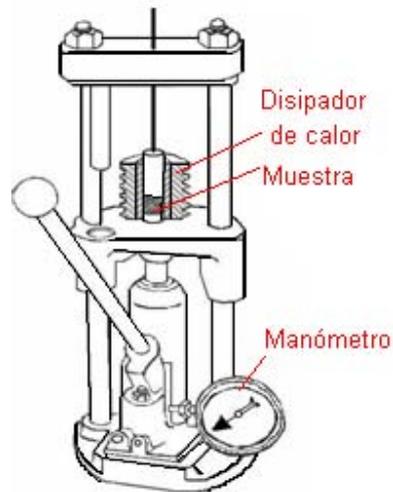
Se trata de un montaje de muestras en un equipo sometido al vacío, para ello se utilizan resinas epoxi de baja viscosidad y baja presión de vapor. Es utilizado principalmente en muestras de materiales porosos, por ejemplo en cerámicos o revestimientos aplicados por pulverización, de esta manera los poros se rellenan con resina reforzando esas zonas. Así se disminuyen los defectos de preparación tales como arranques, poros, grietas, etc. La figura 3.1 muestra equipos que permiten esta técnica.



**Fig. 3.1.** Equipo de impregnación al vacío, (a) Epovac de Struers, (b) Vacuum Impregnation Equipment I de Buehler, (Struers,1997 y Buehler, 2006).

### 3.3.3. Montaje en caliente

El montaje en caliente, es el método más utilizado. Para ello se requiere de una prensa generalmente hidráulica, como la que muestra la figura 3.2.



**Fig.3.2.** Bosquejo prensa hidráulica Buehler.

Para el montaje en caliente existen dos tipos de resinas, las termoplásticas y termoendurecibles.

### **Resinas termoplásticas**

Las resinas termoplásticas se ablandan a medida que la temperatura aumenta y se endurecen durante el proceso de enfriado, para ello es necesario una combinación adecuada de temperatura y presión. Estas resinas son transparentes, si se moldea correctamente puede ser reutilizada sometiéndola nuevamente al calor.

El tipo de resinas termoplásticas más utilizadas son el poliestireno, compuestos de metacrilato de metilo (lucite) y materiales a base de celulosa. La temperatura requerida para el ablandamiento es de unos 140 a 165°C, en conjunto con una presión de 2500 a 3500  $\frac{lb}{plg^2}$ .

### **Resinas termoendurecibles**

Los plásticos termoendurecibles, a diferencia de las resinas termoplásticas, endurecen durante el moldeo a temperatura y presión adecuada ya que sufren un cambio químico. La dureza adquirida ya no se altera por

temperatura, aún cuando esta se aproxime a la que pudiese causar su carbonización.

La baquelita y los compuestos de anilina y formaldehídos, son las resinas termoendurecibles mas utilizadas en el montaje de muestras metalográficas. La figura 3.3 ilustra una muestra metálica montada sobre baquelita.

Para la mayoría de los compuestos de bakelita, la temperatura requerida para el endurecimiento es de unos  $135$  a  $150^{\circ}C$ , en conjunto con una presión de  $2500$  a  $3500 \frac{lb}{p1g^2}$ .



**Fig. 3.3.** Muestra en baquelita, mediante montaje en caliente.

### 3.4. Etapa de lijado

El objetivo es obtener una superficie lisa, partiendo de la obtenida en el corte. Este resultado se obtiene mediante lijado y pulido mediante abrasivos con tamaño de granos decreciente, generalmente impregnadas con pequeñas partículas de  $SiC$ .

Durante la etapa de lijado y pulido es necesario aplicar una presión moderada sobre la muestra. Una presión excesiva puede producir rayas profundas difíciles de eliminar, además puede distorsionar la superficie del metal.

Terminado el proceso de lijado se requiere que ambas caras de la muestra sean paralelas entre sí, esto debido a que el haz de luz emitido por el microscopio debe impactar en forma perpendicular a la superficie, de lo contrario se crearán distorsiones al ser observadas.

La figura 3.4 ilustra una equipo semiautomático para lijado y pulido de muestras, éste cuenta con dos discos de bronce de  $25mm$  de diámetro el

primero cubierto con lija y el segundo con paño de pulido. Los discos giran, en un plano horizontal.

También existen equipos de operación manual, como el que muestra la figura 3.5. En este caso la muestra se desliza suavemente sobre la lija.



**Fig. 3.4.** Lijadora y pulidora semiautomática Buehler, perteneciente al IMPT.



**Fig. 3.5.** Lijadora y pulidora manual Handimet Grinder Buehler, perteneciente al IMPT.

### **3.4.1. Lijado grueso**

*Es conveniente redondear las aristas en el desbaste, ya sea con esmeriles, a fin de eliminar los ángulos que podrían llegar a provocar la rotura del papel esmeril o del paño durante el pulimiento. Por esta razón es preferible que las probetas sean redondas o al menos que no tengan ángulos y cantos vivos. (Sturla, 1951).*

Las primeras etapas de lijado se realizan con papel de lija con tamaño de granos 120 y 240 respectivamente, su objetivo es obtener una superficie plana, libre de toda distorsión o huellas producto del corte, y además lograr que todas las marcas del lijado sigan una misma dirección.

El final de esta etapa y de cada una de las etapas posteriores de lijado, queda determinado por la desaparición total de las rayas producidas por el papel inmediatamente anterior. Para reconocer fácilmente esta situación, la muestra se gira levemente 90° en torno a su eje vertical, de tal forma que las nuevas rayas sean perpendiculares a las anteriores.

Se debe lijar con suficiente refrigerante para mitigar el calor producido por el roce, cuidando no generar alteraciones en la superficie.

### **3.4.2. Lijado fino**

Se e realiza semejante al anterior, con la diferencia que esta vez el proceso se inicia con lija de tamaño de granos 320 y de ésta hacia adelante.

Cada vez que se cambia de lija se opera de la forma descrita anteriormente, a fin de obtener nuevas rayas perpendiculares a las anteriores. Cuando la observación visual de la muestra solo tiene rayas producidas por la última lija empleada y las anteriores se han eliminado totalmente, se procede al pulido de la muestra.

### **3.5. Etapa de pulido**

El objetivo del pulido es eliminar por completo las rayas producidas por la última etapa de lijado. El éxito y el tiempo empleado en esta operación

dependen del cuidado con que se haya realizado el lijado. Por ejemplo, si una muestra tiene rayas profundas y gruesas que no fueron eliminadas en la última etapa de lijado difícilmente se eliminarán en esta etapa.

### **3.5.1. Pulido inicial**

Se realiza en un plato cubierto por un paño especial, además se añade partículas abrasivas para obtener un mejor resultado.

### **3.5.2. Pulido final**

Debe eliminar todas las rayas producidas anteriormente dejando una superficie uniforme.

Es recomendable aplicar a la muestra una presión moderada y moverla constantemente del centro a la periferia del disco. Al final de la operación se gira en sentido contrario al de rotación del disco, de esta manera se modifica continuamente la dirección de pulido y evita la formación de colas de cometa, inevitables cuando se pule en una sola dirección y que generalmente arrancan las inclusiones, se erosiona el metal adyacente y aparecen picaduras y huecos dejados por dichas inclusiones.

El pulido se detiene cuando la muestra no presenta rayas ni colas de cometas al observarla en el microscopio con 100 aumentos. Este primer análisis debe mostrar únicamente inclusiones e imperfecciones del material. Si las rayas aún existen, es recomendable realizar todo el proceso nuevamente.

En ambas operaciones de pulido se debe utilizar abrasivos, los usados con frecuencia son la pasta de diamante, óxido de cromo y óxido de magnesio. Siendo la alumina (óxido de aluminio) el más satisfactorio y universalmente usado y que presenta los mejores resultados en el pulido final.

### **3.5.3. Paños para pulido**

La textura superficial de los paños de pulir varía desde la que no tienen pelo, como la seda natural y el tejido empleado para cubrir las alas de

aeroplanos, hasta aquellos con pelo relativamente largo, como el terciopelo y la pana, que son de aplicación muy general.

Dentro de los más comunes y utilizados, se encuentran los paños de mesa de billar, paños de lana de distintas finuras y lonas de diferentes pesos.

La selección del paño de pulir, depende del material a pulir y el propósito al cual este destinado el estudio metalográfico.

El anexo 1 y anexo 2 da a conocer diversos tipos para lijado y pulido ofrecidos por Buehler y Struers, respectivamente.

### **3.6. Ataque de las muestras para su examen microscópico**

Consiste en atacar la superficie ya pulida con algún reactivo químico, su objetivo es hacer visibles las características estructurales de la muestra que se esta analizando, de tal manera que se pueda diferenciar con claridad su microestructura. La superficie se debe protegerse de la oxidación y efectos atmosféricos que pudiesen afectarles.

Para determinar el tipo de reactivo se debe tener en consideración el material y la finalidad que se busca. El anexo 3 da a conocer una tabla para reconocer el tipo de reactivo a utilizar.

### **3.7. La nueva tecnología**

En la actualidad la tecnología trabaja día a día para facilitar el trabajo al hombre.

Struers y Buehler son dos grandes distribuidores de equipos para preparación de muestras, cada uno ofrece una variedad extensa de equipos automáticos y semiautomáticos.

Struers, por ejemplo, recientemente lanzo al mercado la línea Citopres. Dentro de sus principales cualidades, este equipo incorpora un sistema de dosificación totalmente automático que permite programar la cantidad de resina a utilizar disminuyendo las perdidas por mala dosificación, proporcionando tiempos más cortos y facilidad en el montaje. Por otro lado, el Pronto Press

corresponde a una línea poco mas antigua sin embargo ofrece un excelente diseño. Reduce el consumo de energía y su eficiencia en comparación con prensas convencionales se ha incrementado en un 100%, reduciendo significativamente la energía necesaria para realizar el montaje, una ventaja que ofrecen los equipos con más de una cámara de montaje.



**Fig. 3.6.** Equipos para montaje en caliente Struers, ([www.struers.com](http://www.struers.com)).

Buehler, por su parte ofrece dentro de su amplia gama de equipos la SimpleMet, que se ilustra en la figura 3.7. Un equipo de montaje automático, con características muy similares a los Struers.



**Fig. 3.7.** Equipo para montaje en caliente Buehler, (Buehler, 2006).

Para lijado y pulido Struers presenta el LaboPol disponible con uno y dos platos. El LaboForce es una unidad independiente que se monta sobre el LaboPol y permite tomar las muestras y pulirlas, la gran ventaja de este sistema es que posee un dispositivo de avance micrométrico que permite regular la altura de pulido. Al igual que el anterior el LaboDoser es una unidad independiente que se acopla al Labopol y permite dosificar los productos de pulido.



**Fig. 3.8.** Equipo de pulido automático Struers, ([www.struers.com](http://www.struers.com)).

Buehler por su parte presenta el Ecomet 250, equipo con similares características a los Struers.



**Fig. 3.9.** Equipo de pulido automático Buehler, (Buehler, 2006).

Finalmente el modular automatic preparation system (MAPS), corresponde al más ambicioso proyecto en sistemas de preparación de muestras de Struers, conocido a la fecha. Corresponde a un sistema modular

para la preparación materialográfica completamente automática de cualquier número de muestras desde lijado plano, a limpieza y secado final.



**Fig. 3.10.** Equipos para preparación de muestras totalmente automático de Struers , ([www.struers.com](http://www.struers.com)).

Buehler, por su parte también ofrece un equipo con características similares al Struers.



**Fig. 3.11.** Equipo para preparación de muestras totalmente automático Buehler, (Buehler, 2006).

## CAPITULO IV

### Preparación de muestras para TEM

La preparación de muestras para TEM requiere de técnicas especiales. El objetivo es lograr láminas muy delgadas, de tal manera de hacerlas transparentes al paso de electrones.

La preparación de láminas delgadas para observación mediante TEM esta dividida en dos etapas, la primera de ellas es un adelgazamiento mecánico y luego un adelgazamiento más fino hasta lograr espesores por debajo de  $1\mu m$ .

#### 4.1. Adelgazamiento inicial

El adelgazamiento mecánico se realiza siguiendo gran parte de los pasos mencionados en la preparación de muestras metalográficas. Para este caso, el objetivo principal es convertir la muestra en una lámina lo mas delgada posible.

#### 4.2. Adelgazamiento final

Existen dos métodos de adelgazamiento final para láminas que van a ser observadas en TEM, el adelgazamiento iónico y pulido electrolítico o electropulido.

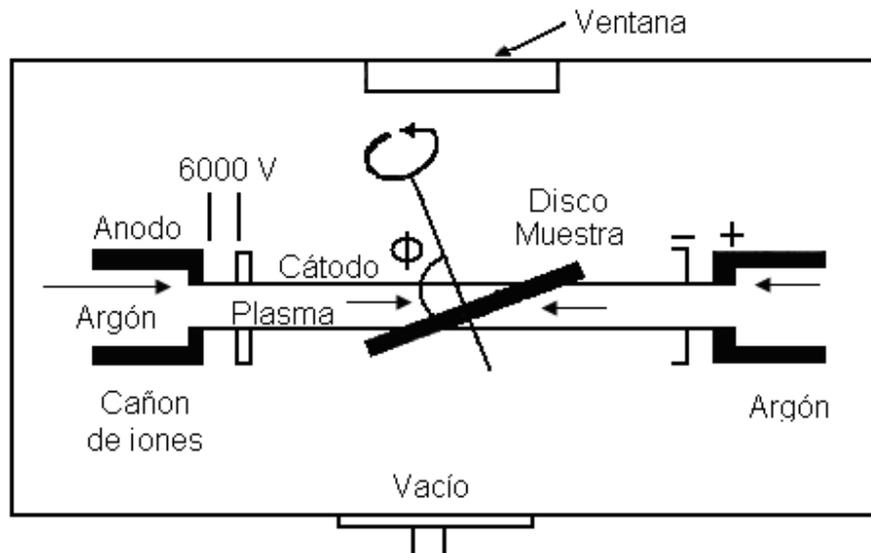
*El espesor de la zona de observación no debe ser mucho mayor de  $2000\text{Å}$  si queremos que una fracción considerable de los electrones del haz pueda atravesar la muestra y formar la imagen (o difracción), o incluso mucho más fina si queremos obtener imágenes de alta resolución. (Santamarta, 2001).*

##### 4.2.1. Adelgazamiento iónico

Esta técnica consiste en bombardear una muestra metálica con iones energéticos o átomos neutros, provocando erosiones en pequeñas cantidades en el material. La figura 4.1 ilustra el esquema del adelgazamiento iónico.

*Con esta técnica siempre tenemos una componente de penetración en el material añadida a la de adelgazamiento, aunque es posible minimizarla inclinando el plano del espécimen hacia la paralela del haz incidente. No obstante, aunque inclinaciones por debajo de 5° evitan adelgazamientos preferenciales, eso favorece otros efectos como la implantación iónica. Éste es un efecto imposible de evitar pero que se acentúa a bajos ángulos. La consecuencia es que la zona superficial queda alterada y, a menudo, dañada físicamente, de hecho la capa más superficial está a menudo amortizada. De la misma forma es importante recordar que esta técnica no se aleja demasiado de los principios de la deposición iónica, con lo que no es difícil encontrar parte de material “basura”, que ha sido desprendido y arrastrado de alguna parte, redepositado sobre la zona observable de la muestra.*

*Las variables principales que pueden afectar al proceso de adelgazamiento iónico son la masa, energía, carga y ángulo de incidencia por lo que respecta al haz de iones, mientras que la densidad de masa, la masa atómica, la cristalinidad y la estructura atómica, así como su orientación, por parte de la muestra. El Ar es un gas que se utiliza a menudo para bombardear ya que es inerte, pesado, y que no se encuentra de manera natural en la mayoría de las muestras. Aunque la penetración de iones grandes es menor, no se ha de olvidar que también el daño es mayor. Adicionalmente es aconsejable emplear dispositivos de enfriamiento, siempre que sea posible, para el pulido de cualquier material, ya que en caso contrario se pueden alcanzar temperaturas en torno a los 200 °C debido al bombardeo por parte del haz iónico. Además, el enfriamiento ayuda a reducir la contaminación y el daño superficial por medio de la reducción de la migración atómica. También resulta conveniente usar 2 haces iónicos y rotar la muestra para evitar así la tendencia a obtener una estructura superficial. (Santamarta, 2001).*



**Fig. 4.1.** Esquema de funcionamiento de un adelgazador iónico con doble cañón, (Santamarta, 2001).

#### 4.2.2. Pulido electrolítico

*Consiste en aplicar un cierto voltaje a la muestra, que está sumergida en una disolución anódica, de manera que la intensidad que la atraviesa provoque un efecto de pulido. (Santamarta, 2001)*

Es una técnica muy rápida y efectiva, no produce daños mecánicos a la muestra. Pero solo puede ser aplicado en muestras de buena conductividad eléctrica.

## CAPITULO V

### Técnicas de caracterización, microscopio metalográfico

El microscopio ha sido la herramientas mas potente en el estudio de la ciencia, ha llevado al hombre hacia una nueva dimensión permitiendo un sin fin de descubrimientos y ayudando en la evolución de los seres humanos.

Un microscopio es un instrumento que permite amplificar la imagen de un objeto pequeño. La palabra microscopio viene del griego que significa:

"mikro" = pequeño y "scopeō" = mirar

#### 5.1. Evolución del microscopio a través del tiempo

No se sabe con certeza quien lo creo, pero probablemente fue desarrollado a partir del telescopio fabricado por Galileo a inicio del siglo XVII.

A mediados del mismo siglo el holandés Anton Van Leeuwenhoek, construye el primer microscopio óptico, similar al que muestra la figura 5.1, éste estaba compuesto por una potente lente convexa y un soporte ajustable para colocar la muestra a estudiar.



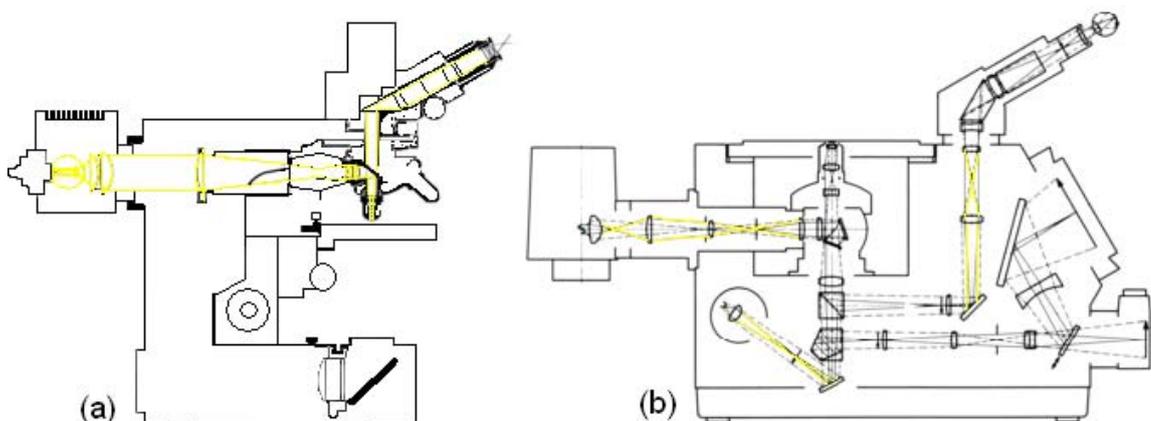
**Fig. 5.1.** Microscopio diseñado por Leeuwenhoek, (FEI Company 2004).

Durante el siglo XVIII continuó el progreso y se logra objetivos acromáticos por asociación de vidrios flint y crown. A principios del siglo XX se alcanza el límite teórico para microscopios ópticos, no consiguiendo aumentos superiores a 500X o 1.000X. En el año 1931 Max Knoll y Ernest Ruska

desarrolla el primer TEM que utilizaba un haz de electrones en lugar de luz, logrando aumentos aproximados de 100.000X. Mas tarde en 1942 fue desarrollado el SEM.

Actualmente existe gran variedad de microscopios destinados a aplicaciones específica, entre ellos el microscopio óptico de luz, el electrónico, el de sonda de barrido y el láser. Sin embargo es el microscopio óptico el más utilizado, debido a su fácil manejo y bajo costo de adquisición y operación. Por lo tanto, para el estudio de aceros y aleaciones el microscopio metalográfico sigue siendo la herramienta más usada. Éste permite obtener información de la microestructura, por ejemplo, tamaño del grano, y el tamaño, forma y distribución de fases e inclusiones, factores de gran influencia sobre las propiedades mecánicas de los metales.

Los microscopios de luz principalmente están compuestos de una parte mecánica, una fuente de iluminación y componentes ópticos, además se clasifican en verticales e invertidos, esta diferencia se refieren a la orientación de la trayectoria de la luz a la superficie de pulido de la muestra durante la observación. La figura 5.2 muestra la trayectoria que sigue la luz en un microscopio.



**Fig. 5.2.** (a) Microscopio de incidencia de luz vertical. (b) Microscopio de incidencia de luz invertido, (ASM international Handbook. Volumen 9, 2004).

## 5.2. Parte mecánica

Estos elementos sostienen los componentes ópticos y de iluminación, además permite los desplazamientos necesarios para el enfoque de la muestra.

Pie, corresponde a la base sobre la que se apoya el microscopio.

Tubo, es el elemento de unión entre el ocular y el revolver.

Revólver, pieza giratoria en las cuales se atornillan los objetivos.

Columna, pieza que sostiene el tubo en su porción superior y por el extremo inferior se adapta al pie.

La platina, pieza en la cual se coloca la muestra a analizar.

Carro, dispositivo que permite diversos movimientos en un plano horizontal del microscopio.

El tornillo macrométrico, dispositivo que permite alejar a o acercar la muestra del lente a gran velocidad. Este movimiento permite un enfoque rápido de la muestra.

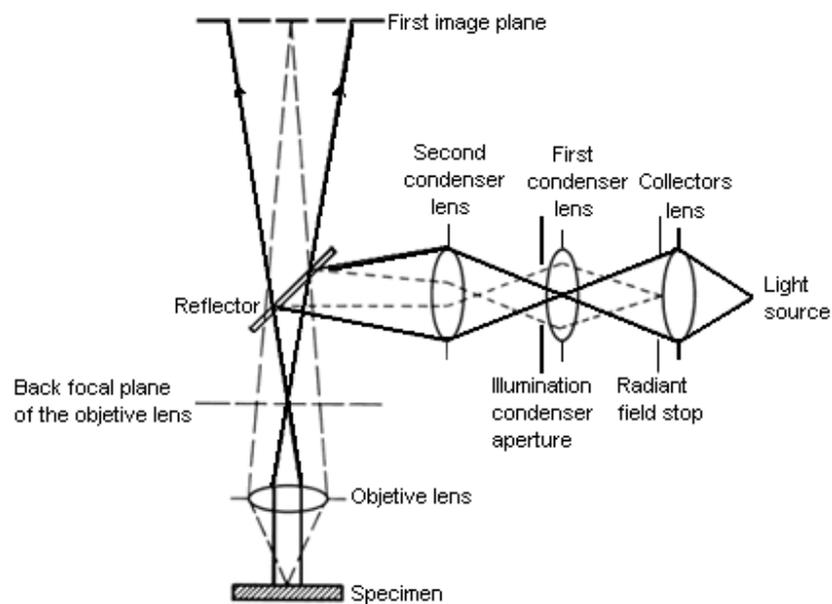
El tornillo micrométrico: dispositivo que permite alejar a o acercar la muestra del lente mediante el movimiento casi imperceptible. Este movimiento permite un enfoque exacto y nítido de la muestra

## 5.3. Sistema de iluminación

El sistema de iluminación para la microscopia de luz considera una fuente de luz, lentes, filtros, y diafragmas ubicados a lo largo de la trayectoria de la luz.

Un equipo metalúrgico se diferencia de uno biológico principalmente en la forma en que ilumina la muestra. Una muestra metalográfica es opaca a la luz, por ello debe ser iluminada por luz reflejada. Estas técnicas ópticas incluidas la iluminación de campo oscuro, la microscopia de luz polarizada, microscopia de contraste de fases y contraste de interferencia diferencial, utilizan el principio de iluminación de Köhler, ilustrado en la figura 5.3. Según el principio de Köhler, la lente colectora forma una imagen de la fuente de luz en la primera lente condensadora o en la abertura del condensador iluminado. La

segunda lente condensadora reproduce la imagen de la fuente de luz en el plano focal trasero de la lente objetiva después de la reflexión de luz en el reflector (cristal plano, espejo medio plateado, o prisma). De esta manera la superficie a visualizar se ilumina uniformemente. Las lentes condensadora y objetivo forma una imagen de campo radiante que se detiene en el plano superficial de la muestra.



**Fig. 5.3.** Principio de Iluminación de Köhler, (ASM international Handbook. Volumen 9, 2004).

### 5.3.1. Fuentes de luz

El sistema de iluminación debe ser capaz de iluminar uniformemente la muestra, además debe ser ajustable en intensidad, color, y polarización. Una forma muy utilizada para variar la intensidad de luz es controlando la cantidad de energía proporcionada a la lámpara.

Existe una gran variedad de sistemas de iluminación para microscopia de luz, por ejemplo las lámparas con filamento de tungsteno de bajo voltaje son muy utilizadas en microscopios de banco.

### **5.3.2. Trayectoria de la luz**

La lente colectora (condensador), es una lente ajustable, libre de aberración esférica y coma, se ubica delante de la fuente de luz para enfocarla hacia un punto deseado en la trayectoria óptica. Delante de esta lente se ubica un diafragma de campo, este tiene por objetivo minimizar el resplandor y reflexiones internas dentro del microscopio. El diafragma de campo se detiene al borde del campo visual, así que el tamaño del área iluminada se limita al campo observado para minimizar la luz externa.

Un segundo diafragma con abertura ajustable se ubica en la trayectoria de la luz antes del iluminador vertical. Al abrir o cerrar este diafragma se altera la cantidad de luz y el ángulo del cono de luz que entra a la lente objetiva. El ajuste óptimo para esta abertura varía con cada lente objetiva y tiene directa relación entre el contraste de la imagen, la resolución, y la profundidad del campo. Abriendo esta abertura incrementa la resolución de la imagen, pero reduce el contraste y viceversa.

### **5.3.3. Filtros**

Los filtros se utilizan para modificar la luz y con ello facilitar la observación, mejorar la microfotografía, o alterar el contraste.

#### **Filtros de densidad neutral**

Los filtros densidad neutral se utilizan para reducir uniformemente la intensidad de luz a través del espectro visible.

#### **Filtros selectivos**

Los filtros selectivos se utilizan para controlar el contraste de colores. Generalmente es necesario para una fiel reproducción del color en las imágenes, dependiendo de la fuente de luz usada y del tipo de película. Un filtro verde o verde-amarillo es muy usado para fotografías en blanco y negro, para reducir el efecto de defectos de la lente en la calidad de la imagen.

### **Filtros polarizados**

Los filtros polarizados se utilizan para producir luz polarizada plana (un filtro) o luz polarizada cruzada (dos filtros girados para producir extinción) para examinar materiales no cúbicos (cristalografía). Los materiales que son ópticamente anisotrópicos, por ejemplo muestras de berilio, circonio,  $\alpha$ -titanio, y uranio, se pueden examinar en condición polarizada cruzada sin ser atacadas con reactivos químicos.

### **5.4. Componentes ópticos**

Un microscopio está compuesto por lentes primarias amplificadoras y lentes secundarias, denominadas objetivos y oculares, respectivamente. Están separados por una distancia fija de tal forma que el primero se encuentra en el punto focal del segundo.

La muestra metalográfica se ubica alejada del punto focal frontal del objetivo, esto permite obtener una imagen primaria real. La distancia a la que se forma la imagen con relación siempre al objetivo, depende de la distancia focal de este elemento y de la distancia a que se encuentra el objeto con relación al punto focal frontal del objetivo. Si la imagen primaria producida por el objetivo se forma a una distancia apropiada, es posible que el ocular amplifique aún esa imagen en una cantidad proporcional a su aumento propio.

El objetivo es capaz, por sí mismo, de dar una imagen real del objeto, pero existen oculares como los Huygens, que participan en la formación de la imagen.

La lente frontal del ocular, forma un sistema con el objetivo para originar una imagen primaria en el foco de la lente de salida u ocular. Si la posición de esta imagen primaria es correcta, la lente ocular en unión con el sistema de lentes que forman el ojo humano, producen una imagen real en la retina. La imagen formada en la retina es derecha y no está invertida, pero debido a la forma con que responde el sistema nervioso a las excitaciones de la retina, el observador tiene la conciencia de que tal imagen es invertida y se encuentra

localizada en el espacio exterior y a cierta distancia del ojo. Esta imagen en el espacio, no existe realmente y se denomina imagen virtual.

#### **5.4.1. Objetivos**

Debido a su alto grado de influencia en la calidad de la imagen, es considerado el componente más importante del microscopio. Su finalidad es recoger de la muestra la mayor cantidad de luz como le sea posible y combinarla para producir la imagen. En microscopios de luz reflejada, el condensador (o la lente colectora) y la lente objetiva son idénticas.

Los objetivos se clasifican de acuerdo a la forma en que han sido corregidos sus errores de aberración. Principalmente se utilizan los acromáticos y los apocromáticos, y otros dos menos importantes, los semiapocromáticos y los monocromáticos.

#### **Objetivos apocromáticos**

Tienen el grado más alto de corrección, poseen una reducida distancia focal, mayor apertura numérica, generalmente mayor aumento propio, produciendo de esta manera excelentes resultados. Están corregidos cromáticamente para tres regiones del espectro rojo, verde y violeta y esféricamente para dos colores, verde y violeta. Para obtener su máximo rendimiento se debe usar con oculares compensador. Entrega muy buenos resultados al ser utilizado con luz blanca y también con luz verde-amarilla o azul, logradas por un filtro adecuado.

#### **Objetivos Acromáticos**

Son de alta calidad, están corregidos esféricamente para una región del espectro, verde y amarillo, y cromáticamente para dos colores, verde y rojo. Por ello que no pueden dar imágenes con relaciones correctas de color. Normalmente se les usa con luz filtrada de longitud de onda medias del espectro, verde-amarillo. Las imágenes con luz roja, azul o violeta son de

inferior calidad. Por lo tanto, los objetivos acromáticos no son convenientes para fotomicrografía de color, excepto en ampliaciones bajas.

### **Objetivos semiapocromáticos**

Los objetivos semiapocromáticos o también conocidos como objetivos de fluorita proporcionan un alto grado de corrección a la aberración esférica y cromática, por lo tanto, producen muy buenas imágenes.

#### **5.4.1.1. Propiedades de los objetivos**

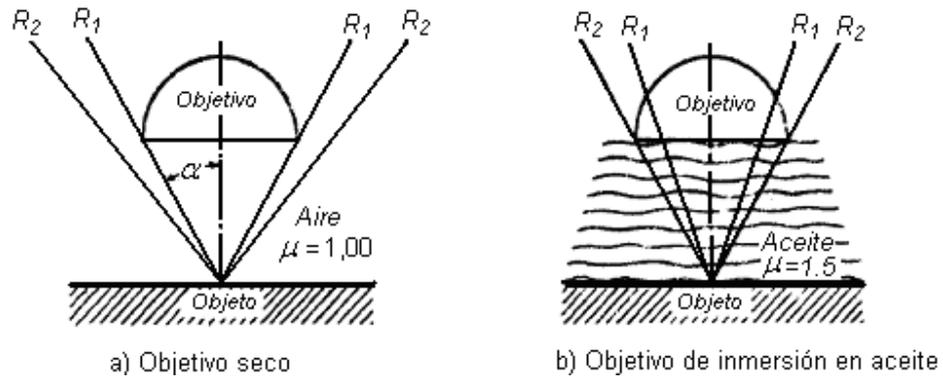
##### **Apertura numérica**

La apertura numérica del objetivo ( $NA$ ), es una medida de la capacidad de luz que recoge un objetivo. Matemáticamente expresa el cono sólido de luz que la lente condensadora arroja sobre la muestra y que capta el objetivo, se expresa según la ecuación 5.1. De su magnitud depende en gran medida la claridad de la imagen y la resolución de los detalles finos, es decir, cuanto mayor sea la apertura numérica de un objetivo mayor será su resolución. Sin embargo, para que se cumpla esta condición es necesario que  $NA$  de la lente condensadora sea igual o mayor que la  $NA$  del objetivo.

Existen objetivos diseñados para utilizarlos con una película de aceite entre la muestra y su lente delantera. Estos tienen un  $NA$  mas alta captando mayor cantidad de luz, y en consecuencia es posible visualizar pequeñas diferencias en la reflectividad de la muestra.

$$NA = \mu \sin \alpha \quad [5.1]$$

Donde  $\mu$ , es el índice de refracción mínimo del material que se encuentra entre la muestra y la lente, pudiendo ser aire o aceite y  $\alpha$  es el ángulo medio de los rayos de luz oblicuos que entran en la lente delantera del objetivo. Lo anterior se ve ilustrado en la figura 5.4.



**Fig. 5.4.** Comportamiento de la apertura numérica de un objetivo seco y otro de inmersión en aceite, (Ordóñez, s.f.)

### Aumentos

Cada objetivo posee un aumento propio característico. El aumento total depende de los aumentos propios del objetivo, ocular y la distancia que los separa. Todos los objetivos salvo aquellos que están corregidos para longitud infinita, están proyectados para una longitud determinada de tubo entre 160 ó 250mm aproximado.

El aumento inicial alcanzado en el examen visual de un objeto puede determinarse con aproximación aplicando la ecuación 5.2. Sin embargo, no incluye factores que influyan en la resolución, tales como el grado de corrección de los objetivos y de la agudeza visual del microscopista.

$$L = \frac{T}{f} p \quad [5.2]$$

Donde,  $T$  es la longitud del tubo del microscopio,  $f$  es la longitud del objetivo y  $p$  es la potencia de ampliación ocular.

### Poder de resolución

Corresponde a la distancia mínima ( $X_{\min.}$ ) que se distinguen claramente dos puntos como unidades separadas, depende principalmente de  $NA$  y de la longitud de onda de la luz empleada en la iluminación. Si toda la apertura del

objetivo queda bañada por la luz, el poder de resolución se puede expresar por según la ecuación 5.3.

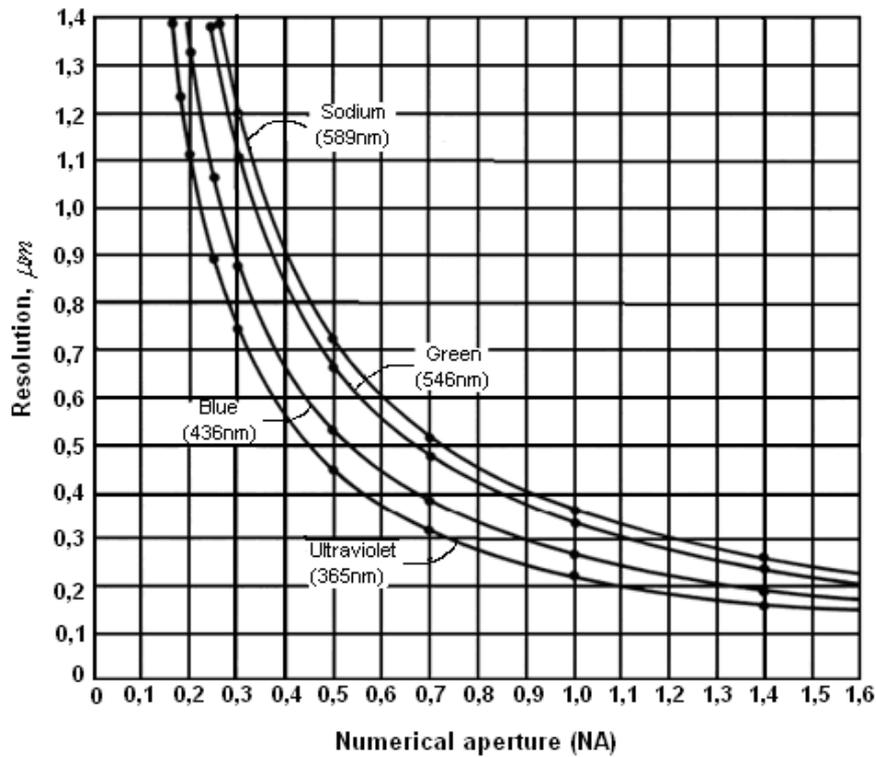
$$X_{\min} = \frac{\lambda}{2NA} = k\lambda = \frac{\lambda}{2\mu\text{sen}\alpha} \quad [5.3]$$

Donde,  $\lambda$  es la longitud de onda de la luz empleada y  $k$  es la constante de proporcionalidad relacionada con el grado de superposición de dos puntos para que puedan ser resueltos por el ojo humano.

$k = 0,5$  ó  $0,61$  (ASM international Handbook. Volumen 9, 2004)

Usando la ecuación [5.2], es posible determinar que el límite de resolución para un objetivo con un  $NA = 1,4$  es aproximadamente  $0,2\mu\text{m}$ . Para ver líneas o puntos con una separación de  $0,2\mu\text{m}$ , la ampliación requerida debe ser determinada dividiendo la capacidad de resolución del objetivo por la capacidad de resolución del ojo humano, las cuales son difícil de determinarse bajo las condiciones de observación.

Abbe utilizó un valor de  $0,3\text{mm}$  en una distancia  $250\text{mm}$ , esta es la distancia óptima para la visión del ojo. Para una luz con longitud de onda promedio de  $0,55\mu\text{m}$ , la ampliación requerida es 1100 veces el  $NA$  del objetivo. La figura 5.5 muestra la relación para  $k = 0,61$  y cuatro longitudes de onda de luz.



**Fig. 5.5.** Relación entre la resolución posible con un microscopio de luz incidente y el  $NA$  del lente objetivo, (Volumen 9 of the ASM, 2004)

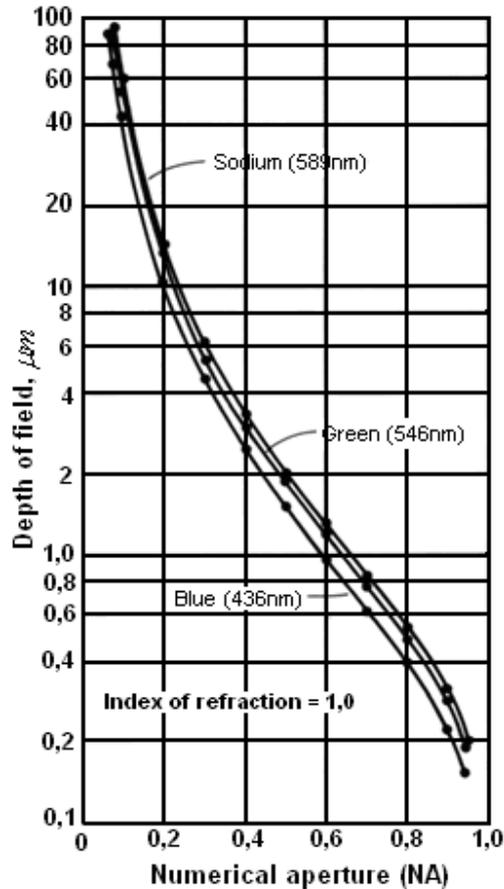
### Profundidad de campo o profundidad de foco

Es la distancia a lo largo del eje óptico en la cual los detalles de la imagen se observan nítidamente. Los factores que influyen en la resolución también afectan la profundidad del campo, pero en dirección opuesta. Por lo tanto, se debe alcanzar una relación entre estos dos parámetros, ésta se hace más complicada mientras aumenta la ampliación.

La profundidad del campo ( $T_f$ ), se puede expresar como lo indica la ecuación 5.4.

$$T_f = \frac{\lambda \sqrt{\mu^2 - NA^2}}{NA^2} \quad [5.4]$$

Mediante la ecuación 5.4 es posible afirmar que la profundidad de campo aumenta a medida que el  $NA$  disminuye y a medida que la longitud de onda de la luz utilizada aumenta, también lo hace la profundidad de campo (figura 5.6).



**Fig. 5.6.** Relación entre la profundidad de campo de la imagen producida, con el  $NA$  del objetivo y la longitud de onda de luz usada, (ASM international Handbook. Volumen 9, 2004).

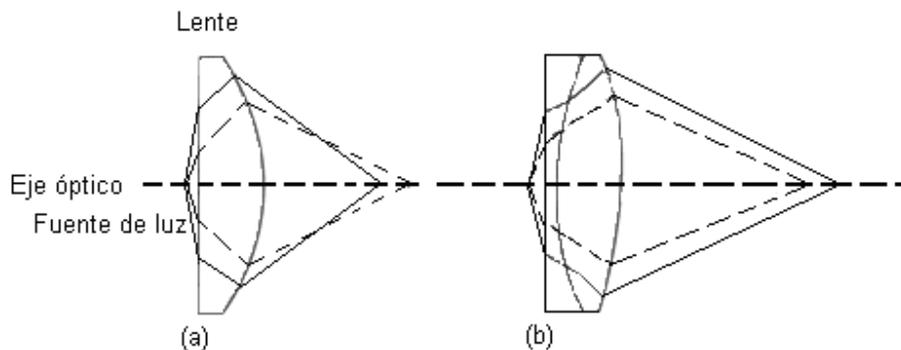
#### 5.4.1.2. Defectos en lentes

En un sistema óptico es imposible eliminar completamente los posibles errores, al reducirlos aumenta su complejidad y los costos. Los diversos tipos de aberraciones incluyen, aberración esférica, aberración cromática, astigmatismo, coma, distorsión, color lateral y la curvatura del campo.

### Aberración esférica

La aberración esférica se produce cuando la luz de un punto en el eje óptico se refracta con mayor intensidad en el centro o en la periferia de la lente, esto significa que el aumento que presenta la lente en el centro no es igual al de sus bordes, como muestra la figura 5.7a. En consecuencia, no hay una sola longitud focal para la lente y el resultado es un enfoque poco nítido. Este defecto puede reducirse usando una abertura que restrinja el uso de la parte central del objetivo, como muestra la figura 5.7b, aunque también el diseño de la lente puede corregir en parte este problema.

Por otro lado puede ser corregido mediante una lente compensadora, pero la corrección del lente es eficaz solo para una longitud de onda de color específico.



**Fig. 5.7.** Aberración esférica, (ASM international Handbook. Volumen 9, 2004).

### Aberración cromática

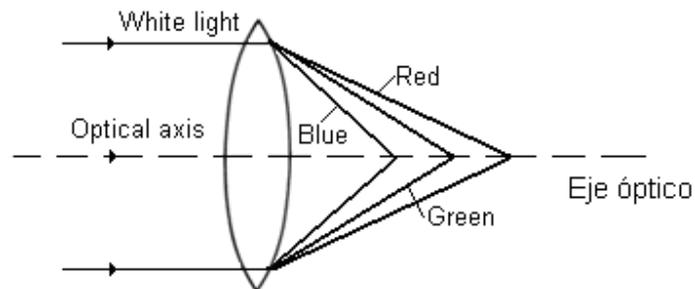
Se produce debido a que la longitud focal de la lente varía con el índice de refracción, es decir, cuanto más corta es la longitud de onda de la luz visible que los atraviesa, la imagen violeta o azul del foco, se produce más cerca de la cara de salida de la lente que la imagen roja, que depende de la longitud de onda de la luz, esto se traduce en que la distancia focal cambiará para diversos colores de luz. La separación de una imagen para cada longitud de onda presente es focalizada en diversas distancias de la lente, aberración cromática longitudinal ilustrada en la figura 5.8. Por otra parte, la ampliación varía con la

distancia focal, alterando el tamaño de la imagen, aberración cromática lateral, figura 5.9.

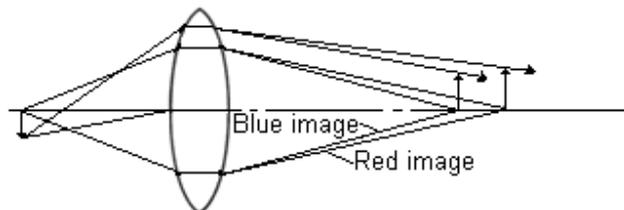
La aberración cromática provoca falta de nitidez, claridad y alrededor de la imagen aparecen halos coloreados. Este tipo de defecto es inevitable en una lente simple, pero puede ser corregida parcialmente en un sistema, tal como un objetivo, si sus lentes elementales están formados por vidrios ópticos distintos y de algunos minerales, cuyos poderes dispersivos y sus índices de refracción sean diferentes.

Los objetivos acromáticos están corregidos para dos regiones seleccionadas del espectro, generalmente el rojo y el verde.

Los apocromáticos están corregidos para tres regiones del espectro, generalmente rojo, verde y violeta.



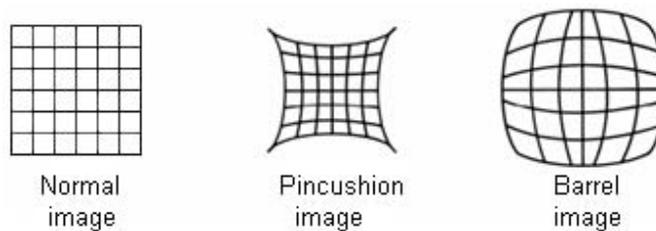
**Fig. 5.8.** Aberración cromática longitudinal, (Volume 9 of the ASM, 2004).



**Fig. 5.9.** Aberración cromática lateral, (ASM international Handbook. Volumen 9, 2004).

## Distorsión

Aberración de una lente que provoca que la imagen aparezca deformada a causa de un incremento o descenso gradual del aumento desde el centro hasta el contorno de una imagen, en consecuencia, las imágenes de líneas rectas aparecen curvadas. La figura 5.10 muestra la distorsión en una imagen causada por la curvatura de campo.



**Fig. 5.10.** Distorsión en una imagen, (Volume 9 of the ASM, 2004).

## Coma

Aberración que se produce debido a que los rayos que parten de puntos que están fuera del eje óptico no convergen, por ejemplo la imagen de un punto no aparece como un círculo diminuto, sino que puede hacerlo como un gráfico en forma de pera, carente de buena definición. Si la aberración de coma se produce en el centro del campo es posible deducir que el objetivo está dañado.

## Curvatura del campo

Este tipo de aberración produce una imagen curvada de un objeto plano, debido a que el centro y los límites de la imagen se enfocan a distancias distintas. Por lo tanto, cuando la parte central de la imagen está claramente enfocada los límites del campo parecen quedar fuera del foco, y viceversa.

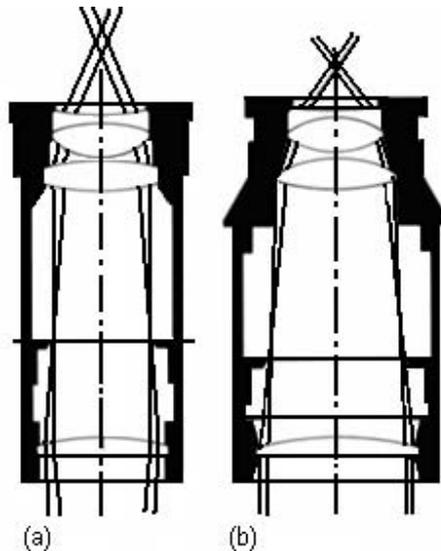
## Astigmatismo

Aberración de la lente por la que las líneas verticales y horizontales se enfocan en dos puntos distintos en el eje óptico. La imagen se define con claridad en algún lugar entre los dos puntos mencionados.

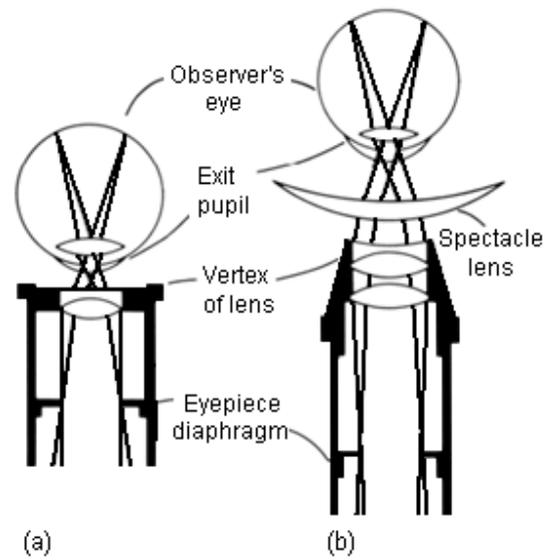
### 5.4.2. Ocular

Es un sistema de lentes cuya finalidad es aumentar la imagen primaria producida por el objetivo y hacerla visible como imagen virtual o proyectada como real, como sucede en fotomicrografías, generalmente a 250mm del ojo, (ASM international Handbook. Volumen 9, 2004).

El ocular de campo amplio tiene un campo visual ancho y una distancia focal, se usa con pocos aumentos generalmente para examinar secciones amplias de la muestra. El ocular estándar tiene un campo visual de 24mm de diámetro; los oculares de campo amplio para objetivos planos tienen un campo visual de 30mm de diámetro, la figura 5.11 muestra el esquema de un ocular.



**Fig. 5.11.** (a) Ocular de campo visual estándar (24mm). (b) Ocular de campo amplio (30mm), (ASM international Handbook. Volumen 9, 2004).



**Fig. 5.12.** (a) Ocular estándar. (b) Ocular de alto punto, (ASM international Handbook. Volumen 9, 2004).

La ampliación total del microscopio se obtiene multiplicando la ampliación máxima del objetivo ( $M_o$ ) por la ampliación máxima del ocular ( $M_e$ ). Si se utiliza un sistema de acercamiento o un fuelle, la ampliación se altera.

## CAPITULO VI

### Técnicas de caracterización, microscopia electrónica

Gran parte de las nuevas tecnologías que se desarrollan y que se insertan en el mercado actual, están basadas en componentes nanoestructurados.

Se habla de materiales nanométricos al tratar dimensiones menores a 100nm, al contrario de materiales convencionales tienen un tamaño de grano entre mil y cien veces más pequeños, lo anterior se traduce en un significativo aumento en la fracción de intercaras y fronteras de grano por volumen. Esta característica influye principalmente en las propiedades físicas y químicas del material.

Por lo tanto los avances tecnológicos inevitablemente requieren de adelantos principalmente en el manejo, síntesis, caracterización y modelado de materiales de escala nanométrica.

#### 6.1. Microscopio electrónico de transmisión

En el capítulo anterior se menciona que la potencia para aumentar una imagen en un microscopio óptico está limitada no solo por la calidad de los lentes, sino también por la longitud de onda de luz que se utiliza para iluminar la muestra.

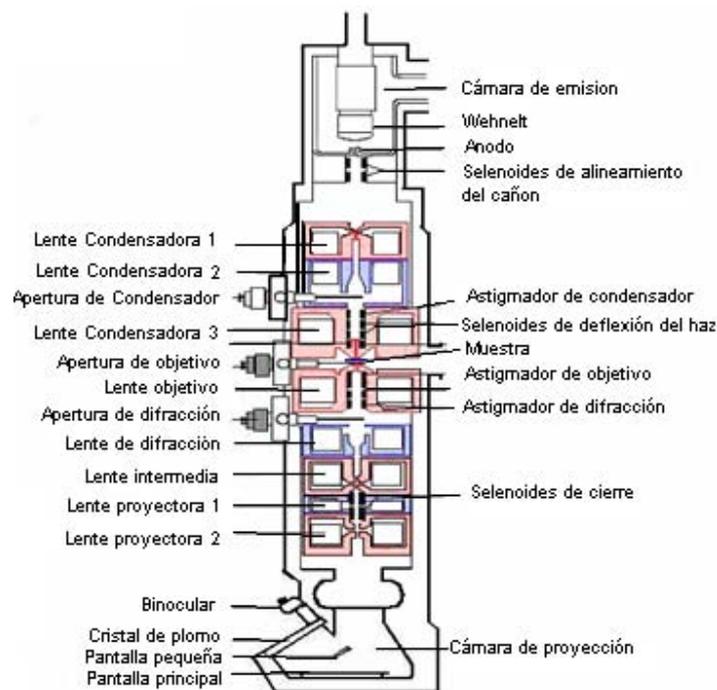
Para muchos propósitos, es conveniente pensar en luz como radiación electromagnética con una longitud de onda  $\lambda$  y en electrones como partículas subatómicas. Ambos tipos de descripción (onda y partícula) se aplican a la luz y a los electrones, de esta manera, la luz se puede describir en términos de fotones o como radiación de longitud de onda de unos 400 a 700nm, mientras que los electrones también pueden ser considerados como radiación con longitudes de onda, útiles en microscopia aproximadamente entre 0.001 y 0.01nm.

En gran parte la óptica electrónica se asemeja a la óptica de luz, la gran diferencia entre electrones y luz, viene dada por sus longitudes de onda. Como consecuencia de esto, TEM adquiere propiedades muy favorables para la investigación.

TEM utiliza un haz de electrones que incide sobre una muestra y de la interacción de éstos con los átomos de esta muestra, surgen señales que son captadas por detectores o bien, proyectadas directamente sobre una pantalla.

### 6.1.1. Componentes de TEM

El sistema óptico-electrónico de TEM está constituido principalmente por un cañón de electrones, lentes magnéticas, sistema de vacío, sistema de visualización o pantalla fluorescente y un sistema de registro. Figura 6.1.

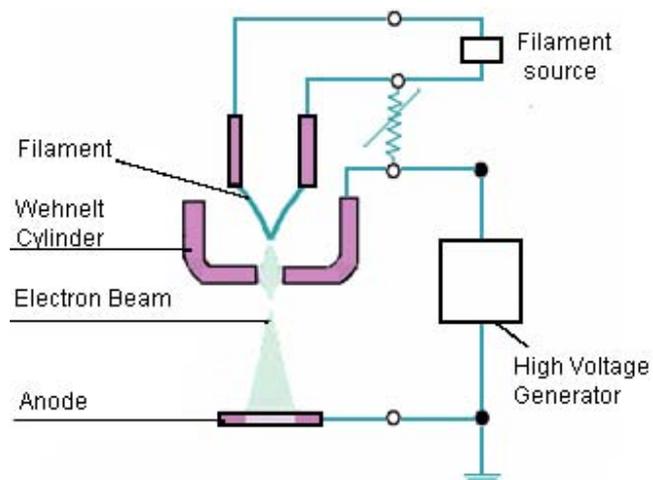


**Fig. 6.1.** Partes de un microscopio electrónico, (Rosado, 2006)

### Cañón de electrones

Corresponde a la fuente emisora de electrones, se ubica en la parte superior de la columna. Esta constituido por un filamento (cátodo), un cilindro con una apertura central llamado cilindro de Wehnelt que rodea al filamento y tiene un potencial ligeramente más negativo que éste. En la parte inferior el cilindro de Wehnelt se ubica el ánodo.

El filamento, generalmente de tungsteno, se calienta hasta unos 2700°C. producto del paso de la corriente. Al crearse una gran diferencia de potencial positivo entre el cátodo y ánodo, los electrones son extraídos y acelerados hacia el ánodo pasando por la apertura circular central de éste, de esta forma un haz de alta energía es emitido hacia la columna del microscopio. Figura 6.2.



**Fig. 6.2.** Esquema corte transversal del cañón de electrones en un TEM, (FEI Company 2004).

### Sistema óptico

El sistema de lentes esta formado por lentes condensadora, lente objetivo, lente intermedia y lente proyectoras.

Las lentes condensadoras principalmente limitan, controlan el diámetro y ángulo de convergencia del haz que incide sobre la muestra y todo lo necesario para obtener una muy buena iluminación sobre ésta.

La lente objetivo esta ubicada ligeramente debajo de la muestra, y ésta forma la primera imagen. Es considerada el componente más importante del microscopio electrónico, ya que cualquier defecto será magnificado y transmitido al resto del sistema. Por lo tanto, de ésta depende en gran medida la resolución final.

Las lentes intermedia y proyectora son las encargadas de amplificar la imagen proveniente de la lente objetivo y finalmente proyectarla en la pantalla fluorescente.

### **Sistema de visualización y registro**

Corresponde a una pantalla fluorescente recubierta por pintura de fluoruros de Zn y Cd, que fluoresce cuando es bombardeada por electrones, generando una imagen en el rango de las longitudes de onda visible.

Los electrones tienen un comportamiento semejante a la influencia de la luz sobre el material fotográfico, este principio es utilizado para registrar las imágenes, para ello es necesario sustituir la pantalla fluorescente por una película fotográfica ubicada en la parte inferior de ésta. La mayoría de los equipos poseen cámaras que permiten grabar imágenes digitales y fenómenos dinámicos, información adecuada para procesamiento y análisis posteriores.

### **Sistema de vacío**

Se debe mantener un vacío total en el interior del microscopio, desde el cañón de electrones hasta la pantalla fluorescente, incluyendo la cámara fotográfica. De lo contrario, los electrones serían desviados o detenidos por moléculas de aire existentes en la columna, dada la escasa energía cinética de estos. Lo ideal para TEM sería remover todo el aire de la columna, pero esto es imposible. Además los electrones solo se comportan semejantes a la luz al ser manipulados en vacío.

Otra importante razón de mantener un alto vacío, es que de esta forma se puede incrementar la vida útil del filamento, de lo contrario puede sufrir

oxidación reduciendo significativamente su vida útil y afectando su capacidad para emitir electrones.

Cabe mencionar que el vacío más elevado se encuentra alrededor de la muestra y del cañón de electrones, mientras la cámara de proyección y el sitio en donde se ubica la cámara fotográfica, generalmente se encuentran a un vacío menor.

### 6.1.2. Resolución en TEM

La resolución se puede definir como la distancia más cercana entre dos puntos que se puedan ver claramente a través del microscopio como entidades separadas. Por lo tanto, una lente ideal debe tomar cada punto de un objeto y representarlos exactamente como puntos en una imagen.

Rayleigh propuso un criterio que funciona en la gran mayoría de los casos y se ha utilizado extensivamente desde entonces.

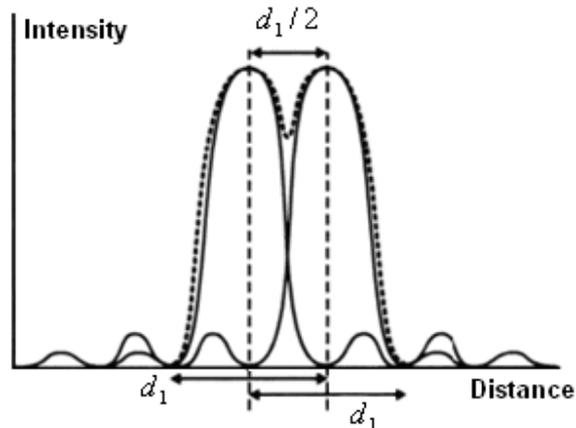
El criterio de Rayleigh dice que cuando el máximo de intensidad de un disco Airy coincide con el primer mínimo del segundo, entonces en ese instante se puede distinguir dos puntos. Este principio se da a conocer mediante la figura 6.3, en la cual las distribuciones de intensidad de cada uno de los agujeros de alfiler se demuestran por separado con líneas llenas; el perfil combinado de los dos agujeros de alfiler que actúan junto se muestra con línea punteada.

De este principio es posible determinar el límite de la resolución como  $d_1/2$ .

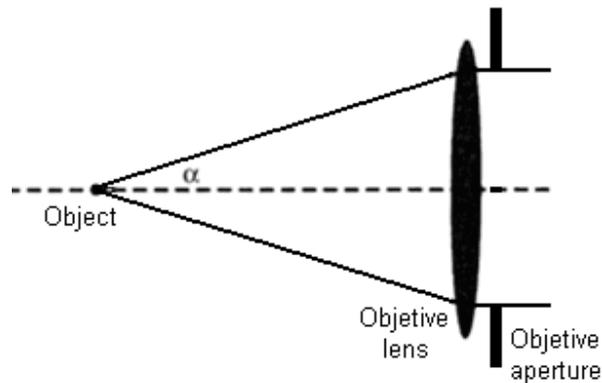
Las aberturas del microscopio se refieren normalmente en términos del semi-ángulo  $\alpha$ , (Figura 6.4). De aquí es posible derivar la teoría de difracción como la siguiente relación:

$$r_1 = \frac{d_1}{2} = \frac{0,61\lambda}{\mu \text{sen} \alpha} \quad [6.1]$$

Donde,  $\lambda$  es la longitud de onda de la luz,  $\mu$  es el índice de refracción del medio entre el objeto y la lente objetiva y  $\alpha$  corresponde a la apertura semiangular de la lente. Pero notar que,  $\mu \text{sen} \alpha$  corresponde a la apertura numérica ( $NA$ ) de la lente.



**Fig.6.3.** Intensidad de los anillos Airy a partir de dos agujeros de alfiler vecinos, (ASM international Handbook. Volumen 9, 2004).



**Fig. 6.4.** Definición del semi-ángulo  $\alpha$ , (ASM international Handbook. Volumen 9, 2004).

Debido a que las lentes en un microscopio electrónico son campos magnéticos, hay un cambio insignificante en el índice de refracción pues los electrones pasan a través de cada una de estas lentes. Por lo tanto, para cálculos de la óptica electrónica puede asumir  $\mu = 1$ . Además, el ángulo con el

cual los rayos necesitan ser desviados generalmente son muy pequeños, y la aproximación  $\sin \alpha = \tan \alpha = \alpha$  en radianes, ver figura 6.4. Para TEM generalmente  $\alpha = 0.1rad$  a un grado muy alto de exactitud.

Por lo tanto, la resolución teórica del microscopio electrónico libre de todo tipo de aberración, se puede escribir como:

$$r_1 = \frac{0,61\lambda}{\alpha} \quad [6.2]$$

Según la ecuación [6.2], para aumentar el poder de resolución, se debe reducir  $\lambda$  o aumentar  $\alpha$ .

Según el capítulo anterior, mediante óptica de inmersión en aceite ( $\mu = 1,5$ ), el  $\sin \alpha = 0,87$ , y luz violeta ( $\lambda = 400nm$ ), la resolución teórica asciende a los  $0,2\mu m$ .

Por lo tanto la única forma de mejorar la resolución es utilizar un tipo de luz con una longitud de onda más pequeña puesto que  $NA$  no se puede aumentar más allá de  $\sim 1,5$ .

### **Longitud de onda**

*En los años veintes se descubrió que los electrones acelerados, se comportan en el vacío como la luz. Viajan en línea recta y tiene una longitud de onda que es unas 100.000 veces más pequeña que la luz. Además se encontró que los campos eléctricos y magnéticos tienen el mismo efecto sobre los electrones que el que tienen las lentes de los espejos de vidrio sobre la luz visible, (FEI Company 2004).*

La relación entre la longitud de onda  $\lambda$ , de una partícula de masa  $m$ , moviéndose a una velocidad  $v$ , esta dada por la ecuación DeBroglie.

$$\lambda = \frac{h}{mv} \quad [6.3]$$

Donde,  $h$  es la constante de Plank,  $h \approx 6,626 \times 10^{-34} \text{ Joule} \cdot \text{segundos}$

Además un electrón de carga ( $e$ ), y masa ( $m$ ), al pasar a través de una diferencia de potencial de  $V$  tiene una energía cinética igual a:

$$\frac{1}{2}mv^2 = eV \quad [6.4]$$

Donde,  $e$  es la carga del electrón ( $e = 1,6 \times 10^{-19} \text{ Coulomb}$ ),  $m$  es la masa del electrón ( $m = 9,11 \times 10^{-28} \text{ gramos}$ ) y  $V$  el voltaje acelerador de los electrones, expresados en *joules / coulomb*

De [6.4] se obtiene  $v$

$$v = \sqrt{\frac{2eV}{m}} \quad [6.5]$$

Reemplazando [6.5] en [6.3] la longitud de onda queda expresada en términos de masa, carga y voltaje de aceleración, como lo muestra la ecuación 6.6.

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2meV}} \quad [6.6]$$

El cuadro 6.1 muestra como se comporta idealmente  $\lambda$  respecto a  $V$ .

**Tabla 6.1.** Comportamiento de  $\lambda$  con respecto a  $V$ .

$V$ (KeV)	$\lambda$ nm	$v$ ( $10^3$ km/s)	$v/v_{vacío}$
10	0,0123	59,2673	0,1976
50	0,0055	132,5259	0,4418
100	0,0039	187,4199	0,6247
200	0,0027	265,0518	0,8835

Según [6.6]  $\lambda$  es inversamente proporcional a  $V$ , es decir, a medida que se aumenta la cantidad de voltaje, la longitud de onda disminuye.

Ejemplo, para 100KeV los electrones tendrán un  $\lambda = 0,0039nm$ . Al reemplazar estos valores en [6.2], entrega la resolución teórica, libre de toda aberración para estas condiciones de voltaje.

$$r_1 = \frac{0,61 \times 0,0039}{0,1} nm$$

$$r_1 = 0,024nm$$

La resolución teórica aproximada de  $0.02nm$ , es incluso menor al diámetro de un átomo. Sin embargo, debido a las aberraciones de las lentes no es posible obtener dicha resolución.

### 6.1.3. Aberraciones

La proyección de imagen No-ideal es causada por imperfecciones en la geometría de los campos que refractan y también por las características inherentes en la radiación (electrones) usadas para formar imágenes.

Al igual que las lentes electrostáticas, las lentes magnéticas sufren defectos producto de algún tipo de aberración. Éstos incluyen la aberración esférica, la distorsión, la curvatura del campo, el astigmatismo, y el coma.

Debido al efecto de rotación de campos magnéticos en electrones, las lentes magnéticas además sufren distorsión anisotrópica, astigmatismo anisotrópico y de coma anisotrópica. Además, otros factores que pueden dar

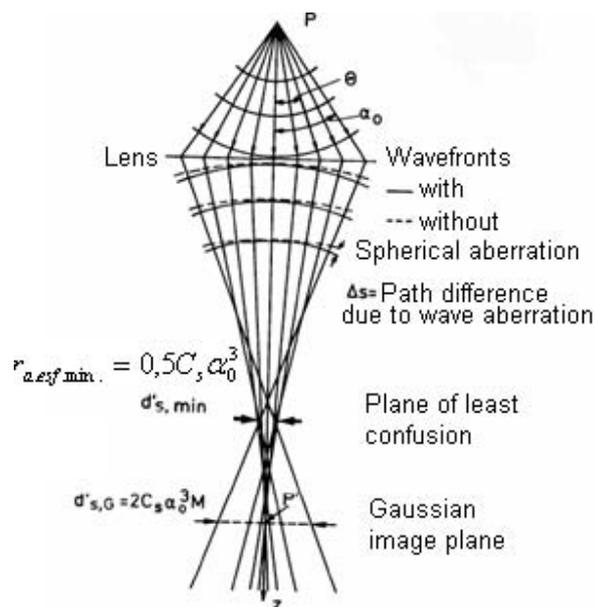
lugar a defectos de la imagen incluyen la aberración cromática y aberración cromática rotatoria.

Este tipo de defectos se pueden predecir por argumentos teóricos, sin embargo, en la práctica, las lentes reales también sufren otros defectos en la imagen como resultado de imperfecciones en alineación de las lentes en el instrumento, distorsiones debido a los campos perdidos, entre otros.

### Aberración esférica

La aberración esférica constituye uno de los factores principales que limitan la resolución en TEM. Es causado por el campo de la lente que actúa de manera no homogénea sobre los rayos alejados del eje óptico. Mientras mayor es la distancia a la que se encuentra un electrón con respecto al eje, mayor es la fuerza de enfoque hacia el eje. Como consecuencia un objeto punto se convierte en un disco en la imagen

Puesto que las lentes electromagnéticas son siempre convergentes, no es posible reducir los efectos de errores en la imagen con combinaciones de lentes positivas y negativas con diversos índices refractivos al igual que en un sistema óptico.



**Fig.6.5.** Aberración esférica, principal factor limitante de TEM.

La ecuación 6.7 da a conocer el límite de resolución de TEM, incluyendo la aberración esférica.

$$r_{a.esf.} = \frac{C_s \cdot \alpha^3}{2} \quad [6.7]$$

Donde,  $C_s$  corresponde al coeficiente de aberración esférica.

El cuadro 6.2 presenta valores para estimar gráficamente como influye  $C_s$  en la resolución,  $\alpha$  (en radianes).

**Tabla 6.2.** Límite de resolución debido a la aberración esférica.  $r_{a.esf.}$  (nm)

$C_s$ (mm)	$\alpha = 10^{-1}$	$\alpha = 10^{-2}$	$\alpha = 10^{-3}$	$\alpha = 5 \times 10^{-3}$
0,5	250	0,250	0,00025	0,0313
0,6	300	0,300	000030	0,0375
0,8	400	0,400	0,00040	0,0500
1,0	500	0,500	0,00050	0,0625
1,5	750	0,750	0,00075	0,0938
2,0	1000	1,000	0,00100	0,1250

De esta manera, en ausencia de otros tipos de aberraciones u otros factores (por ejemplo, efectos de la difracción), la resolución puede mejorarse notablemente reduciendo la aberración esférica. Lo anterior es posible lograrlo limitando eficazmente la abertura de la lente objetiva, usando una abertura objetiva pequeña o un haz electrónico altamente enfocado.

Sin embargo, se ha demostrado que a medida que  $\alpha$  disminuye, la resolución es limitada por los efectos de difracción.

Usando los mismos valores asignados a  $\alpha$  en el cuadro 6.2 y según el criterio de Rayleigh, la ecuación 6.1 se estima la resolución.

Resolución limitada por difracción, (criterios de Rayleigh;  $\lambda = 0,0037nm$  para electrones 100kV).

$$r_1 = \frac{d_1}{2} = \frac{0,61\lambda}{\mu \sin \alpha}$$

**Tabla 6.3.** Resolución limitada por la difracción

$\alpha$	$r_1 (nm)$
0,100	0,0238
0,010	0,2380
0,001	2,3790
0,005	0,4760

Luego la abertura óptima,  $\alpha_{opt.}$ , se consigue al igualar las ecuaciones 6.1 y 6.7.

$$\frac{C_s \alpha^3}{2} = \frac{0,61\lambda}{\mu \text{sen} \alpha} \quad [6.8]$$

Donde,  $\text{sen} \alpha = \alpha$  para  $\alpha$  es muy pequeña y  $\mu = 1,0$  para el vacío.

De [6.8] se obtiene  $\alpha_{opt.}$

$$\alpha_{opt.} = \left( \frac{1,22\lambda}{C_s} \right)^{1/4} \quad [6.9]$$

Reemplazando [6.9] en [6.7], el límite de resolución está dado por

$$r_{lim} = 0,58 \times C_s^{1/4} \lambda^{3/4} \quad [6.10]$$

El cuadro 6.4 presenta el cálculo de  $\alpha_{opt.}$  (radianes) y  $r_{lim.}$  (nm), considerando  $C_s$ .

**Tabla 6.4.** Abertura óptima y límite de resolución considerando  $C_s$ 

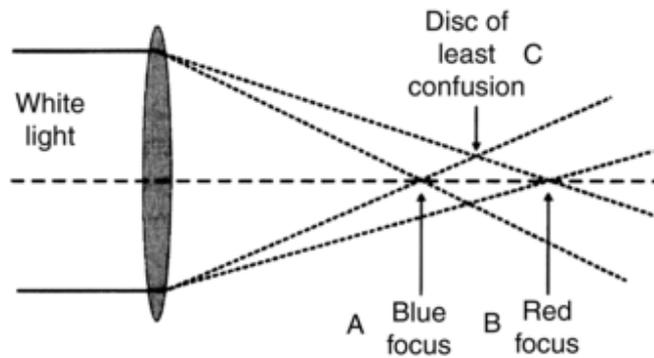
$C_s$ (mm)	$\alpha_{opt.}$ (radianes)	$r_{lim.}$ (nm)
0,5	$9,88 \times 10^{-3}$	0,241
0,6	$9,44 \times 10^{-3}$	0,252
0,8	$8,78 \times 10^{-3}$	0,271
1,0	$8,31 \times 10^{-3}$	0,286
1,5	$7,50 \times 10^{-3}$	0,317
2.0	$6,98 \times 10^{-3}$	0,341

### Aberración cromática

La aberración cromática esta relacionada con la energía y longitud de onda de los electrones, debido a que el haz no es monocromático.

Producto de las variaciones de tensión, es posible que se produzcan perdidas de potencial, variando con ello la velocidad de los electrones emitidos por el cátodo, lo anterior da lugar a un haz electrónico no monocromático produciendo  $\lambda$  levemente diferentes, como lo muestra la figura 6.6. Como resultado se obtienen imágenes superpuestas con diferentes magnificaciones, es decir, imágenes borrosas.

Mientras que en un microscopio de luz las aberraciones cromáticas y acromáticas son posible corregirlas usando una adecuada combinación de lentes, al usar lentes magnética esta opción se hace muy difícil, por lo tanto, este tipo de aberración se pueden eliminar virtualmente usando electrones de una gama de longitudes de onda lo mas pequeña posible.



**Fig.6.6.** Ilustración de aberración cromática en un lente. La  $\lambda$  azul tiene un punto focal menor a  $\lambda$  roja, provocando un punto de confusión en C, (ASM international Handbook. Volumen 9, 2004).

### Astigmatismo

Es producido principalmente por un campo magnético no uniforme. Se presenta cuando el lente tiene diferentes distancias focales dependiendo del plano de viaje de los electrones. La falta de simetría rotacional del campo hace que aparezca este tipo de defecto. Lo anterior da como resultado imágenes alargadas hacia una dirección.

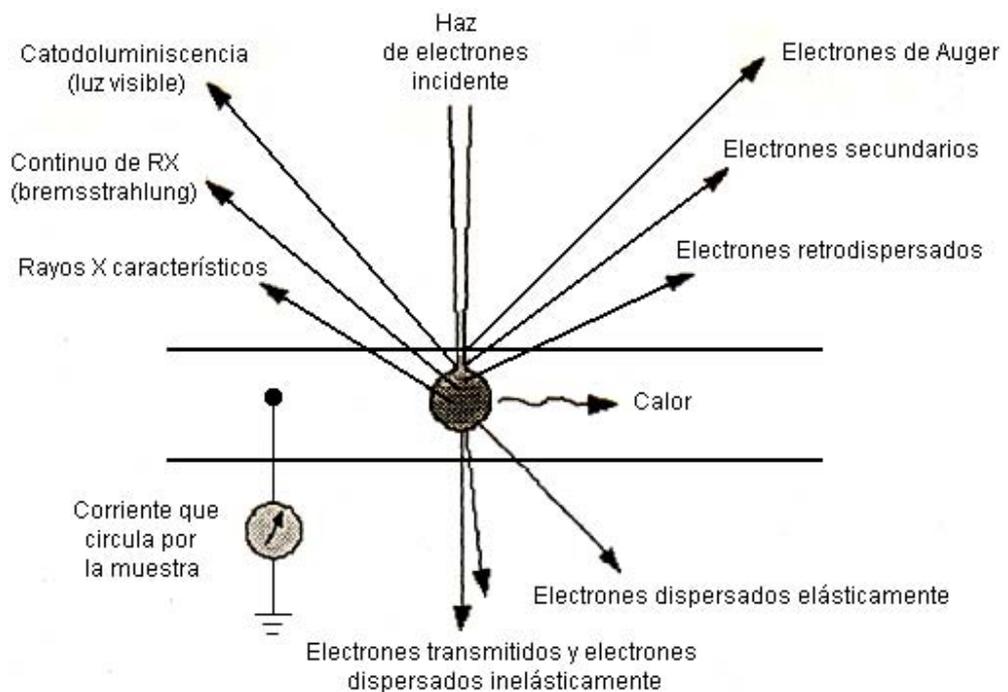
#### 6.1.4. Interacción de los electrones con la muestra

Como se ha mencionado, en TEM se bombardea una muestra muy delgada con un haz de electrones de densidad de corriente uniforme. Como se aprecia en la figura 6.7, parte de los electrones son transmitidos, otra parte son dispersados y otra parte da lugar a interacciones que producen distintos fenómenos como emisión de luz, electrones secundarios, electrones Auger, rayos X, etc. Cada una de estas señales puede emplearse para obtener información sobre la naturaleza de la muestra, es decir, morfología, composición, estructura cristalina, estructura electrónica, etc.

Para producir la transmisión de electrones a través de la muestra es necesario que ésta sea muy delgada, es decir, transparente a los electrones. Es recomendable utilizar muestras muy delgadas de no más de unos  $100nm$  de

espesor grosor ya que cuanto menor sea el espesor de la muestra mejor calidad de imágenes se puede obtener.

*Los electrones son fácilmente detenidos o desviados por la materia (un electrón es casi 2.000 veces mas pequeño y mas ligero que el átomo mas pequeño). Por ello es que el microscopio tiene que estar al vacío y por ello que los especímenes han de ser muy delgados para que puedan ser vistos con electrones. Típicamente, el espécimen no debe tener un grosor mayor de unos cientos de nanómetros, (FEI Company 2004).*



**Fig.6.7.** Interacción del haz de electrones con la muestra.

Al incidir el haz de electrones sobre la muestra, interactúa con ella y se producen diversos efectos que son captados y visualizados en función del equipo utilizado.

### **Electrones secundarios**

Se producen cuando un electrón del haz pasa muy cerca del núcleo de un átomo de la muestra, proporcionando la energía suficiente a uno o varios de los electrones interiores para *saltar* fuera de ésta. Están ubicados muy cerca de la superficie, por ello le es muy fácil escapar. Por lo anterior proporcionan una valiosa información topográfica de la muestra, y son los utilizados principalmente en SEM. Estos electrones poseen muy poca energía, generalmente debajo de los  $5eV$ .

### **Electrones retrodispersados**

Se producen cuando un electrón del haz choca frontalmente con el núcleo de un átomo de la muestra, siendo rebatido en sentido contrario fuera de ésta. La intensidad de dicho efecto varía proporcionalmente con el número atómico de la muestra. Por ello se utilizan para obtener un mapa con información sobre la composición superficial, también es muy utilizado en SEM.

### **Electrones Auger**

Al ser expulsado un electrón secundario, otro electrón del átomo más externo puede saltar hacia el interior para llenar este vacío. El exceso de energía provocado por este desplazamiento puede ser corregido emitiendo un nuevo electrón de la capa más externa. Estos son los llamados electrones Auger, y son utilizados para obtener información sobre la composición de pequeñas partes superficiales de la muestra.

### **Rayos X**

En lo descrito anteriormente, el exceso de energía también se puede balancear mediante la emisión de rayos X, éstos son característicos de cada elemento de la muestra. Se utilizan para obtener información sobre la composición de ésta. A diferencia de los electrones Auger de baja energía, los rayos X proporcionan información analítica de un volumen considerable de la muestra.

**Electrones transmitidos o no dispersados**

Son aquellos que atraviesan la muestra íntegramente sin interactuar con ella. Son inversamente proporcionales al espesor de la muestra y producen las zonas más claras o brillantes de la imagen de transmisión.

**Electrones dispersados elásticamente**

Corresponde a aquellos que son desviados de su trayectoria original por los átomos de la muestra sin perder energía, y posteriormente transmitidos a través de ella. En materiales cristalinos, estos electrones son desviados en un ángulo fijo que viene marcado por la longitud de onda del haz y la distancia entre los planos atómicos de la muestra (Ley de Bragg), proporcionando imágenes de difracción de electrones que revelan importantes detalles sobre la estructura espacial de los átomos en la muestra observada. La interferencia de estos electrones con los transmitidos aumenta dramáticamente el contraste y son esenciales para obtener imágenes de alta resolución.

**Electrones dispersados inelásticamente**

Aquellos que son desviados de su trayectoria original por los átomos de la muestra con pérdida de energía, siendo posteriormente transmitidos o bien dispersados nuevamente. Los que son dispersados por segunda vez elásticamente forman las llamadas líneas de Kikuchi, de gran importancia en el estudio de estructuras cristalinas. Estos electrones también son utilizados en espectroscopía de pérdida de energía de electrones (EELS), que proporciona información tanto de los elementos presentes en la muestra como de la naturaleza de sus enlaces.

**6.1.5. Formación de la imagen**

El cálculo de imágenes se traduce en calcular amplitudes de ondas electrónicas en el plano imagen, el plano focal de la lente objetivo y la superficie de salida de la muestra.

Generalmente es necesario dividir el cálculo en modelización de la estructura cristalina de la muestra, cálculo de la función de onda a la salida de la muestra y el cálculo de la misma función en el plano imagen tras imponer los efectos de la lente objetivo en la onda electrónica de la superficie de salida de la muestra.

En primera instancia se asemeja a lo que comúnmente se hace en óptica mediante la aproximación de Fresnel de la ecuación de la difracción de Rayleigh-Sommerfeld, en la que el objeto es reemplazado por un número infinito de fuentes puntuales secundarias que emiten ondas esféricas, con una amplitud compleja igual al producto del frente de ondas incidente por la transmitancia del objeto. Este método ofrece una solución directa de la integral equivalente a la ecuación de Schrödinger dependiente del tiempo.

Luego de calcular la función de onda electrónica es necesario tener en cuenta la influencia de la lente objetivo. La distribución de amplitudes del diagrama de difracción en el plano focal de la lente objetivo se calcula mediante la transformada de Fourier de la función de onda a la salida de la muestra, modulada con un factor de fase asociado a la aberración esférica y el defoco de la lente:

$$\psi(u, v) = \mathfrak{F} \psi_1(x, y) \bullet T(u, v) \quad [6.11]$$

Donde  $\mathfrak{F}$  representa la transformada de Fourier,  $T(u, v)$  la función de transferencia de la lente y  $u, v$  son coordenadas en el espacio recíproco.

La función de onda en el plano imagen viene dada por la transformada de Fourier inversa:

$$j\psi_i = \mathfrak{F}^{-1}[\psi(u, v) \bullet T(u, v)] \quad [6.12]$$

Finalmente la distribución de intensidad en la imagen, se obtiene multiplicando la función de onda en el plano imagen por su conjugada:

$$I_i = |\psi_i(x, y)|^2 = \psi_i(x, y) \bullet \psi_i(x, y) \quad [6.13]$$

#### **6.1.6. Equipo utilizado, El Hitachi H-700h**

El departamento de microscopia electrónica de la UACH cuenta con un poderoso equipo, el Hitachi H-700h, que se da a conocer en la figura 6.8 y 6.9, 6.10. Mide 2,65 metros de altura y es uno de lo más sencillos en su tipo. En su etapa de instalación no requiere de salas modificadas, solo una sencilla conexión a los servicios públicos, es decir, la electricidad y el agua.

Posee una capacidad de descarga de electrones de 200Kv, que se realiza por un sistema acelerador multi-etapa en el que la alta tensión se divide etapas de 33kv máximo. Gracias a su gran poder el Hitachi H-700h ofrece numerosas ventajas, dentro de ellas es capaz de generar electrones de longitudes de onda muy pequeñas generando una excelente resolución en la imagen, además su gran potencia le permite penetrar muestras relativamente mas gruesas, etc.

Una de sus mayores ventajas es que permite múltiples modos de funcionamiento, no sólo TEM, sino también STEM, SEM, análisis elemental con EDX y EA, espectroscopia, difracción, entre otros. El diseño del H-700h es único ya que permite todos estos modos de funcionamiento sin reposicionamiento de la muestra. Las imágenes se pueden ver en un monitor, además de guardarlas para un posterior análisis.

Generalmente la muestra se mantiene perpendicular al haz, en una estación de análisis o goniómetro que permite propiedades como modificar el ángulo de incidencia del haz, sin modificar parámetros analíticos ni posición actual de la lente objetivo.

Por último la columna del equipo esta diseñada para soportar ultra alto vacío, lo anterior significa que sus componentes principales son fabricados para soportar dicha condición, lo que permite mantener una limpieza absoluta de la

columna. La columna se evacua mediante un poderoso sistema de bombeo y se mantiene a un vacío en el entorno de  $10^{-7}$ .

El anexo 6 entrega las especificaciones técnicas de este poderoso equipo.



**Fig. 6.8.** Microscopio Hitachi H-700h.



**Fig.6.9.** Columna Hitachi H-700h.



**Fig.6.10.** Monitor y controles H-700h.

## **6.2. Microscopio electrónico de barrido (SEM)**

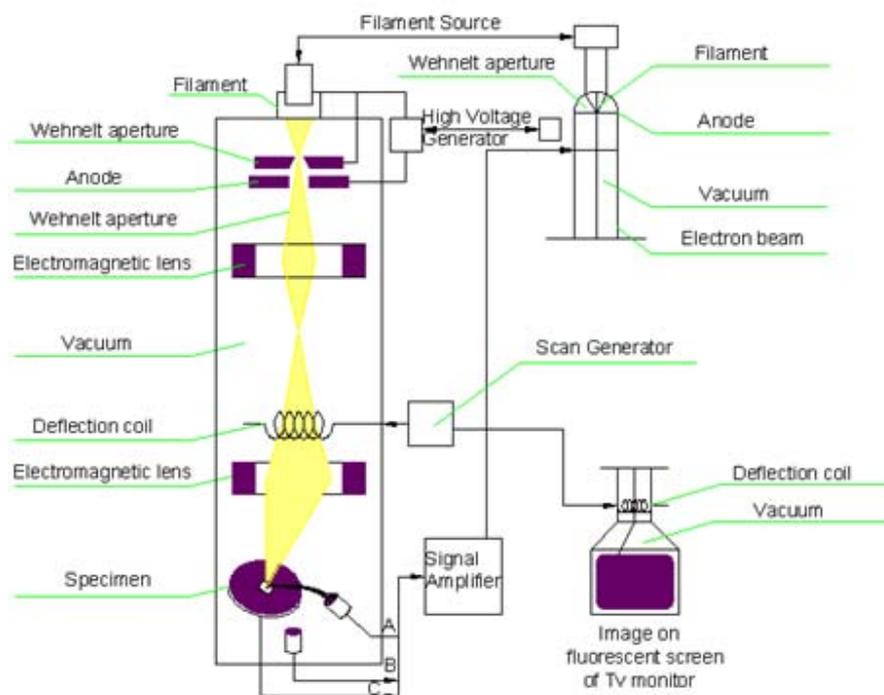
Un microscopio electrónico de barrido, es un equipo muy similar a TEM, utiliza un haz de electrones que inciden sobre una muestra, y de su interacción con ésta, surgen señales que son captadas por diversos detectores. Permite la observación y caracterización superficial de materiales orgánicos e inorgánicos, entregando información de la morfología superficial de la muestra analizada.

Su funcionamiento consiste en recorrer una muestra con un haz muy concentrado de electrones muy similar a lo que ocurre en una pantalla de televisión. Los electrones del haz pueden dispersarse de la muestra o provocar la aparición de electrones secundarios. Los electrones perdidos y los secundarios son recogidos y contados por un dispositivo electrónico situado a los lados de la muestra. Cada punto leído de una muestra corresponde a un píxel en un monitor, por lo tanto cuanto mayor sea el número de electrones contados por el dispositivo, mayor será el brillo del píxel en la pantalla.

Actualmente los SEM, son capaces de producir imágenes tridimensionales realistas de una superficie con resolución de  $1nm$  y pueden ampliar fácilmente objetos aproximadamente a 300.000X. A lo anterior se suma la facilidad para preparar muestras, el único requisito es que sea conductora, pueda soportar el vacío y el bombardeo electrónico, sin embargo las muestras no conductoras es necesario cubrirlas por una capa conductora, por lo general oro. Este recubrimiento debe ser suficientemente grueso para que circule corriente eléctrica, pero a la vez muy delgado para que no tape sus características superficiales, por lo general no más gruesas que unos  $10nm$ .

### 6.2.1. Partes de un SEM

SEM está constituido principalmente por un cañón de electrones, lentes magnéticas, sistema de vacío, sistema de refrigeración, porta muestra, unidad óptica-electrónica, detectores de señales originadas en la muestra, un sistema de visualización o pantalla fluorescente y un sistema de registro. En la figura 6.11, se observa un esquema de SEM.



**Fig.6.11.** Esquema de un SEM, (Electron Microscopy, FEI Company 2004).

### **Cañón de electrones**

El cañón de electrones es muy similar a un TEM. La diferencia esta dada por el voltaje de aceleración de los electrones, que pudiesen variar entre 200 y 30.000 voltios, dependiendo de las características de la muestra a observar.

### **Lentes electromagnéticas**

Las lentes electromagnéticas tienen como función focalizar y reducir al mínimo el haz de electrones producido por el filamento y dependiendo del voltaje de aceleración penetra la muestra, determinando un volumen de interacción haz/objeto de una forma aproximada, de donde se desprenden electrones secundarios, retrodifundidos y rayos X, además de otras radiaciones.

La resolución se relaciona directamente a las dimensiones de la zona de observación en la muestra excitada por el haz primario. La intensidad de las señales emitidas está influenciada por las dimensiones de las zonas de donde ellas se generan, y por la capacidad de absorción de la muestra, lo que a su vez está determinado por su composición y la energía de los electrones del haz incidente.

Como la energía de los electrones secundarios es muy baja, éstos son totalmente absorbidos al atravesar una distancia aproximada de  $10nm$ . Por lo tanto, sólo una pequeña parte del volumen contribuye a emitir electrones secundarios que pueden llegar al detector. Las dimensiones de esta sección son ligeramente mayores que el diámetro del haz incidente. Reduciendo el diámetro del haz que incide sobre la muestra, se reducen las dimensiones del volumen excitado, y se mejora la resolución. Normalmente el haz de un SEM tiene unos  $8nm$  de diámetro, y la resolución obtenida es de aproximadamente  $10$  a  $20nm$ , dependiendo de la naturaleza y condiciones de la muestra tanto como el voltaje de la operación y tamaño de la abertura del diafragma.

La resolución de la imagen de electrones secundarios se reduce al disminuir la tensión de aceleración de los electrones incidentes. En la resolución influyen también otros factores como el tipo de muestra, el tipo de electrones

con que se trabaja, el tiempo de exposición, la contaminación, las vibraciones eléctricas y mecánicas, etc.

### **Sistema de barrido**

Generalmente se ubica cerca de la última lente condensadora. El haz de electrones se mueve en líneas rectas superpuestas, barriendo la superficie de la muestra en un área rectangular. La misma señal que se aplica a las bobinas deflectoras, se utiliza para barrer en forma sincronizada el haz del tubo de rayos catódicos, produciéndose así una correspondencia punto a punto, entre la superficie de la muestra, y la pantalla donde se observa la imagen.

Finalmente SEM incorpora uno o varios sistemas de detección capaz de captar el resultado de la interacción del haz con la muestra y transformarlos en la información requerida. Generalmente SEM esta dotado con detectores de electrones secundarios SEI (Secondary Electron Image), que permiten obtener imágenes de alta resolución. Detectores de electrones retrodispersados BEI (Backscattered Electron Image), que permiten obtener imágenes de la topografía superficial y composición. Detectores de energía dispersiva EDS (Energy Dispersive Spectrometer) que permiten recolectar los Rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis e imágenes de distribución de elementos en superficies pulidas.

### **Porta muestra**

Se ubica en la base de la columna y permite realizar desplazamientos en coordenadas X e Y de un plano horizontal de la muestra, rotación sobre el propio plano de la muestra e inclinación en su plano horizontal.

### **Sistema de proyección o visualización de las imágenes**

Las imágenes se proyectan en dos tubos de rayos catódicos de alta resolución, que funcionan en sincronización con el barrido electrónico de la muestra. Uno de ellos, para observación visual, tiene una pantalla de gran persistencia

**Sistema de Vacío**

El Sistema de vacío en SEM es similar a TEM, de hecho en ambos tipos cumple la misma función. Como se comentó en 6.1.1 es necesario mantener una columna de alto vacío para obtener un haz de electrones uniforme y permitir un libre desplazamiento de éstos a través de la columna.

Según la capacidad de generar vacío los equipos se clasifican en microscopía electrónica de barrido de bajo vacío (*LVSEM*), y microscopía electrónica de barrido de alto vacío (*ESEM*).

**Sistema de refrigeración**

El sistema de refrigeración está destinado a enfriar las bombas que generan gran cantidad de calor y las lentes magnéticas que también se calientan producto del paso de corriente eléctrica a través de ellas. Para esto se hace circular agua previamente tratada y filtrada o nitrógeno, en equipos más modernos. Lo anterior implica que el equipo tener incorporado una unidad de refrigeración que permita completar éste ciclo.

## **CAPITULO VII**

### **Procedimiento experimental**

La parte mas complicado de todo el proceso de investigación presentado, esta precisamente en la etapa de preparación de láminas delgadas.

En el presente capitulo se da a conocer el equipo de electropulido, y el modo de empleo para fabricar láminas delgadas. También se aclaran sus funciones y variables para controlar el proceso.

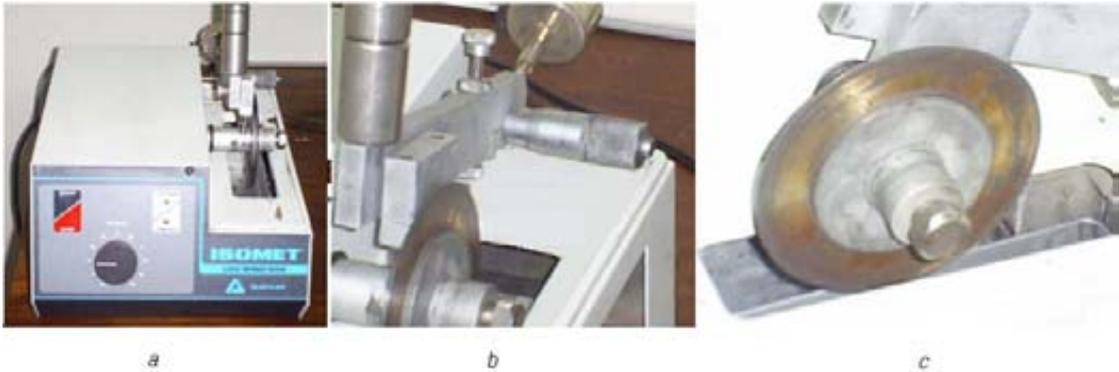
#### **7.1. Preparación de láminas delgadas para TEM**

##### **7.1.1. Procedimiento inicial**

El procedimiento inicial se realiza siguiendo la mayoría de los pasos mencionados en la preparación de muestras metalográficas. Para este caso, el objetivo principal es convertir la muestra en una lámina lo mas delgada posible.

##### **Corte de la muestra**

En este proceso se acentúa la necesidad de conseguir cortes de láminas muy finas. La figura 7.1 presenta el equipo para corte de precisión perteneciente al IMPT, capaz de generar láminas por debajo de los  $0.1mm$  de espesor. El corte se controla mediante un tornillo con avance micrométrico y el aserrado lo realiza un disco abrasivo muy delgado capaz de generar cortes exactos. Están fabricados con partículas de diamante entrelazadas con el metal a lo largo de su diámetro exterior. La concentración de partículas de diamante esta en directa relación con el tipo de material que se requiere cortar.



**Fig. 7.1.** (a) Sierra de precisión Buehler, (b) tornillo de control de avance, (c) disco con abrasivo de diamante.

El objetivo de conseguir láminas lo más delgada posible en el proceso de corte, se debe principalmente al ahorro de tiempo su preparación. Lógicamente si en el proceso de corte se obtiene una lámina de  $0,5\text{mm}$  de espesor, el tiempo invertido en adelgazarla hasta  $0,1\text{mm}$  será mayor que si se hubiese cortado a  $0,3\text{mm}$ .

En consecuencia, la importancia en la elección del disco de corte es fundamental, para ello las empresas distribuidoras de este tipo de productos ofrecen una guía de selección rápida, en donde el espesor obtenido en el corte, esta en directa relación con el diámetro del disco.

El anexo 4 presenta una guía ofrecida por Buehler y Struers, en ella el fabricante asegura que es posible obtener cortes de láminas de hasta  $0,15\text{mm}$ .

Durante la investigación se ha comprobado que en el equipo antes mencionado, implementado con un disco de 4" es posible obtener láminas de  $0,3\text{mm}$  aproximadamente.

### **Adelgazamiento manual**

Seguido al proceso de corte, la lámina se monta en bakelita siguiendo los pasos mencionados en la preparación de muestras metalográficas (figura 3.3). Luego el proceso continúa en la pulidora (figura 3.4), para adelgazarla y obtener el mínimo espesor posible.

Generalmente entre  $0,11-0,15\text{mm}$  aproximadamente, debido al fuerte roce entre la lámina y el disco de pulido, la baquelita se desprende complicando fabricar manualmente láminas de espesor menor a  $100\mu\text{m}$ .

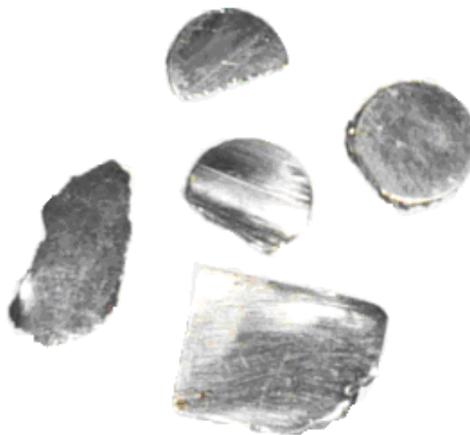
Como consecuencia se utiliza un pegamento, capaz de mitigar en parte dicho problema. Para este caso, Loctite Super Bonder.

La siguiente etapa de adelgazamiento se realiza utilizando la pulidora manual Handimet Grinder de Buehler, que se muestra en la figura 3.5. En ésta, la lámina aún adherida a la bakelita se desliza muy suavemente desde arriba hacia abajo, teniendo mucha precaución de no romperla. De acuerdo a lo anterior es posible lograr láminas de espesores cercanos a las  $50\mu\text{m}$ .

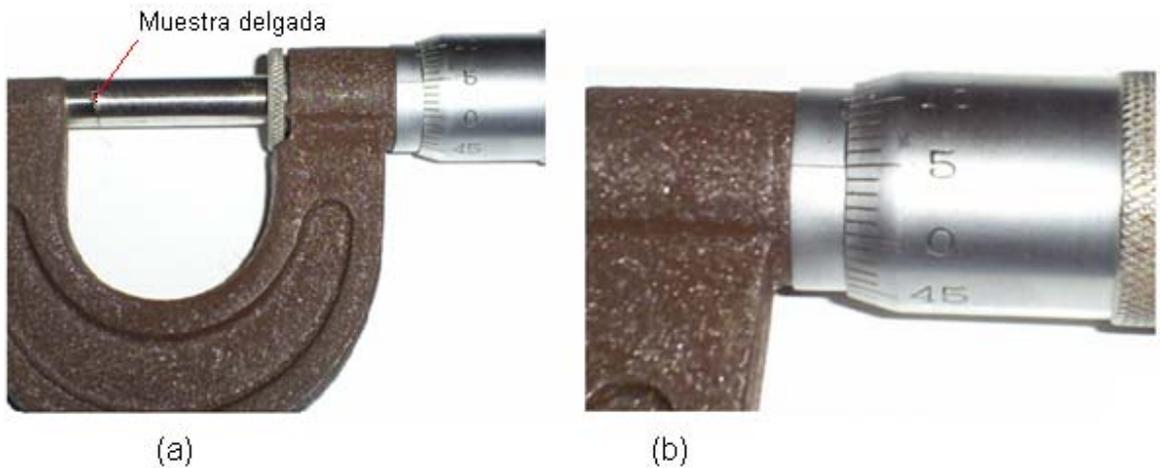
Al finalizar la etapa, la lámina esta fuertemente adherida a la bakelita, para retirarla no es posible someterla a grandes esfuerzos ya que es muy probable que se rompa quedando inutilizable y muchas horas invertidas en producir una sola lámina haya sido en vano.

Debido a la problemática anterior se decide aplicar paulatinamente temperaturas menores a  $30^{\circ}\text{C}$ . Esto es suficiente para romper la fuerte unión existente entre ambas, sin producir daños.

En la figura 7.2 se aprecian láminas obtenidas mediante este procedimiento. La figura 7.3 muestra la medida exacta obtenida mediante un micrómetro de una lámina, se observa un espesor de  $50\mu\text{m}$ .



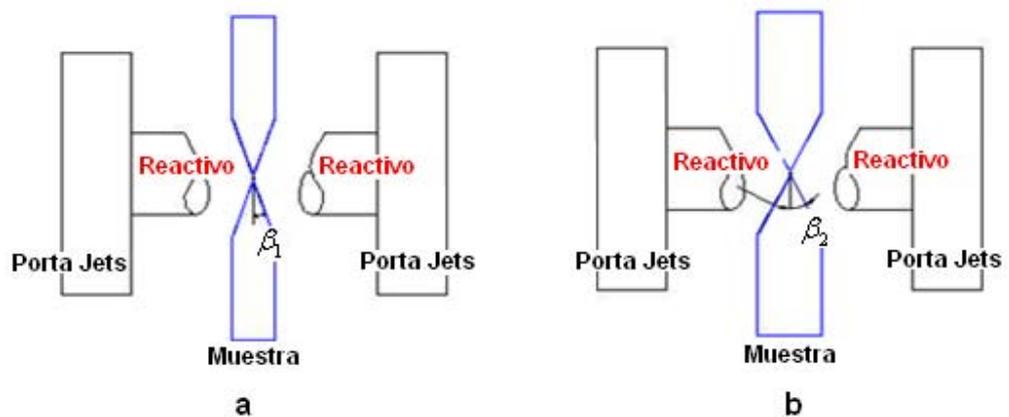
**Fig. 7.2.** Láminas obtenidas por adelgazamiento manual.



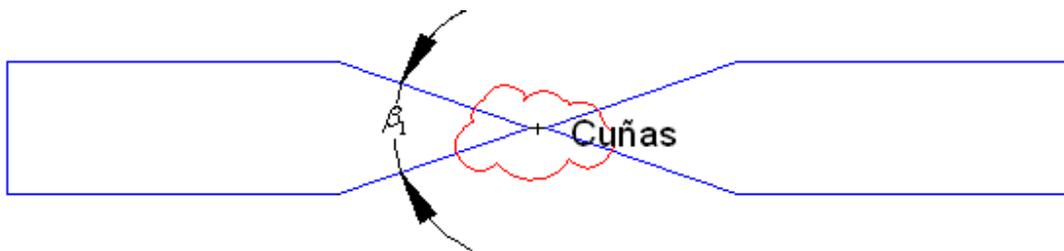
**Fig. 7.3.** (a) Muestra delgada montada en un micrómetro, (b) tambor del micrómetro, medida del espesor de la lámina.

### 7.1.2. Adelgazamiento final

El proceso de electropulido se inicia al alcanzar un espesor manual muy pequeño, idealmente menor a  $100\mu m$  y se obtiene siguiendo los pasos mencionados anteriormente. La importancia de lo anterior se grafica en las figuras 7.4 y 7.5. A medida que el material es erosionado el ángulo  $\beta_1$  disminuye, generando cuñas excelentes para TEM. La figura 7.4 se presenta como ejemplo hipotético del comportamiento que presenta una lámina bajo dichas condiciones,  $\beta_1$  menor a  $\beta_2$  debido a la evidente diferencia de espesor entre a y b.



**Fig. 7.4.** Variación del espesor en una cuña (a) lámina delgada (b) lámina menos delgada.



**Fig. 7.5.** Variación de la zona delgada con respecto al espesor.

Luego esta lámina es posicionada en el porta muestra, como se observa en la figura 7.6.



**Fig. 7.6.** Montaje de láminas al porta muestras.

## 7.2. Equipo de electropulido

Para el desarrollo de la investigación se utilizó el TenuPol-5, que se muestra en la figura 7.7. Éste es un equipo de última generación y avanzada tecnología, diseñado especialmente para la fabricación de láminas delgadas.

El equipo incorpora una célula fotoeléctrica como regulador de sensibilidad para detectar la formación del orificio, cuando éste se produce inmediatamente y en forma automática interrumpe el proceso. Lo anterior

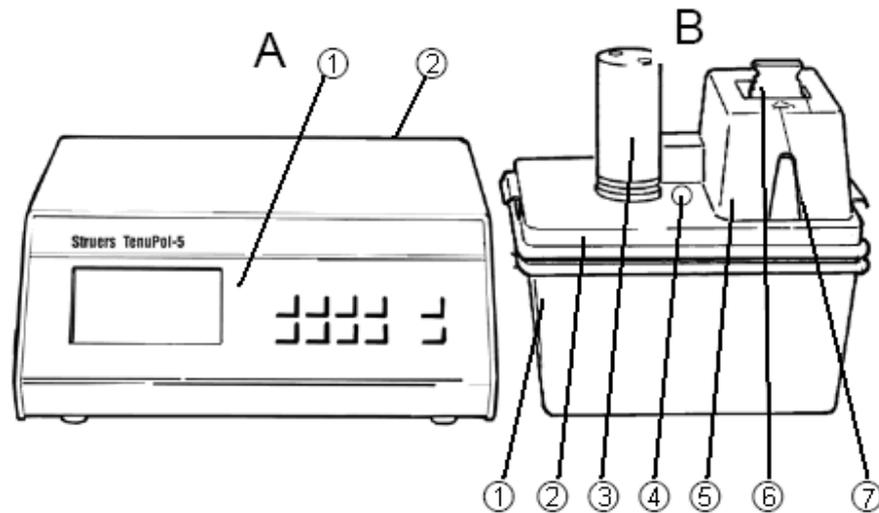
significa que el flujo de electrolito se detiene inmediatamente para prevenir la pérdida del área delgada.

El equipo cuenta con dos lanza chorros (jets) de diámetro igual a  $3\text{mm}$ , que bombean directamente cada cara de la muestra. Su objetivo es erosionarla hasta lograr un pequeño orificio generalmente en el centro de ésta, o en su defecto en algún punto cercano. Los bordes de los orificios son llamados cuñas y son éstos lo suficientemente delgados para permitir la observación por TEM.



**Fig. 7.7.** Equipo de electropulido TenuPol-5, perteneciente al IMPT.

Antes de iniciar el proceso de pulido es necesario familiarizarse con el equipo. Las figuras 7.8 y 7.9 muestran algunas partes del TenuPol-5.



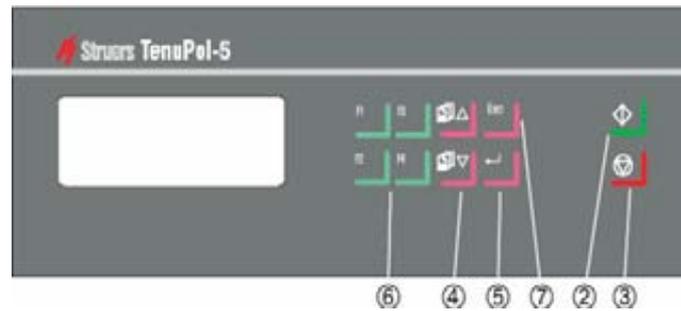
**Fig. 7.8.** Equipo de electropulido TenuPol-5, (Struers, 2003. TenuPol-5 Instruction Manual).

**A.** Unidad de control.

- 1.- Unidad de control, panel frontal.
- 2.- Switch On/Off.

**B.** Unidad de pulido.

- 1.- Recipiente para electrolito.
- 2.- Tapa del recipiente.
- 3.- Bomba.
- 4.- Orificio para termómetro.
- 5.- Carcasa de protección.
- 6.- Porta muestra.
- 7.- Célula de pulido.

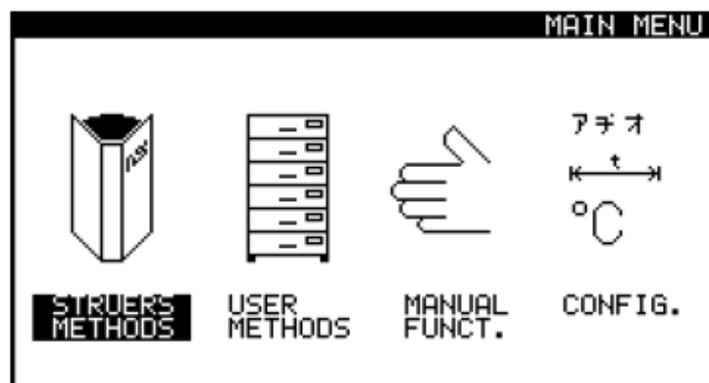


**Fig. 7.9.** Panel frontal TenuPol-5, (Struers, 2003. TenuPol-5 Instruction Manual).

- 2.- Iniciar proceso.
- 3.- Finalizar proceso.
- 4.- Scrolls para subir y bajar dentro del menú, y fijar el valor de los parámetros.
- 5.- Aceptar parámetro.
- 6.- Aceptar menús ubicados en la parte inferior de la pantalla.
- 7.- Abortar o salir del menú.

### 7.2.1. Inicio del software

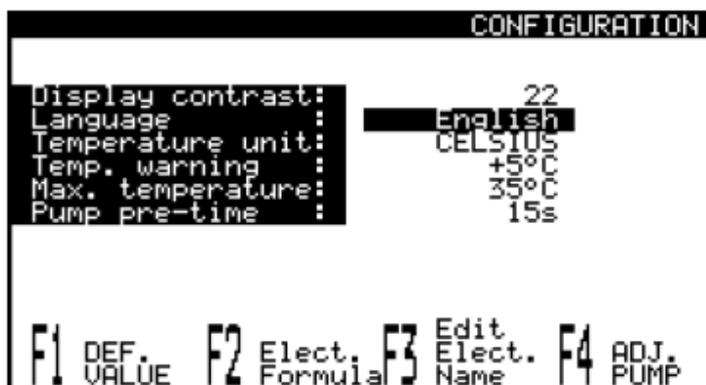
Al encender el equipo la pantalla inicial se ve como la figura 7.10, antes de empezar a trabajar es necesario configurarlo de acuerdo a los requerimientos deseados.



**Fig. 7.10.** Pantalla inicial, (Struers, 2003. TenuPol-5 Instruction Manual).

Las cuatro opciones presentadas por el equipo de analizan a continuación.

### 7.2.2. Ítem 1, configuración



**Fig. 7.11.** Opción de configuración, (Struers, 2003. TenuPol-5 Instruction Manual).

Permite asignar contrastes a la pantalla, el idioma del menú, temperaturas y el tiempo que tome la bomba para entrar en funcionamiento antes de iniciar el pulido.

Además,

F1, permite definir los valores por defecto del equipo.

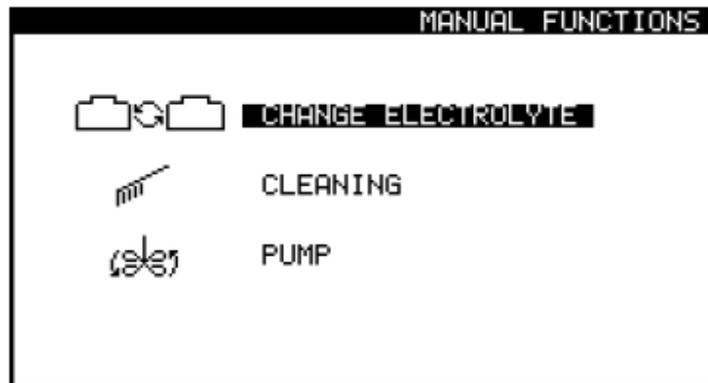
F2, permite conocer la formula de cada uno de los electrolitos Struers.

F3, permite ingresar un electrolito distinto a los que el equipo trae.

F4, ajustar la bomba.

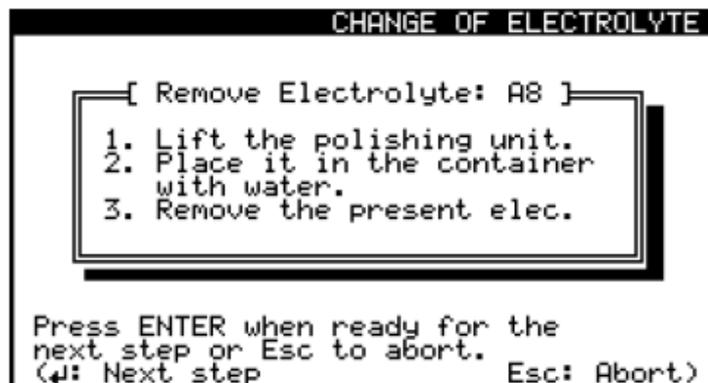
### 7.2.3. Ítem 2, funciones manuales

Permite cambiar electrolito, limpiar el equipo y calibrar la bomba. Para cambiar el tipo de electrolito automáticamente el equipo solicita limpieza, sin embargo esta opción también se puede llevar a cabo manualmente, mediante la opción **CLEANING**.



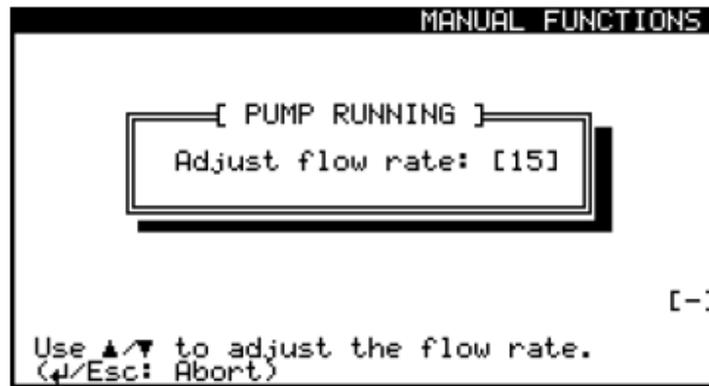
**Fig. 7.12.** Opción funciones manuales, (Struers, 2003. TenuPol-5 Instruction Manual).

Ir a la opción **REMOVE ELECTROLYTE**, presionar Enter y luego seguir las instrucciones hasta el final, el proceso puede ser abortado en cualquier instante presionando Esc.



**Fig. 7.13.** Instrucciones para cambio de electrolito, (Struers, 2003. TenuPol-5 Instruction Manual).

La última opción que permite este ítem es ajustar la bomba. Esta es una forma manual de activarla, usar las teclas UP/DOWN para ajustar el flujo de electrolito.



**Fig. 7.14.** Instrucciones para ajustar el flujo de electrolito, (Struers, 2003. TenuPol-5 Instruction Manual).

#### 7.2.4. Ítem 3, Métodos establecidos por struers

STRUERS METHODS

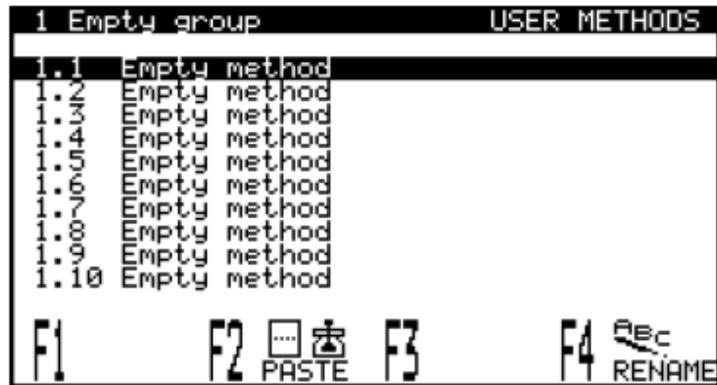
0.1	Stainl. steel	ø10mm	A8	0
0.2	Stainl. steel	ø3mm	A8	*
0.3	Low C-steel	ø10mm	A2	0
0.4	Low C-steel	ø3mm	A2	*
0.5	Low C-steel	ø3mm	A8	*
0.6	Impax 45HRC	ø10mm	A2	0
0.7	Impax 45HRC	ø3mm	A2	*
0.8	Impax 45HRC	ø3mm	A8	*
0.9	Titanium	ø10mm	A3	0
0.10	Titanium	ø3mm	A3	*

+ F1 COPY F2 F3 F4

**Fig. 7.15.** Opciones diseñadas por Strues, (Struers, 2003. TenuPol-5 Instruction Manual).

Esta opción nos presenta una serie de programas ya diseñados y evaluados, listos para ser utilizados satisfactoriamente. Son propios del equipo y no pueden ser modificados, pero si copiarlos presionando F1 y luego pegado en algún ítem de USER METHODS.

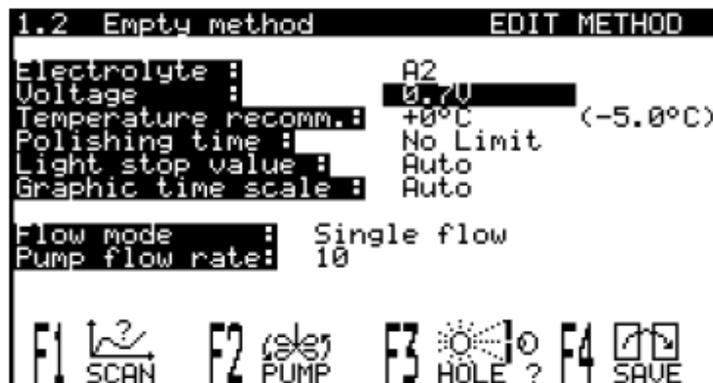
### 7.2.5. Ítem 4, métodos diseñados por el usuario



**Fig. 7.16.** Opción diseñadas por el usuario, (Struers, 2003. TenuPol-5 Instruction Manual).

Permite ingresar variables para lograr manualmente un adelgazamiento exitoso. La figura 7.17 muestra dichas variables.

F4 permite asignar nombre al programa para posteriormente diferenciarlos sin mayor problema.



**Fig. 7.17.** Variables a controlar, (Struers, 2003. TenuPol-5 Instruction Manual).

### 7.2.6. Electrolito

Para electropulido de metales se utilizan principalmente reactivos químicos. Por ello, su manipulación debe ser bajo estrictas medidas de seguridad, ya que éstos podrían ocasionar severos daños a la salud.

Sin embargo Struers distribuye reactivos preparados, que obedecen a los requerimientos de distintos materiales, disminuyendo así el riesgo en la manipulación. Este tipo de reactivos solo se vierte al recipiente.

El anexo 5 es una guía de selección entregada por Struers, en ella se puede elegir el reactivo de acuerdo al tipo de material que se desea trabajar.

Consultado el anexo 5 y de acuerdo al tipo de material, se obtiene que el electrolito adecuado para desarrollar la investigación es AC2.

Considerando la peligro que pudiese causar una mala manipulación es necesario conocer la ficha técnica del producto presente en el anexo 7, en éste se da a conocer propiedades y composición del reactivo utilizado.

### **7.2.7. Voltaje**

Esta opción regula el voltaje de pulido, que puede variar desde 0,1V hasta los 100V .

El voltaje es una de las variables más importante y compleja de controlar. No debe ser demasiado, de esta manera el resultado se traduce en una perforación muy rápida, dificultando el control de espesor de la lámina, llevando en la mayoría de los casos a la destrucción total de ésta. O demasiado pequeño, de esta forma solo se produce un ataque químico sin obtener mayor éxito.

El control de dicha variable se debe principalmente al tipo de aleación. Por ejemplo, para una aleación de aluminio, 35V pueden ser demasiado y es probable que la muestra a los pocos segundos sea destruida totalmente. En cambio, para un Inoxidable este mismo voltaje le puede significar solo un ataque químico. Por otro lado al aumentar el voltaje, también aumenta la temperatura de trabajo llegando fácilmente y muy rápido al límite recomendado. Este repentino aumento de temperatura puede provocar daños irreparables al equipo.

A lo largo de la investigación, cuando fue necesario, el serpentín fue conectado a una red de agua con temperatura aproximada de 20° C , evitando altas temperaturas producidas en pruebas desarrolladas a un alto voltaje.

### 7.2.8. Temperatura recomendada

La temperatura del equipo puede variar entre los  $-50$  a  $35^{\circ}\text{C}$ , para un buen funcionamiento se recomienda mantener la mínima temperatura posible. Para la temperatura al interior del recipiente es monitoreada a través de un termómetro inserto en él, esta información se puede visualizar en la pantalla.

Tenupol-5 incorpora un sistema de refrigeración, éste consiste en un serpentín ubicado al interior del recipiente por el cual debe circular algún líquido refrigerante.

### 7.2.9. Tiempo de pulido

Esta opción determina el tiempo que la pieza será sometida al pulido. Es posible asignar un intervalo definido o simplemente una opción automática. Bajo la primera opción, el equipo se detendrá de acuerdo al tiempo asignado.

Sin embargo, *Polishing Time: No Limit* asegura que el adelgazamiento dependerá solo de la cantidad de luz percibida por el sensor

### 7.2.10. Cantidad de luz necesaria para detener el equipo

La opción *Light Stop Value*, mide la cantidad de luz que pasa a través del agujero que se forma en la lámina, como consecuencia controla directamente el espesor de ésta. Es posible determinarla en forma automática o asignarle un valor manualmente.

En cuanto a la opción *AUTO*, la célula fotoeléctrica mide constantemente la cantidad de luz emitida, por lo tanto cuando la muestra sea lo suficientemente delgada y permita que un pequeño haz de luz pase a través de ella, el proceso de pulido se detiene automáticamente. El equipo muestra el valor alcanzado bajo estas condiciones.

También es posible asignar manualmente un valor cualquiera entre  $0-4096$ . Si el proceso de pulido se detiene en un valor cualquiera, el agujero puede ser demasiado pequeño o demasiado grande y las cuñas difícilmente serán óptimas para TEM.

Una muy buena opción, aunque poco precisa, consiste en realizar una prueba con una lámina delgada y para un próximo ensayo asignar un valor levemente mayor al arrojado con la opción *AUTO*, pues éste es generalmente el valor más bajo necesario para perforar la muestra.

#### **7.2.11. Gráfico del proceso de adelgazamiento**

Corresponde a un gráfico actualizado de la operación de adelgazamiento. Al asignar la opción **AUTO**, se exhiben los últimos tres minutos del proceso. El equipo permite fijar estos tiempos entre 10 segundos a 30 minutos.

#### **7.2.12. Opciones de flujo**

Permite establecer la velocidad de flujo durante el proceso, ésta puede ser flujo simple y flujo combinado. La primera establece una velocidad constante en todo el proceso, mientras que la segunda opción permite regular la velocidad gradualmente.

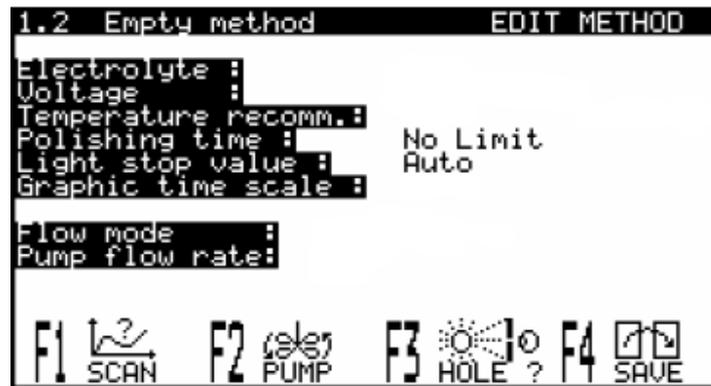
#### **7.2.13. Rango de flujo de electrolito en la bomba**

Permite determinar la velocidad de flujo del electrolito con que se atacará la muestra.

### **7.3. Preparación de láminas delgadas**

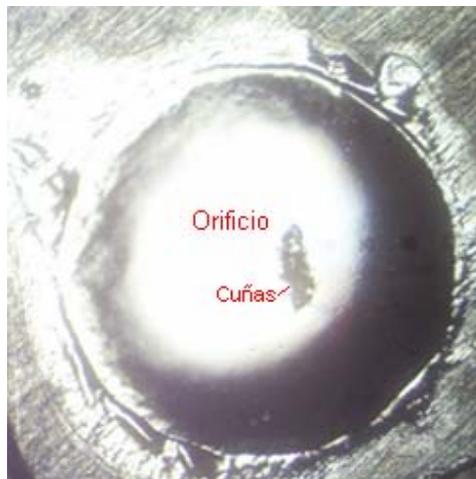
Una vez analizado en extenso detalles del TenuPol-5, existen las nociones básicas para realizar someter una muestra a electropulido.

De acuerdo a los múltiples ensayos realizados es posible afirmar que en TenuPol-5 es necesario controlar principalmente dos de sus variables, como se ilustra en la figura 7.18. De esta manera el adelgazamiento dependerá solo de la luz que capte la célula fotoeléctrica.



**Fig. 7.18.** Variables principales en TenuPol-5 (Struers, 2003. TenuPol-5 Instruction Manual).

La figura 7.19 muestra una lámina realizada mediante el procedimiento antes mencionado bajo dichas condiciones a un voltaje de 50V. La lámina presenta un orificio levemente alejado del centro y alrededor presenta cuñas excelentes para TEM.



**Fig. 7.19.** Lámina preparada por electropulido.

## Capítulo VIII

### Análisis Mediante SEM

Finalmente y debido principalmente a los altos costos del electrolito, ya que se necesita un tipo para cada material se decide trabajar solo con dos ejemplares de aceros, correspondientes a muestras obtenidas de equipos pertenecientes a una empresa local. Ambos con fallas en servicio plenamente identificadas.

#### 8.1. Análisis del rotor

La primera muestra corresponde a un rotor metálico astillador. El análisis demanda determinar las causas y mecanismos de su rotura, además evaluar las condiciones de falla para prevenirlas en el futuro.

La empresa proporcionó un conjunto de partes fracturadas del astillador, éstas se observan en la figura 8.1.



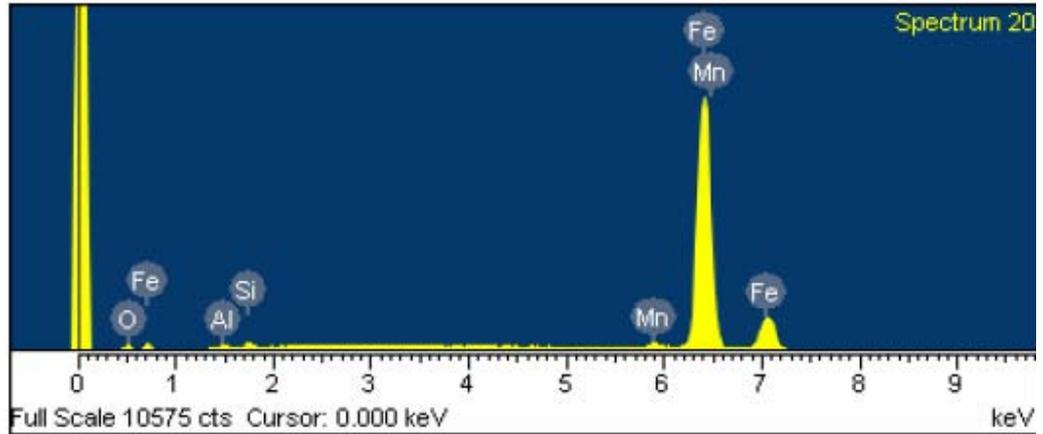
**Fig. 8.1.** Partes de rotor fracturado con fisuramiento superficial.

Para el análisis de falla se observan muestras tal como se sacaron de servicio y a otras se les realiza una limpieza ultrasónica para evidenciar posibles microfisuras en el material.

Es preciso mencionar que el análisis de falla y su evaluación se basa en las recomendaciones de la ASM (American Society for Metal, USA).

De un conjunto de microanálisis químico efectuado al rotor se tiene que el material posee un alto contenido de silicio. Este tipo de aceros por lo general son muy resistentes pero frágiles ante sollicitaciones dinámicas, su laminación se hace difícil y generalmente queda con grietas en los bordes.

La figura 8.2 registra la presencia de dichos elementos y la tabla 8.1, su respectivo porcentaje.



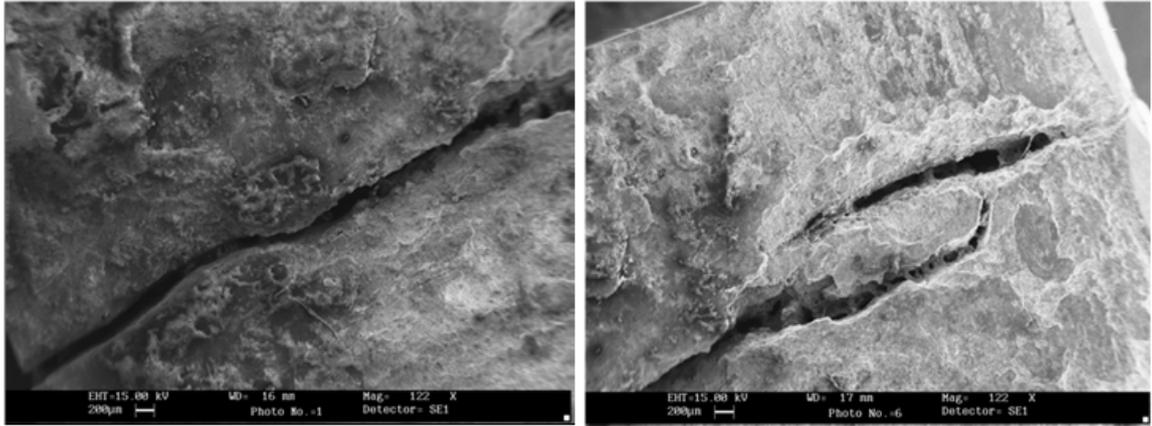
**Fig. 8.2.** Microanálisis químico del rotor.

**Tabla 8.1.** Componentes obtenidos mediante microanálisis en rotor.

Elemento	% Peso	%Atómico
C K	1.33	5.69
OK	0.98	3.16
Al K	0.52	0.99
Si K	0.64	1.17
MN K	1.51	1.42
Fe K	95.02	87.58
Total	100	

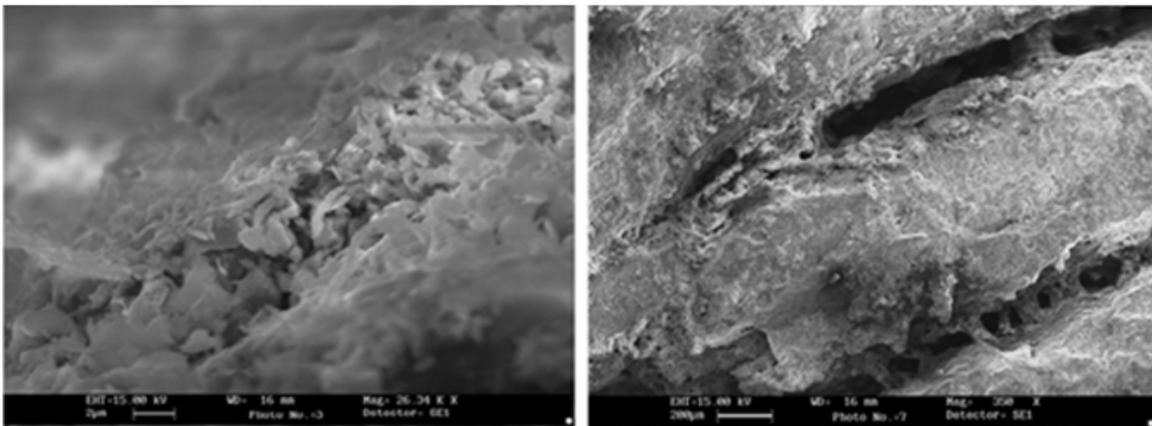
Al observar mediante microscopia las partes fracturadas es posible ver un gran fisuramiento superficial que avanza en el espesor del rotor. En la superficie se detecta la presencia de un sustrato muy fino de partículas que cubre la zona de falla, que se observa en la figura 8.3. Las fisuras evidencian

una falla por desgaste superficial, microdeformaciones y microfracturas que dan lugar a grietas que avanzan y se propagan ante las sollicitaciones mecánicas de operación del rotor. Ver figura 8.3b.



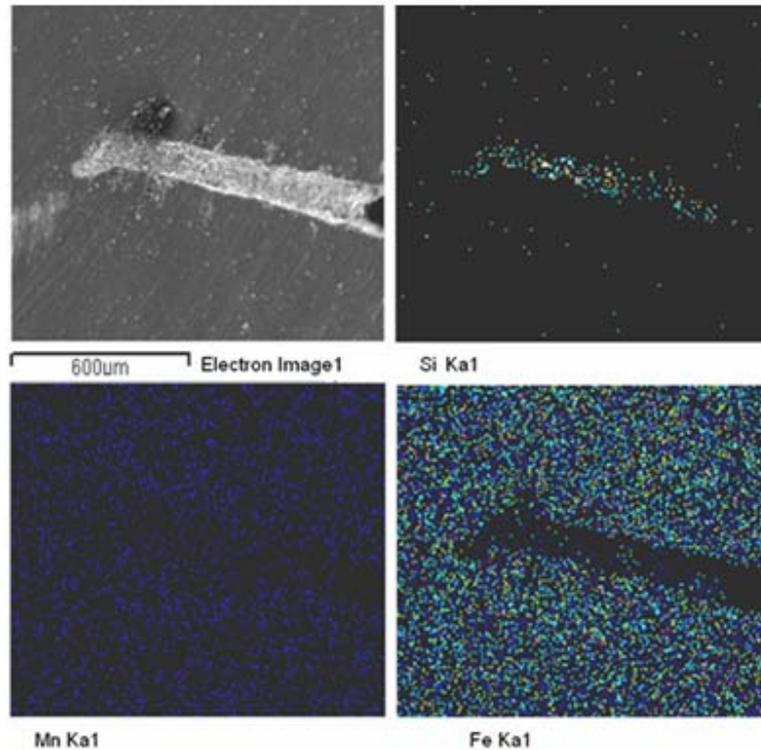
**Fig. 8.3.** (a) Sustrato en zona de fractura, (b) Microfisuras superficiales con microfracturas por desgaste ante cargas o golpes mecánicos.

Al interior de las grietas se aprecia desprendimiento de material, como también columnas, del orden de  $100-150\mu m$ , que cruzan las fisuras en torno a las cuales ha ocurrido la remoción de material, permitiendo el avance y su crecimiento. Figura 8.4.



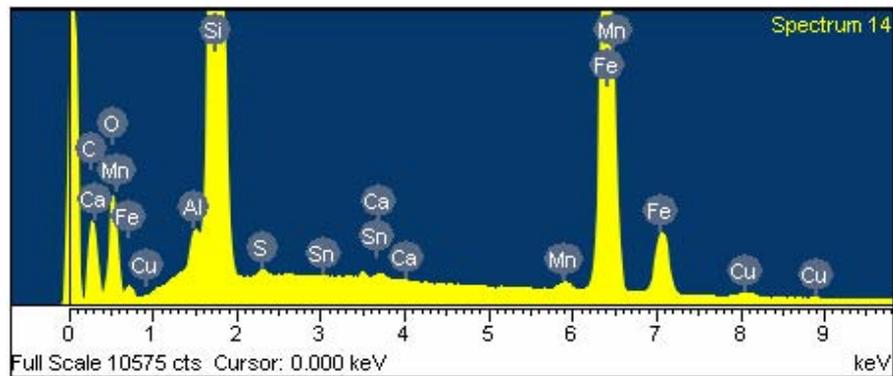
**Fig. 8.4.** (a) Desprendimiento por microfractura y desgaste en el borde de grieta, (b) Columnas que atraviesan las fisuras.

Un microanálisis químico en la zona de fractura mediante microsonda electrónica, permite obtener un mapping atómico determinando que las pequeñas columnas al interior de la grieta son ricas en silicio y muy pobre en hierro, a diferencia del resto del contorno que registra hierro, manganeso y silicio, como lo muestra la figura 8.5.



**Fig. 8.5.** Distribución atómica de silicio, hierro y manganeso en zona de fractura.

El microanálisis evidencia en la zona de fractura elementos como *S*, *Ca*, *Cu*, *Sn* y muy pequeños porcentajes de cobalto y molibdeno. Es decir, por un mecanismo de desgaste a nivel superficial del rotor posiblemente por golpes o impacto se produjo una especie de deshierrización mecánica, quedando más silicio enriquecido en el material, el cual es más duro y resistente. El silicio se enriquece del orden del 28% – 40% disminuyendo el hierro en porcentaje que van hasta el 28 – 46% .



**Fig.8.6.** Distribución química de elementos en zona de grieta.

**Tabla 8.2.** Componentes obtenidos mediante microanálisis en zona de grietas

Elemento	% Peso	%Atómico
C K	21.02	40.91
O K	8.77	12.81
Al K	0.51	0.44
Si K	40.34	33.56
S K	0.13	0.09
Ca K	0.08	0.05
Mn K	0.39	0.16
Fe K	28.12	11.77
Cu K	0.42	0.16
Sn	0.22	
Total	100.00	

## 8.2. Análisis falla soporte Inoxidable

La segunda muestra en estudio corresponde a un soporte inoxidable. Para ésta se adopta similar procedimiento a la anterior. Se analizará con el fin de determinar el origen y mecanismo de la falla.

La empresa proporcionó el soporte, en la figura 8.7 y 8.8 se aprecia sus evidentes grietas superficiales.

No fue posible conseguir o acceder al plano (o esquema) con dimensiones originales pieza ni especificaciones técnicas.



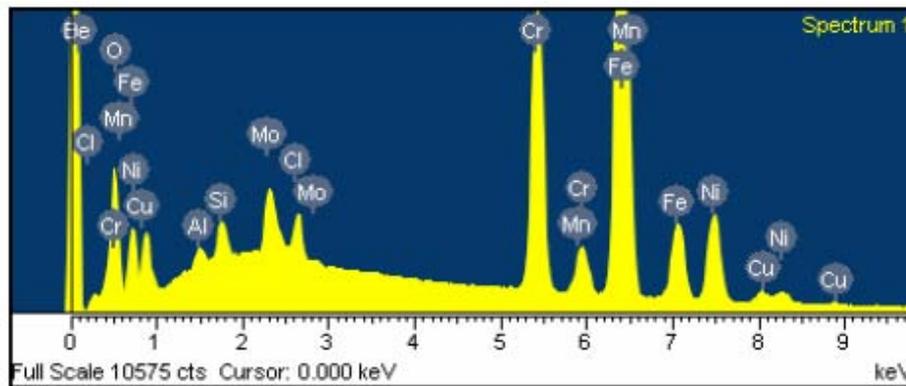
**Fig. 8.7.** Soporte inoxidable desprendido del montaje, (a) Vista de frente, (b) Vista posterior.

De una inspección macroscópica de la superficie y zona de corte de la pieza, se determina que se trata de una pieza de acero fundido. Se observan grandes fisuras superficiales a lo largo de toda la conicidad interna. En el corte, según figura 8.8, se aprecian distintos tamaños de grano de terminación superficial y zonas con segregación por enfriamiento irregular en la fabricación de la fundición.



**Fig. 8.8.** Diferencia de granos superficiales e interior en corte.

Para determinar el tipo de acero fundido es necesario un microanálisis EDAX, que se resume en la figura 8.9. Se trata de un acero inoxidable fundido de alto cromo (~16%) con elementos aleantes en *Ni* y *Mo* principalmente, que confieren al soporte buenas propiedades de resistencia a la corrosión y de comportamiento a alta temperatura.

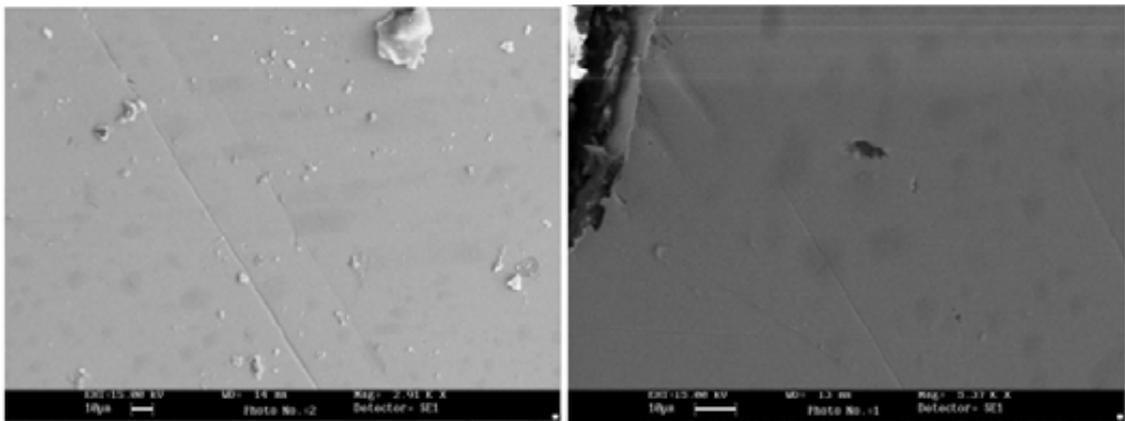


**Fig.8.9.** Microanálisis químico al soporte mediante EDAX.

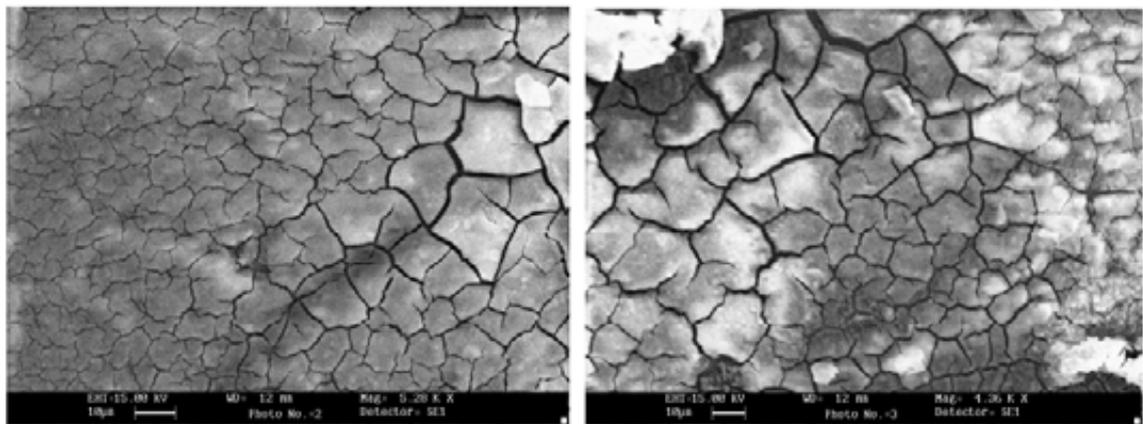
**Tabla 8.3.** Elementos obtenidos mediante microanálisis en soporte.

Elemento	% Peso	%Atómico
O K	3.56	11.36
Al K	0.35	0.65
Si K	0.65	1.18
Cl K	1.01	1.45
Cr K	16.23	15.94
Mn K	1.02	0.95
Fe K	57.03	52.15
Ni K	14.70	12.78
Cu L	2.33	1.87
Mo K	3.14	1.67
Total		

Mediante el análisis metalográfico se caracteriza la superficie de la muestra y en corte transversal, para evaluar el grano debido a las segregaciones observadas y fisuración superficial. En la figura 8.10 se observa la microestructura de la parte interna de la muestra, sin atacar, y no evidencia grietas de ningún tipo. Por su parte, la figura 8.11 deja ver la microestructura en corte, con ataque químico y deja en evidencia granos heterogéneos propios de carencia de tratamiento térmico de la homogenización o correcta aplicación de modificadores en el proceso de fundición.



**Fig.8.10.** Microestructura pulida sin atacar. SEM 2.91 Kx y 5.37 Kx.



**Fig.8.11.** Microestructura en corte, con ataque químico. SEM x 5000.

La microestructura observada es propia de una nucleación heterogénea en el proceso de solidificación y enfriamiento de la pieza fundida. Como consecuencia de lo anterior se producen contracciones térmicas, de tal forma

que la superficie queda con tensiones internas que generan, de inmediato o en operación de la pieza, microfisuras superficiales favorecidas por diferencias en los tamaños de grano o cristalización.

Para evitar esta falla de fundición es necesario un tratamiento térmico de homogenización, que por acción de temperatura y tiempo se logre homogenizar los granos, se controlen las segregaciones y haya difusión de los elementos para la formación de fases que conforman el inoxidable fundido.

## Capítulo IX

### Análisis Mediante TEM

Debido a inconvenientes presentados durante la investigación no fue posible realizar análisis finos en nuestras dependencias, por lo tanto se crea la necesidad de buscar ayuda en la preparación y posterior análisis de láminas delgadas. Las muestras de acero inoxidable se realizaron completamente en dependencias del Instituto de Materiales de la Universidad de Chile, apoyados por el Dr. Alejandro Zúñiga. Mientras que la muestras de acero al silicio fueron preparadas y posteriormente analizadas en nuestras dependencias

Los resultados se presentan a continuación.

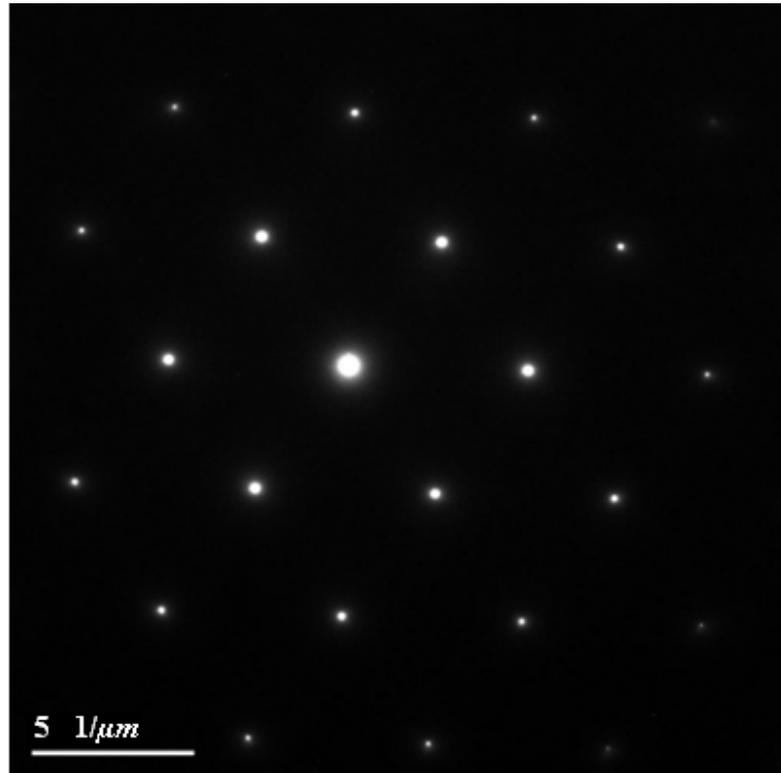
#### 9.1. Muestras acero inoxidable

Las imágenes obtenidas están separadas por zonas, zona 1 a la 7, denotando diferentes zonas dentro de la misma muestra.

El patrón de difracción corresponde a un eje de zona [011] de un cristal FCC (austenita), con los siguientes espaciamientos atómicos medidos experimentalmente con TEM, y se grafica en la figura 9.1.

$$(111) \rightarrow 2,082 \overset{\circ}{\text{A}}$$

$$(200) \rightarrow 1,810 \overset{\circ}{\text{A}}$$



**Fig.9.1.** Patrón de difracción de electrones en un material FCC.

Según el análisis se trata de una muestra esencialmente policristalina de grano muy grande, tan grande que para efectos prácticos del TEM se trata de un monocristal de austenita.

La característica más importante de la muestra corresponde a las estructuras de dislocaciones observadas. Se observaron tres tipos de dislocaciones:

#### **9.1.1. Dislocaciones rectas**

Líneas de dislocación paralela a la dirección [111] del cristal de austenita (Imágenes Zonas 1, 3, 4, 5, 6 y 7). Es probable que se traten de dipolos de dislocaciones separados por distancias de entre 4 y 8nm .

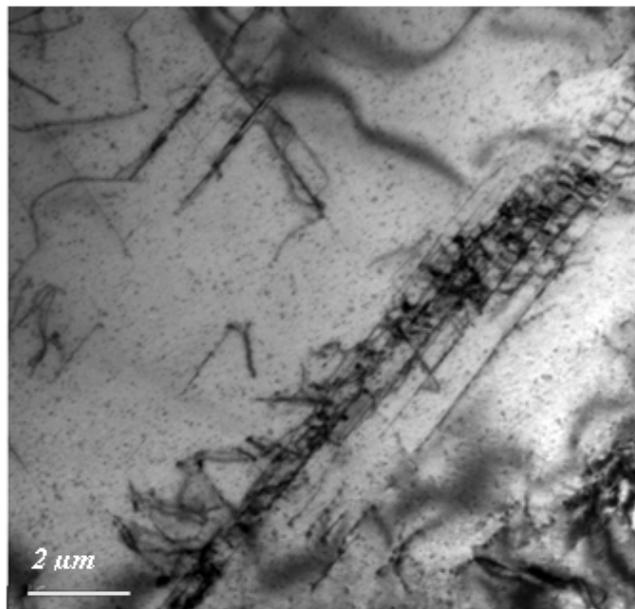
### 9.1.2. Dislocaciones mixtas

Líneas de dislocación curva, es decir, sin dirección determinada en todas la Zonas.

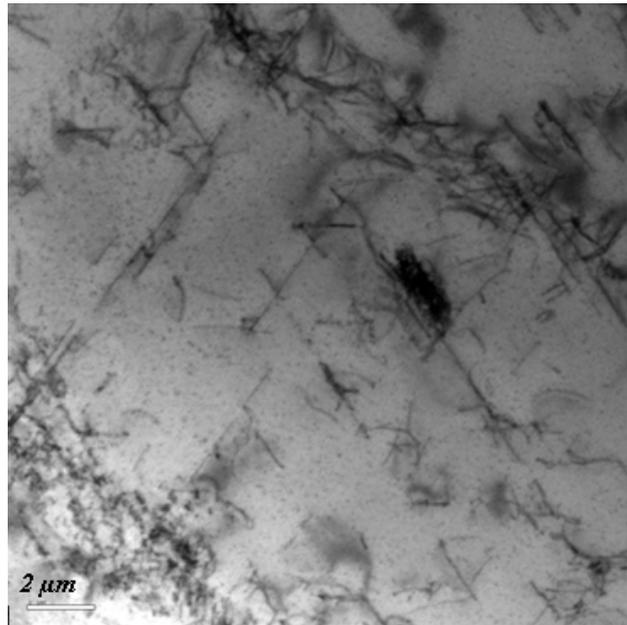
### 9.1.3. Dislocaciones casi-rectas

Líneas de dislocación perpendicular a la dirección  $[111]$  del cristal de austenita. Estas estructuras corresponden a apilamientos de dislocaciones como lo muestra la figura 9.10. Es probable que se traten de dislocaciones totales, del tipo  $\frac{a}{2}[110]$ , aunque su naturaleza (borde o tornillo) no fue determinada.

En la figura 9.2 y 9.3 se observa la presencia de pequeñas partículas o zonas con diferente contraste de entre 2 y 8nm . Probablemente la presencia de estas partículas se debe a efectos dinámicos de contraste en la imagen debido a la fuerte condición de difracción usada para obtener las imágenes (eje de zona  $[011]$  del cristal FCC de austenita). Además, la presencia de estas partículas no se revela en el patrón de difracción, el cual muestra una monofase FCC.

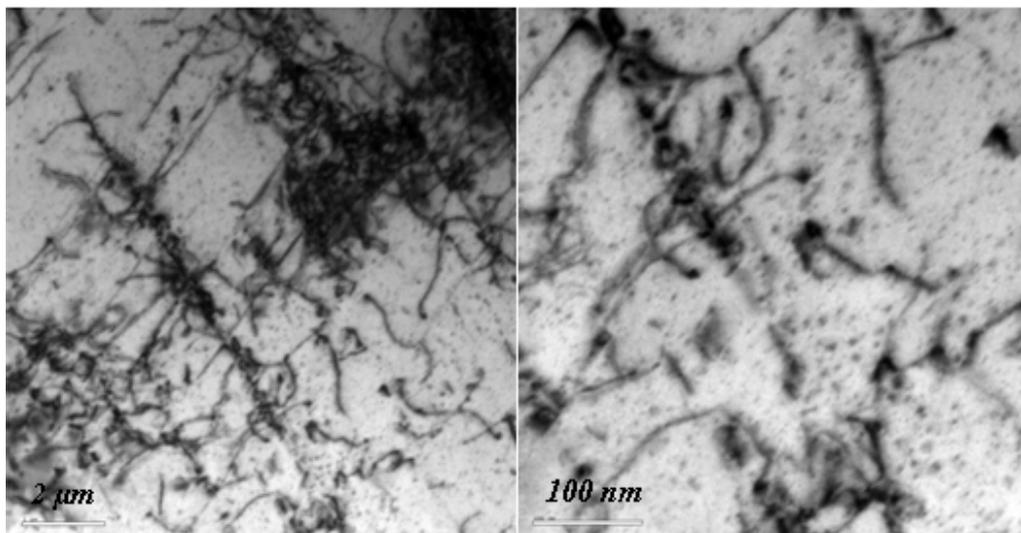


**Fig. 9.2.** Presencia de elementos extraños en zona 01.

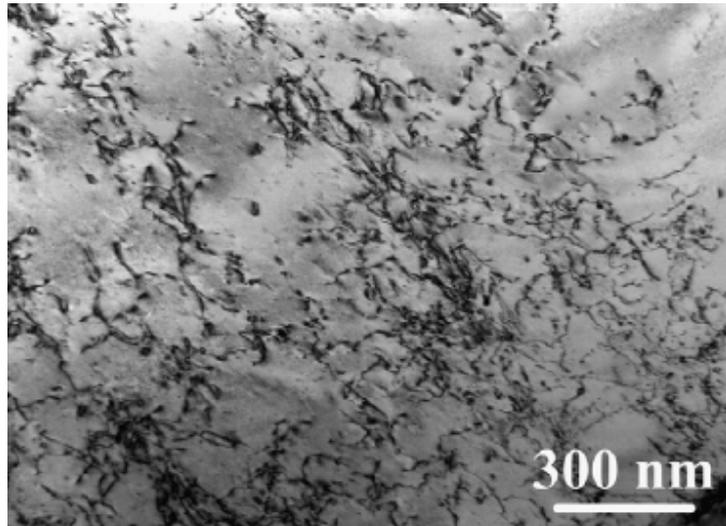


**Fig. 9.3.** Presencia de dislocaciones en zona 03.

La figura 9.4 presenta una confusa estructura de dislocación con baja tendencia al desarrollo de las celdas. Según Cho (2007), figura 9.5, estas estructuras de dislocación esencialmente la tendencia de celdas, dislocaciones confusas y disposición de dislocaciones, son estructuras típicos de perturbaciones creadas bajo cargas LCF para materiales FCC.

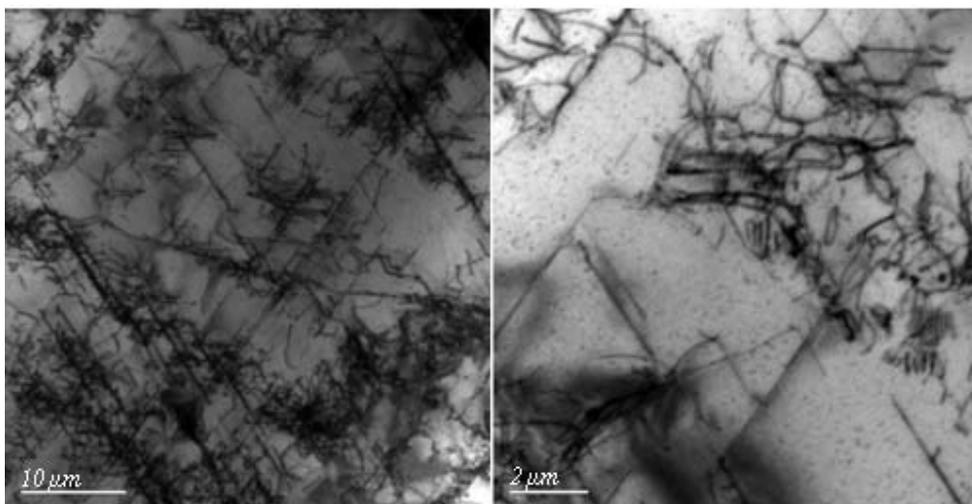


**Fig. 9.4.** Estructura confusa en zona 04.

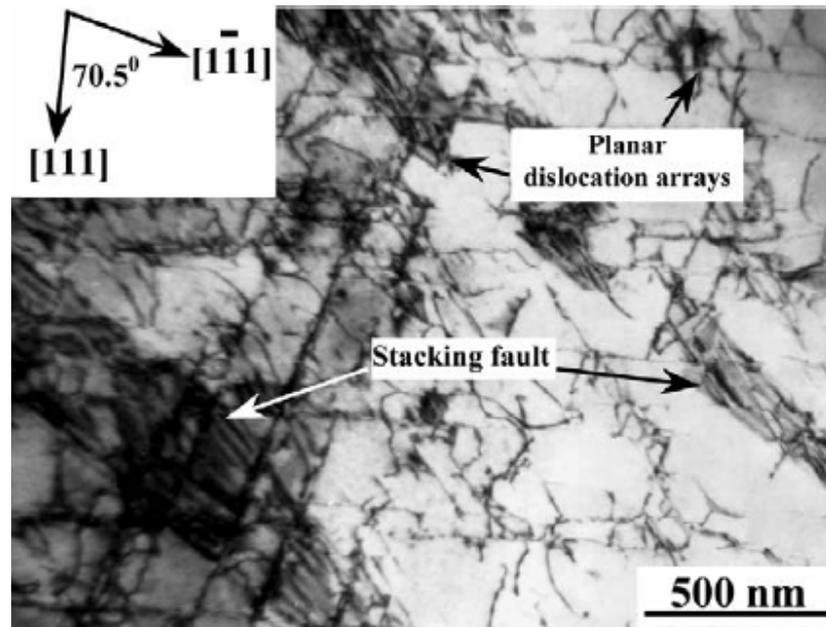


**Fig. 9.5.** Estructura confusa, según Cho, (Cho 2007).

La Fig. 9.6 muestra una imagen de la microestructura, según Zhang (2002), figura 9.7, ésta se caracteriza por la disposición de dislocaciones planares y defectos de apilamiento. Las dislocación planares se disponen en dos direcciones que se intersectan entre sí por un ángulo de alrededor de  $70,5^\circ$  (el ángulo entre dos planos cristalográficas (111), formando redes de dislocaciones. El espaciamiento entre la disposición de dislocaciones está en el rango  $200nm - 1\mu m$ , dependiendo de la orientación de los granos

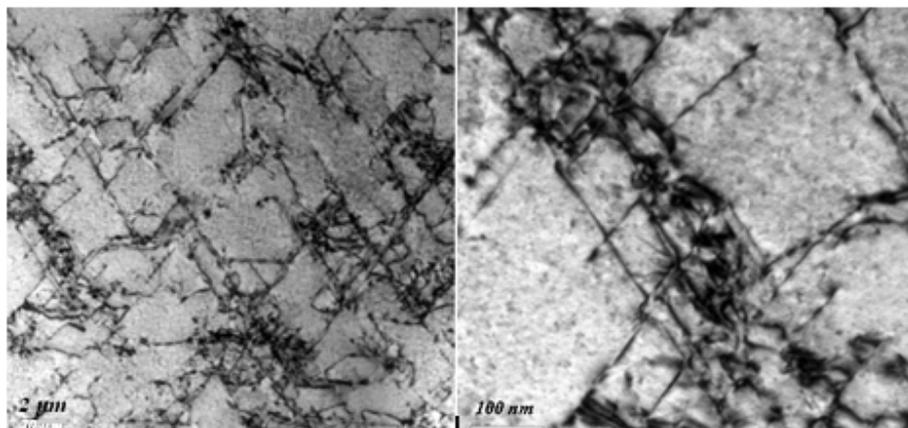


**Fig. 9.6.** Redes de dislocaciones en zona 5.

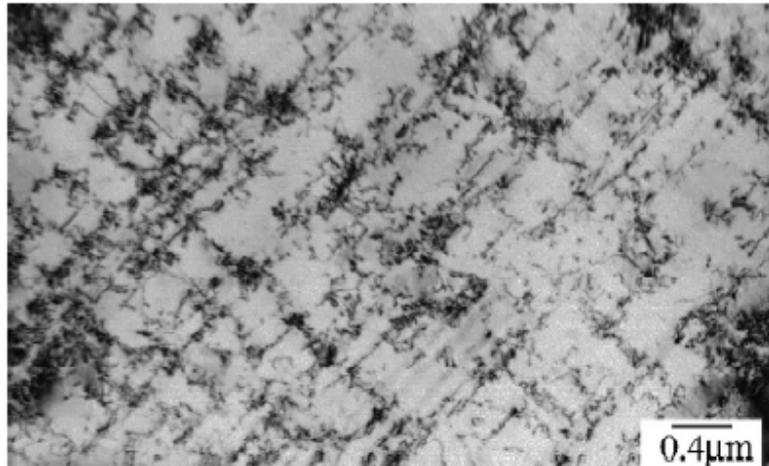


**Fig. 9.7.** Microestructura de red confusa, según Zhang, (Zhang 2002).

Para la figuras 9.8 la característica de dislocaciones en la estructura austenítica presenta arreglos de dislocaciones planares. Según Armas (2007), figura 9.9, la imagen muestra que la actividad plástico dentro de la fase austenita es casi independiente de la dureza extra exhibida por la fase ferrítica.

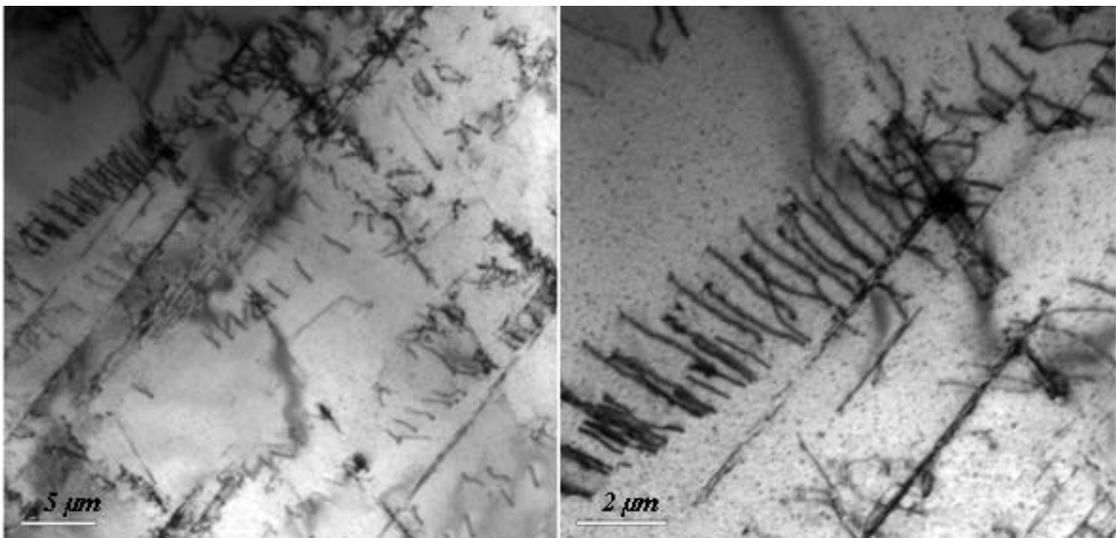


**Fig. 9.8.** Dislocaciones en estructura austenítica, zona 06.

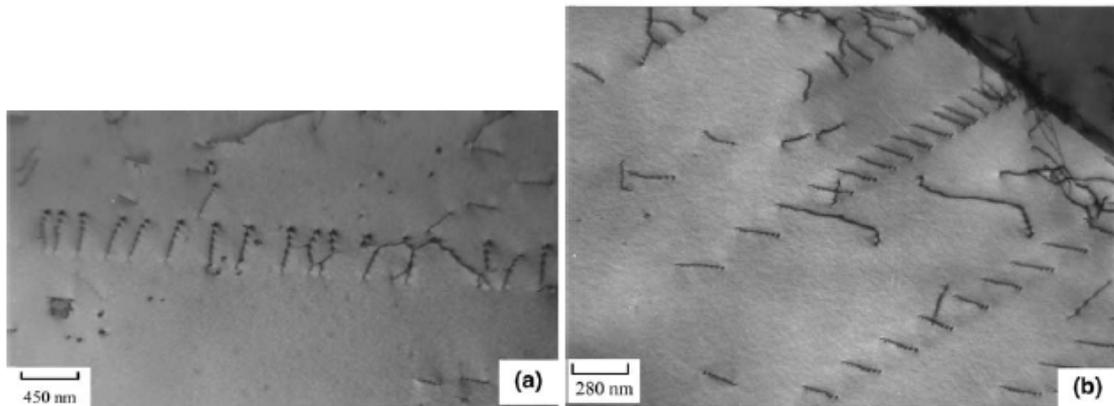


**Fig. 9.9.** Microestructura mediante TEM, según Armas, (Armas 2007).

La figura 9.10 presenta una significativa acumulación de dislocaciones. Según Gaudin (2004), figura 9.11, la estructura de este tipo de dislocaciones se desarrollan producto de cargas cíclicas, existiendo una relación entre las características de las dislocaciones y el comportamiento cíclico de la fluencia en un estado de equilibrio.



**Fig. 9.10.** Apilamiento de dislocaciones en zona 7.

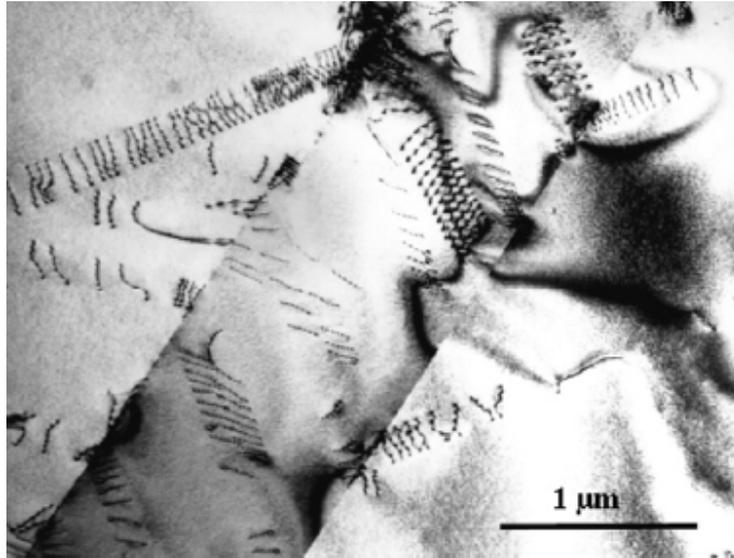


**Fig. 9.11.** Apilamiento de dislocaciones, según Gaudin, (Gaudin, 2004)

La figura 9.12 muestra tonos oscuros posiblemente por cuñas demasiado gruesas. Sin embargo es posible afirmar que la morfología del material consiste absolutamente en granos austeníticos con dislocaciones de baja densidad, se puede apreciar dislocaciones libres y dislocaciones en bandas coplanares. Según Frechard 2007, figura 9.13, estas últimas se amontonan en las fronteras de grano o en interfaces coherentes de recristalización doble.



**Fig. 9.12.** Cuña un poco gruesa con presencia de dislocaciones de baja densidad, zona 07



**Fig. 9.13.** Dislocaciones de baja densidad, (Frechard 2007)

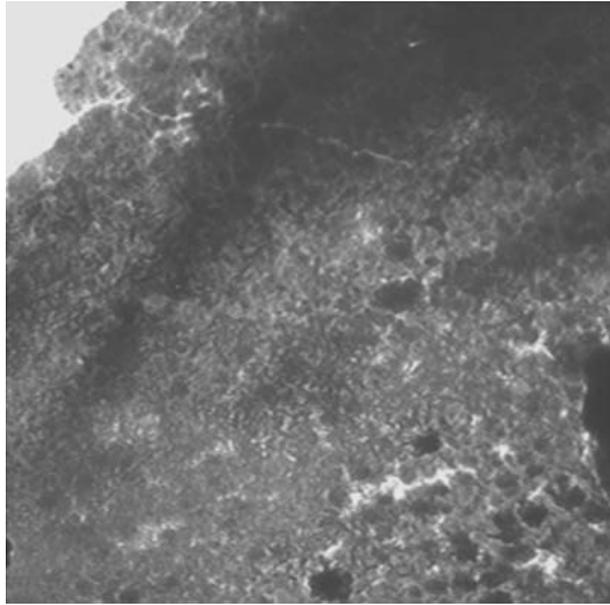
## 9.2. Muestras acero al silicio

En el caso de las muestras analizadas en nuestras dependencias, se crean múltiples conflictos principalmente en la preparación de las láminas delgadas. A pesar de los esfuerzos realizados no fue posible crear una muestra suficientemente delgada ideal para nuestro microscopio.

La figura 9.14, 9.15 muestra imágenes de tomadas mediante el Hitachi H-700h con muy malos resultados, se aprecian grandes contrastes en tonos oscuros. Posiblemente las láminas aún están demasiado gruesas, o la aceleración de electrones no fue la suficiente. Sin embargo es necesario mencionar que se trabajó con la mayor minuciosidad tratando de lograr la máxima eficiencia del equipo.

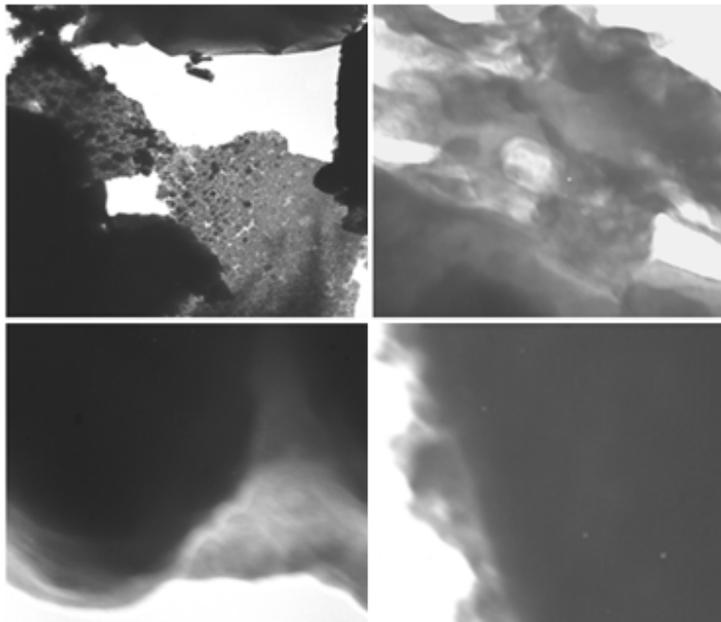
Por lo tanto para este equipo la única opción es crear láminas más delgadas. Sin embargo a pesar de los esfuerzos, mediante el TenuPol-5 fue el mejor resultado obtenido.

Se presume que el equipo tiene una seria falla operacional que no me permite adelgazar más las muestras.



**Fig. 9.14.** Imagen Obtenida mediante el Hitachi H-700h.

La figura 9.15 muestra fotografías de distintos sectores de las cuñas claramente son demasiados gruesos y como consecuencia se notan tonos excesivamente oscuros. Por lo tanto el voltaje utilizado no fue suficiente para que los electrones atravesaran la muestra, en definitiva es una pésima muestra para este microscopio.



**Fig. 9.15.** Imagen de cuñas obtenida mediante el Hitachi H-700h.

## Conclusiones

De acuerdo a los objetivos planteados y la investigación realizada es posible concluir:

1. La investigación de materiales mediante TEM, depende en gran medida de la creación de buenas láminas delgadas, de ahí la importancia y la dedicación minuciosa que se debe prestar a esta etapa.
2. TenuPol-5 es un equipo de última generación que permite generar muestras de excelente calidad de acuerdo a lo requerido por TEM. Sin embargo, presenta falencias importantes, por ejemplo, no permite un control absoluto del proceso exigiendo un gran dominio en su manipulación.
3. Mediante los múltiples ensayos en TenuPol-5, es posible concluir que el tiempo de pulido es inversamente proporcional al voltaje y directamente proporcional al espesor de la muestra.
4. Las condiciones óptimas de montaje para láminas delgadas obedecen estrictamente al espesor de ésta, se recomienda espesores por debajo de  $100\mu m$ , asegurando un proceso de electropulido eficiente.
5. No es posible determinar y asignar un tiempo exacto para una determinada pieza, por ello es recomendable controlar el adelgazamiento mediante la cantidad de luz que atraviese la muestra.
6. Respecto a la muestra del rotor fracturado, no es posible emitir mayores comentarios debido a las dificultades de lograr un pulido perfecto, según el material. Por lo tanto las imágenes obtenidas por TEM son deficientes.
7. Mediante análisis SEM del rotor, es posible afirmar que las fisuras y posterior fractura se inician por un proceso de desgaste superficial ante cargas reiteradas, dando origen a microdeformaciones y microfracturas. El mapping atómico en una grieta muestra en su interior una presencia muy pobre de hierro,

pero gran presencia de silicio. Tomando propiedades de gran resistencia pero frágil ante sollicitaciones de cargas cíclicas.

**8.** Un análisis macroscópico a la muestra inoxidable revela múltiples y profundas fisuras en toda la superficie. Mediante los análisis SEM es posible afirmar una evidente falla en su fabricación, principalmente un proceso de enfriado no adecuado, generando granos no uniformes, contracciones térmicas y nucleación heterogéneas.

**9.** El análisis TEM de la muestra inoxidable se divide en siete zonas para conocer el comportamiento en diversos puntos. Cada zona presenta un apilamiento de dislocaciones, por lo tanto se trata de un material de red no uniforme con múltiples planos desplazados. Dicho apilamiento se asocia a la acción de esfuerzo y tensiones microestructurales del material producto de microdeformaciones, posiblemente a partir de tensiones generadas en el enfriamiento.

**10.** La acción correctiva a la muestra inoxidable hace hincapié a un tratamiento térmico de homogenización de tal manera que la temperatura y tiempo logren homogeneizar los granos, se controlen segregaciones y exista difusión de los elementos para la formación de fases que componen el material.

De acuerdo a las hipótesis planteadas:

**11.** Se puede concluir que la relación entre microestructura (TEM) y las fallas que presentaron los materiales se focalizan en términos de la composición química, condición superficial y esfuerzo-deformación a que fueron sometidas las piezas falladas.

**12.** TEM requiere muestras muy delgadas que sean “transparente” al paso de los electrones, para obtener buenos resultados. Esto se demuestra mediante la muestra fabricada en nuestras dependencias, no siendo suficientemente delgada generando una pésima imagen TEM.

## **Bibliografía**

### **Libros**

[1] Askeland, D.R, 1998. Ciencia e Ingeniería de los materiales. 3 ed. México: International Thomson editores S.A.

[2] ASM international Handbook Committee. 2004. ASM Handbook Volumen 9: Metallography and Microstructures. Editado por ASM International.

[3] ASM international Handbook Committee. 1986. ASM Handbook Volumen 10: Materials Characterization. 9 ed. Editado por ASM International.

[4] Callister, W.D, 1997. Introducción a la Ciencia e Ingeniería de los Materiales. Edición en español. Barcelona: Reverté S.A. Vol. I-II.

[5] Greaves, R. H. 1966. Metalografía microscópica práctica. Ediciones Urmo

[6] Smith, W. F, 1998. Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales. 3 ed. Madrid: Mc Graw-Hill.

[7] Sturla, A. E. & E. Castellano 1951. Metalografía microscópica: guía práctica de metalografía microscópica y macrografía. Buenos Aires: Alsina. 278pp.

### **Tesis**

[1] Jimenez V, F, 2007. Sistemas magnéticos granulares en láminas delgadas de hierro preparadas por sputtering. Tesis Dr. Madrid, Departamento de Física Aplicada Universidad Autónoma de Madrid. (Disponible en [http://www.icmm.csic.es/amm/Tesis\\_Felix.pdf](http://www.icmm.csic.es/amm/Tesis_Felix.pdf), consultado: 1 de octubre de 2007)

[2] Rosado, G. M. 2006. Aplicación de materiales nanoestructurados en celdas de combustible como una fuente alterna de energía. Tesis Ing. Cancún. (Disponible en <http://biblioteca.coqcyt.gob.mx/bvic/Captura/upload/APLICACION-DE-MATERIALES-TESIS.pdf>, consultado: 12 de marzo de 2007)

[3] Santamarta M, R, 2001. Caracterización de aleaciones base ni-ti producidas por solidificación rápida (melt-spinning). Tesis Dr. Palma, Dpto Fisica Universitat de les Illes Balears. (Disponible en [http://www.tdr.cesca.es/TESIS\\_UIB/AVAILABLE/TDX-0308105-112901//trsm1de1.pdf](http://www.tdr.cesca.es/TESIS_UIB/AVAILABLE/TDX-0308105-112901//trsm1de1.pdf), consultado 10 de octubre de 2007)

[4] Varela del A, M, 2001. Crecimiento y caracterización de superredes basadas en Superconductores de Alta Temperatura Crítica: relación entre microestructura y propiedades. Tesis Dr. Madrid, Departamento de Física Aplicada Universidad Complutense de Madrid.

### **Publicaciones científicas**

[1] Zhang, H. W.; Z. K. Hei; G. Liu; J. Lu; K. Lu. 2002. Formation of nanostructured surface layer on AISI 304 stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment. Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, Chinese .pp. 1875-1876. (Diponible en [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com), consultado 20 de octubre de 2008)

[2] Cho. H.; B. Koo; I. Sup; Ch. Jang. 2007. Low cycle fatigue behaviors of type 316LN austenitic stainless steel in 310 °C deaerated water–fatigue life and dislocation structure development. Department of Nuclear and Quantum Engineering, Korea Advanced Institute of Science and Technology. pp 251-252. (Diponible en [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com), consultado 20 de octubre de 2008)

[3] Armas, A. F.; S. Hereñú; I. Alvarez; S. Degallaix; A. Condó; F. Lovely. 2000. The influence of temperature on the cyclic behavior of aged and unaged super duplex stainless steels, Centro Atómico Bariloche de Bariloche, Argentina. pp. 1875, 1876. (Disponible en [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com), consultado 20 de octubre de 2008)

[4] Gaudin, C.; X. Feaugas. 2004. Cyclic creep process in AISI 316L stainless steel in terms of dislocation patterns and internal stresses. Lab. Roberval, Université de Technologie de Compiègne, France. pp. 3102. (Disponible en [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com), consultado 20 de octubre de 2008)

[5] Fréchar, S.; A. Redjaïmia; E. Lach; A. Lichtenberger. 2007. Dynamical behaviour and microstructural evolution of a nitrogen-alloyed austenitic stainless steel. Laboratoire de Science et Génie des surfaces, France. pp. 94. (Disponible en [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com), consultado 20 de octubre de 2008)

[6] Ruska, E. 1986. The development of the electron microscope and of electron microscopy. Berlin. pp. 355-378.

### **Congreso**

[1] Calderón, H. A. 2006. "La microscopía electrónica de alta resolución: alcances, limitaciones y aplicaciones en materiales" VI Congreso de Metalurgia y Materiales, CONAMET/SAM. Santiago 2006.

[2] Ponce, F. 2006. "Avances y perspectivas en nanotecnología". VI Congreso de Metalurgia y Materiales, CONAMET/SAM. Santiago 2006.

### **Revistas catálogos y manuales**

[1] Buehler. 2006. Quality at work- 2006 International consumable buyer's guide. Illinois, EE.UU. Ediciones Buehler Ltda.

[2] FEI Company. 2004. All you wanted to know about electron microscopy, but didn't dare to ask. FEI company, tools for nanotech. (Disponible en [http://www.fei.com/uploadedfiles/Documents/Content/2006\\_06\\_AllYouWanted\\_p b.pdf](http://www.fei.com/uploadedfiles/Documents/Content/2006_06_AllYouWanted_p b.pdf), consultado 12 de Julio de 2007)

[3] Hitachi. 1981. Hitachi H-700h, Analytical High Voltage TEM.

[4] Leica. 2000. La polarización de la luz. Educational and Analytical Division

[5] Leica. 2000. La teoría del microscopio. Educational and Analytical Division

[6] Ordoñez, S. s.f. Técnicas experimentales en metalurgia, apuntes área ciencia de materiales USACH, (Disponible en <http://www.metalurgiausach.cl/TECNICAS%20EXPERIMENTALES/UNID6.pdf>, consultado 05 de marzo de 2007).

[7] Struers. 2003. TenuPol-5 Instruction Manual. Ediciones Struers.

[8] Struers 1997. Materialography consumable catalogue. Ediciones Struers.

[9] Struers 2001. Materialography, Equipment, consumables and accessories for preparation and analysis of materials. Ediciones Struers.

### **Dirección electrónica**

[1] [www.struers.com](http://www.struers.com).

[http://www.struers.com/default.asp?top\\_id=3&doc\\_id=282](http://www.struers.com/default.asp?top_id=3&doc_id=282)

[2] [www.buehler.com](http://www.buehler.com)

## **Anexos**

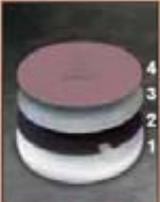
Anexo 1. Paños de pulir Buehler, (Buehler, 2006).

Grinding/Polishing

Laboratory  
Grade



**The Buehler Apex® System** - Practical Solutions For Your Laboratory! Combining the Apex® M & B Quick Change Magnetic System, the Apex® MagnoSys, and ApexHercules® H & S Rigid Grinding Discs, the new Apex® Diamond Grinding Discs (DGD), the new Apex® DGD Color Discs, and the Apex® Storage Cabinets give you the ultimate versatility.



Platen (1), Apex® M (2), Apex® B (3), and Apex® DGD (4)

European/USA Equivalency Grit Guide

FEPA (Europe)		ANSI/CAMI (USA)		Emery
Grit Number	Size (µm)	Grit Number	Size (µm)	
P60	269.0	60	268.0	
P80	201.0	80	188.0	
P100	162.0	100	148.0	
P120	127.0	120	116.0	
P180	78.0	180	78.0	3
P240	58.5	220	66.0	2
P280	52.2	240	51.8	
P320	46.2			
P360	40.5	280	42.3	1
P400	35.0	320	34.3	0
P500	30.2	360	27.3	
P600	25.8			
P800	21.8	400	22.1	00
P1000	18.3	500	18.2	000
P1200	15.3	600	14.5	
P1500	12.6	800	12.2	0000
P2000	10.3	1000	9.2	
P2500	8.4	1200	6.5	
P4000*	5.0*			

*The chart shows the midpoints for the size ranges for ANSI/CAMI graded paper according to ANSI standard B74.18-1996 and for FEPA graded paper according to FEPA standard 43-G8-1984 (R1997). The ANSI/CAMI standard lists SiC particle sizes ranges up to 600 grit paper. For finer grit ANSI/CAMI papers, the particle sizes come from the CAMI booklet, Coated Abrasive (1996).*

\* FEPA grades finer than P2500 are not standardized and are graded at the discretion of the manufacturer. In practice, the above standard values are only guidelines and individual manufacturers may work to a different size range and mean value.

**Apex® Quick-Change Magnetic System** is a patented magnetic-based system used in conjunction with either abrasive surfaces or polishing cloths. Apex® consists of two components. The first is the Apex® M reusable, long-life magnetic disc. With a pressure sensitive adhesive (PSA) backing on one side, the Apex® M disc can be used on any conventional platen. The second component is the Apex® B bimetallic plate and is used between the Apex® M disc and any PSA backed abrasive surface, polishing cloth or other consumable of choice.

Apex® M Discs – PSA Backed

Type	Quantity	Size	Catalog Number	Price
Magnetic Disc	1	8" (203mm)	41-2739-608-001	
Magnetic Disc	1	10" (254mm)	41-2739-610-001	
Magnetic Disc	1	12" (305mm)	41-2739-612-001	
Magnetic Disc	1	14" (350mm)	41-2739-614-001	

Apex® B Plates

Type	Quantity	Size	Catalog Number	Price
Bimetallic Plate	1	8" (203mm)	41-2739-208-001	
Bimetallic Plate	1	10" (254mm)	41-2739-210-001	
Bimetallic Plate	1	12" (305mm)	41-2739-212-001	
Bimetallic Plate	1	14" (350mm)	41-2739-214-001	

Apex® B Removal Tool

Type	Quantity	Catalog Number	Price
Apex B Removal Tool	1	41-2739	

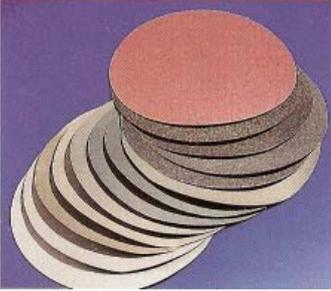
24

**To Order, Call Toll-Free 1-800-BUEHLER (1-800-283-4537)**

Effective January 1, 2007

## Anexo 2. Paños de pulir Struers, (Struers, 1997).

### Consumables for Mechanical Preparation



**Grinding with Grinding Paper**

Silicon carbide (SiC) wet grinding paper for metallographic grinding. Comes in discs, strips and rolls fitting all machines. High quality paper which assures an efficient abrasion rate and good wearability, providing optimal results in a short time. Available in a number of grain sizes according to FEPA-standards down to 4000 grit.

**PG-paper** with  $Al_2O_3$  /  $ZrO_2$  grains, for plane grinding when no grinding stone is available.



**Grinding with Diamonds**

**MD-Piano:** A diamond disc for plane grinding materials in the hardness range HV 150-2000. It replaces up to 100 pieces of SiC-Paper and guarantees high, consistent material removal rates, and maximum flatness. Part of the MD (Magnetic Disc) system. See page 9.

**Diamond Pad:** A universal self-adhesive metal or resin-bonded diamond pad for grinding all types of solid materials including hard and brittle materials such as rocks, minerals, ceramics, sintered carbides, composites etc.

**Diamond Grinding Disc:** Bakelite-bonded grinding disc, especially suited for hard and brittle materials as well as composites. Both are available in several diameters and grain sizes.



**Fine Grinding**

**MD-Allegro** is a maintenance-free fine grinding disc for harder materials, providing high removal rate and maximum edge retention and planeness.

**MD-Largo** is designed for soft materials in the range HV 40-150, or composites with a soft matrix. MD-Largo and Allegro are also part of the MD (Magnetic Disc) system. See page 9.

**Petrodisc-M** is a composite disc which provides good edge retention and planeness.

**DP-Plan** is a fine grinding cloth for most standard preparations. All these preparation discs are used with **DP-Suspension** or **DP-Spray** for one step fine grinding.

### Try the Magnetic Way!



**MD System**

Struers Magnetic Disc System, MD-System, has revolutionised the way metallographic samples are prepared. A single magnetic disc is used to support all the consumables needed for grinding and polishing. Metal-backed grinding and polishing discs are available, meaning an operator can quickly and easily change between discs, saving time and operating costs.

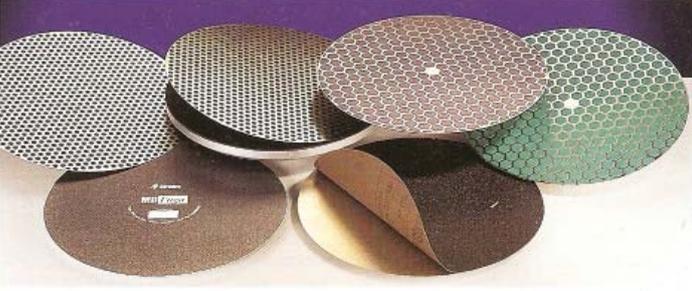
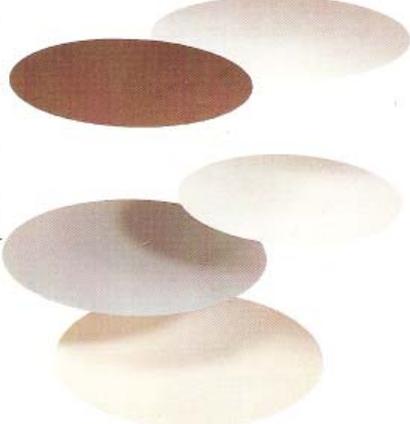
**MD Grinding Discs:** The grinding discs available for the MD-System make it possible to reduce the typical grinding process involving SiC-Paper to just two steps, and cut total preparation time.

**MD-Piano** is a diamond disc for plane grinding of materials in the hardness range HV 150-2000. It replaces up to 100 pieces of SiC-Paper and guarantees high, consistent material removal rates, and maximum flatness.

**MD-Largo** and **MD-Allegro** are two composite discs for fine grinding. MD-Largo is designed for soft materials in the range HV 40-150, or composites with a soft matrix. MD-Allegro is used for materials with a hardness higher than HV 150. Again, a process that required successive grades of SiC-Paper can be replaced by a single step, and the use of diamond abrasive with the discs guarantees optimum planeness.

**MD Polishing Cloths:** Struers' full range of polishing cloths is also available for use with the MD-System. The cloths have a long life, and the patented laminar structure ensures the full benefit of the diamonds.

**MD-Concert** a high capacity storage cabinet for compact storing of 9 MD preparation surfaces completes the system.

**MD-Polishing Cloth Selection Guide**

Cloth	Characteristics	Recommended use	Abrasive range	Resilience	Hardness
MD-Plan	Coated, woven polyester	Fine grinding of soft material Pre-polishing of hard materials	15 - 3 µm	Very low	Hard
MD-Pan	Impregnated, non-woven technical textile	Fine grinding of soft material Pre-polishing of hard and brittle materials	15 - 3 µm	Very low	Hard
MD-Sat	Woven acetat	Fine grinding and polishing of ferrous metals, non ferrous metals, coatings and plastics	9 - 1 µm	Medium	Hard
MD-Dur	Satin woven natural silk	Fine grinding and polishing of ferrous metals, non ferrous metals, coatings and plastics	9 - 1 µm	Medium	Hard
MD-Dac	Satin woven acetat	Polishing of all materials	9 - 3 µm	Medium	Hard
MD-Mol	Taffeta woven 100 % wool	Polishing of ferrous and non ferrous metals and polymers	≤ 3 µm	High	Soft
MD-Plus	Synthetic nap	One step polishing for sintered carbides and steels	≤ 3 µm	High	Soft
MD-Floc	Synthetic nap	Polishing of all materials	≤ 3 µm	Very high	Very soft
MD-Nap	Synthetic short nap	Final polishing of all materials	≤ 1 µm	Very high	Very soft
MD-Chem	Porous neoprene	Final polishing of all materials	< 1 µm	High	Soft

**Maintenance**

The MD-Consumables are practically maintenance-free which makes them very easy to use.

MD-Primo	A brief dressing of the SiC layer is necessary from time to time
MD-Piano for PG	A brief dressing of the diamond layer is necessary from time to time
MD-Forte	A brief dressing of the diamond layer is necessary from time to time
MD-Largo	Are virtually maintenance-free though occasional cleaning is recommended.
MD-Allegro	Are virtually maintenance-free though occasional cleaning is recommended.
MD-Piano for FG	A brief dressing of the diamond layer is necessary from time to time
MD-Cloths	No maintenance

Magnetic supporting disc								
Name	Disc dia. 350 mm (14")	Disc dia. 300 mm (12")	Disc dia. 250 mm (10")	Disc dia. 200 mm (8")				
MD-Disc	DEMI 02426933	DEMAL 02426918	DEMIF 02426919	DEMLA 02426920				
Grinding surfaces for plane grinding								
Name	Application	HV	Abrasive/ Bond	Grit	Disc dia. 350 mm (14")	Disc dia. 300 mm (12")	Disc dia. 250 mm (10")	Disc dia. 200 mm (8")
MD-Primo 120	Soft materials	40-250	SIC/ Resin	120	MAROB 40800118	MAFAX 40800087	MARFI 40800086	MAROT 40800085
MD-Primo 220	Soft materials	40-250	SIC/ Resin	220	MARBO 40800119	MARAX 40800090	MARIF 40800089	MARTO 40800088
MD-Plano 80	Non ductile materials	>150	Diamond/ Resin	80	MANPX 40800116	MANPA 40800100	MANPI 40800099	MANPO 40800098
MD-Plano 120	Non ductile materials	>150	Diamond/ Resin	120		MANAX 40800093	MANIF 40800092	MANTO 40800091
MD-Plano 220	Non ductile materials	>150	Diamond/ Resin	220	MANOX 40800117	MANXA 40800096	MANFI 40800095	MANOT 40800094
MD-Forte 120	Non ductile materials	>40	Diamond/ Nickel	120		MAFAX 40800103	MAFIF 40800102	MAFOT 40800101
Grinding surfaces for fine grinding								
Name	Application	HV	Abrasive/ Bond	Grit Grain size	Disc dia. 350 mm (14")	Disc dia. 300 mm (12")	Disc dia. 250 mm (10")	Disc dia. 200 mm (8")
MD-Largo	Soft materials and composites	>40	*	from 9 to 3 µm	MALBO 40500141	MALAX 40500099	MALIF 40500098	MALTO 40500097
MD-Allegro	All materials	>150	*	from 9 to 6 µm	MADBO 40500140	MADAX 40500067	MADIF 40500066	MADTO 40500065
MD-Plano 600	All materials	>150	Diamond/ Resin	600		MANEL 40800107	MANIL 40800106	MANOL 40800105
MD-Plano 1200	All materials	>150	Diamond/ Resin	1200		MANLE 40800107	MANLI 40800106	MANLO 40800105
Other consumables								
Name	Application	HV	Abrasive/ Bond size	Grit Grain	Disc dia. 350 mm (14")	Disc dia. 300 mm (12")	Disc dia. 250 mm (10")	Disc dia. 200 mm (8")
MD-Fuga	Adhesive disc for SIC-Paper	30-800	**	#80- 4000		MUGMA 49900023	MUGFI 49900022	MUGTO 49900021
MD-Rondo	Adapter for use with self-adhesive polishing cloths	All	***	All	RONBO 40503083	RONAL 40503002	RONIF 40503001	RONLA 40503000
Polishing cloths								
Name	Disc dia. 300 mm (12")	Disc dia. 250 mm (10")	Disc dia. 200 mm (8")					
MD-Plan	MEPLA 40500088	MUPLA 40500087	MAPLA 40500086					
MD-Pan	MEPAN 40500402	MUPAN 40500401	MAPAN 40500400					
MD-Sat	MESAT 40500408	MUSAT 40500407	MASAT 40500406					
MD-Dur	MEDUR 40500076	MUDUR 40500075	MADUR 40500074					
MD-Dac	MEDAC 40500073	MUDAC 40500095	MADAC 40500071					
MD-Mol	MEMOL 40500079	MUMOL 40500078	MAMOL 40500077					
MD-Plus	MEPLU 40500091	MUPLU 40500090	MAPLU 40500089					
MD-Floc	MEFLO 40500405	MUFLO 40500404	MAFLO 40500403					
MD-Nap	MENAP 40500082	MUNAP 40500081	MANAP 40500080					
MD-Chem	MECHE 40500094	MUCHE 40500093	MACHE 40500092					

**Anexo 3.** Tabla de Reactivos para ataque Químico, (ASM international Handbook. Volumen 9, 2004).

No. of etchant	Name of etchant	Composition	Comments	Ref
1	Nital	96–98 mL ethanol 2–4 mL nitric acid (HNO <sub>3</sub> )	Most common etchant for iron, carbon, alloyed steels, and cast iron. Reveals alpha grain boundaries and constituents. The 2 or 4% solution is commonly used. Use by immersion of sample for up to 60 s.	Ref 4 p 648
2	Picral	4 g picric acid ((NO <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> OH) 100 mL ethanol	Recommended for structures consisting of ferrite and carbides. Does not reveal ferrite grain boundaries and martensite as-quenched. Addition of approximately 0.5–1% zephiran chloride improves etch rate and uniformity.	Ref 4 p 648
3	Glyceregia (modified)	3 parts glycerine 2 parts hydrochloric acid (HCl) 1 part nitric acid (HNO <sub>3</sub> )	For austenitic stainless steels and cast irons. Reveals grain structure; outlines sigma and carbides. Mix fresh; do not store. Use by swabbing. Heat up to 50 °C (120 °F) when etching time at 20 °C (70 °F) does not bring results.	Ref 4 p 634
4	Alkaline sodium picrate (ASP)	2 g picric acid ((NO <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>2</sub> OH) 25 g sodium hydroxide (NaOH) 100 mL distilled water	Immerse sample in solution at 60–70 °C (140–160 °F) for 1–3 min. Colors cementite (Fe <sub>3</sub> C) dark brown to black, depending on etching time.	Ref 4 p 646
5	Klemm I	50 mL sat. aq. sodium thiosulfate (Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·5H <sub>2</sub> O) 1 g potassium metabisulfite (K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	Immerse sample for 40–100 s. Reveals phosphorus segregation (white); colors ferrite blue or red; martensite brown; cementite and austenite are unaffected	Ref 4 p 642
6	Beraha CdS	240 g aq. sodium thiosulfate (Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ·5H <sub>2</sub> O) 30 g citric acid (C <sub>6</sub> H <sub>8</sub> O <sub>7</sub> ·H <sub>2</sub> O) 20–25 g cadmium chloride (CdCl <sub>2</sub> ·2.5H <sub>2</sub> O) 100 mL distilled water	Tint etch for iron, steel, cast irons, and ferritic and martensitic stainless steel. Dissolve in order shown. Allow each to dissolve before adding next. Allow to age 24 h at 20 °C (70 °F) in a dark bottle. Before use, filter 100 mL of solution to remove precipitates. Preetch with a general-purpose reagent. Etch 20–90 s; good for 4 h. For steels and cast irons, after 20–40 s only ferrite is colored, red or violet. Longer times color all constituents: ferrite is colored yellow or light blue; phosphide, brown; carbide, violet or blue. For stainless steels, immerse sample 60–90 s; carbides are colored red or violet-blue; matrix, yellow; colors of ferrite vary. Sulfides red-brown after 90 s	Ref 4 p 644

### Anexo 4. Tabla para selección de discos de corte.

Selección discos Buehler, (Buehler, 2006).

**½" (12.7mm) Arbor Wafering Blades for IsoMet® Low Speed, IsoMet® 1000, 2000, 4000 and 5000 Saws, with one dressing stick, packaged one per box**

Recommended Use	Diameter	Thickness	Use with Saws*	Catalog Number	Price
<b>Series 30 High Concentration Diamond</b> for use with polymers, rubber, and other soft, gummy materials*	5" (127mm)	.030" (0.76mm)	1k, 2k, 4k, 5k	11-4239	
	7" (178mm)	.030" (0.76mm)	1k, 2k, 4k, 5k	11-4241	
	8" (203mm)	.035" (0.9mm)	4k, 5k	11-4242	
<b>Series 20 High Concentration Diamond</b> , for aggressive general sectioning of ferrous materials and nonferrous materials	5" (127mm)	.020" (0.5mm)	All	11-4215	
	7" (178mm)	.025" (0.6 mm)	1k, 2k, 4k, 5k	11-4237	
	8" (203mm)	.035" (0.9mm)	4k, 5k	11-4238	
<b>Series 15 High Concentration Diamond</b> , for routine use, metal matrix composites, PC boards, bone, titanium, thermal spray coatings	3" (76mm)	.006" (0.15mm)	All**	11-4243	
	4" (102mm)	.012" (0.3mm)	All	11-4244	
	5" (127mm)	.015" (0.4mm)	All	11-4245	
	6" (152mm)	.020" (0.5mm)	1k, 2k, 4k, 5k	11-4246	
	7" (178mm)	.025" (0.6mm)	1k, 2k, 4k, 5k	11-4247	
	8" (203mm)	.035" (0.9mm)	4k, 5k	11-4248	
<b>Series 20 Low Concentration Diamond</b> , for use with hard tough materials, structural ceramics, boron nitride, silicon nitride	5" (127mm)	.020" (0.5mm)	All	11-4225	
	7" (178mm)	.025" (0.6mm)	1k, 2k, 4k, 5k	11-4227	
	8" (203mm)	.035" (0.9mm)	4k, 5k	11-4228	
<b>Series 15 Low Concentration Diamond</b> , for use with hard brittle materials, structural ceramics, glass, electronic substrates, alumina, zirconia, concrete	3" (76mm)	.006" (0.15mm)	All**	11-4253	
	4" (102mm)	.012" (0.3mm)	All	11-4254	
	5" (127mm)	.015" (0.4mm)	All	11-4255	
	6" (152mm)	.020" (0.5mm)	1k, 2k, 4k, 5k	11-4276	
	7" (178mm)	.025" (0.6mm)	1k, 2k, 4k, 5k	11-4277	
	8" (203mm)	.035" (0.9mm)	4k, 5k	11-4279	
<b>Series 10 Low Concentration Diamond</b> , for use with medium to soft ceramics, electronic packages, GaAs, AlN, and glass fiber reinforced composites	3" (76mm)	.006" (0.15mm)	All**	11-4283	
	5" (127mm)	.015" (0.4mm)	All	11-4285	
	7" (178mm)	.020" (0.5mm)	1k, 2k, 4k, 5k	11-4287	
<b>Series 5 Low Concentration Diamond</b> , for use with soft friable ceramics, composites with fine reinforcing media, CaF <sub>2</sub> , MgF <sub>2</sub> , and carbon composites	8" (203mm)	.035" (0.9mm)	4k, 5k	11-4288	
	3" (76mm)	.006" (0.15mm)	All**	11-4298	
	5" (127mm)	.015" (0.4mm)	All	11-4295	

\* LS = IsoMet Low Speed 1k = IsoMet 1000 2k = IsoMet 2000 4k = IsoMet 4000 5k = IsoMet 5000  
For appropriate selection of dressing sticks for use with the IsoMet Diamond Wafering Blades, see page 12.

\*\* 3" blade provides best cut on the IsoMet LS Saw.

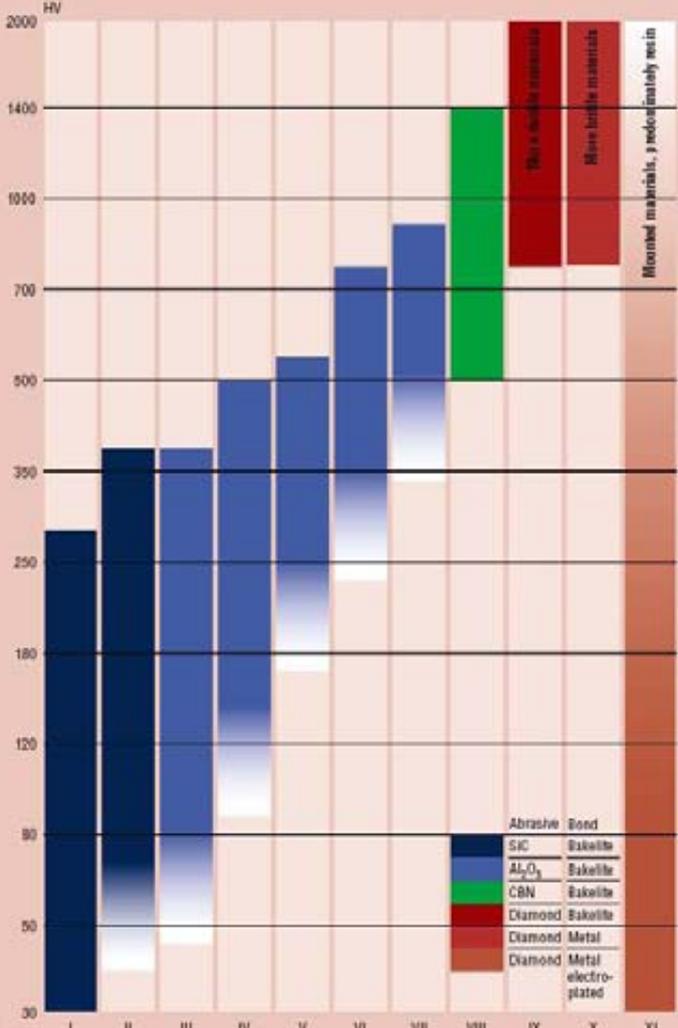
\* Series 30 Blades do not come with dressing stick as they do not require dressing

Selección discos Struers, (Struers, 1997).



## Select the correct cut-off wheel

- Go upwards on the y-axis of the overview to the right until you find the hardness value of your material.
- Move to the right, until you cross the cut-off wheel that fits your application. If you only have one material to cut, find the wheel where your material's hardness is placed as close to the middle as possible. For two or more materials, see if you can find a wheel that covers the whole hardness range. The bars that fade out at the bottom represent wheels that can be used for lower hardness also. However, this is not a very economical solution, and it should only be used in exceptional cases.
- Find the number (I-XI) of the respective wheel, and see the table below for the code of the correct wheel for your cut-off machine.



Abrasive	Bond
SIC	Bakelite
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Bakelite
CBN	Bakelite
Diamond	Bakelite
Diamond	Metal
Diamond	Metal electroplated



Application													
Cut-off machine	Std. wheel size*												
Exotom-100/150	432 x 3.0 x 32	106MA	106MA	104MA	104MA	102MA	102MA	101MA	108MA <sup>1</sup>	26EX <sup>2</sup>	85EX <sup>3</sup>	89EX <sup>3</sup>	
Axatom (1.950 rpm)	250 x 2.5 x 32	1052S	2052S	20A2S	20A2S	30A2S	40A2S	50A2S	60A2S	80C2S	80D2S	80D2S	
Unatom-27.5/-50 (2.725 rpm)	1052S	3052S	20A2S	30A2S	40A2S	50A2S	60A2S	80C2S	80D2S	80D2S	M002S	E002S	
Discotom-50	300 x 2.0 x 32	560UN	560UN	540UN	540UN	530UN	510UN	510UN	580UN <sup>4</sup>	256X <sup>4</sup>	250UN <sup>4</sup>	560UN <sup>4</sup>	
Discotom-5/-6/Labotom-3	250 x 1.5 x 32	1052S	2052S	20A2S	30A2S	40A2S	50A2S	60A2S	80C2S	80D2S	M002S	E002S	
Discoplan-TS	200 x 1.0 x 22									23TRE	20TRE		
<small>1) 406 x 1.8 x 32, 2) 380 x 1.5 x 32, 3) 306 x 1.5 x 32, 4) 308 x 1.8 x 32, 5) 280 x 1.5 x 32, 6) 336 x 1.8 x 32, 7) Width = 1.1, 8) Width = 0.8, 9) Fiberglass @ inforced</small>													
Precision cut-off machine	Std. wheel size*												
Secotom-1/-10**	200 x 0.6 x 22	659CA	659CA	657CA	657CA	656CA	656CA	656CA	659CA	652CA	630CA	433CA	
Accotom-5/-50	100 x 0.5 x 12.7	459CA	459CA	457CA	457CA	456CA	456CA	456CA	459CA	452CA	430CA	433CA	
Accotom-2	125 x 0.5 x 12.7	357CA	357CA	357CA	357CA	356CA	356CA	356CA	359CA	352CA	330CA	331CA	
Minotom	125 x 0.5 x 12.7	331CA	331CA	355CA	355CA	355CA	355CA	355CA	359CA	352CA	330CA	331CA	
Wheels with special sizes	100 x 0.3 x 12.7	These wheels can be used on both Accotom-2, -5, -50 and Secotom-10 for cutting of small specimens where high precision or minimum material loss is required										230CA	231CA
	75 x 0.15 x 12.7											100CA	101CA

\* Diameter x Width x Bow in mm. \*\* On Secotom-1 only use 630CA - 652CA

**Anexo 5.** Electrolitos distribuidos por Struers (Struers, 2003).

Specification	
Electrolyte A2	Aluminium Iron Nickel Silver Steel Tin Titanium
Electrolyte A3	Martensitic Steel Molybdenum Titanium Vanadium Zirconium
Electrolyte A8	Stainless Steel Chromium Hafnium Nickel Titanium
Electrolyte AC2	Cast Iron Magnesium Nickel Steels
Electrolyte D2	Brass Copper Gold
Electrolyte E5	Brass Bronze Carbon Steel Cast Iron Materials with strongly Varying structural elements

## Anexo 6. Especificaciones técnicas, (Hitachi, 1981)

### Specifications

**Accelerating voltage:** 75, 100, 150, 175, 200 kV

**Magnification:**

	Ultra Zoom™ System, 35 steps	
	Side entry stage	Top entry stage
High resolution mode	1,000x ~ 350,000x	1,000x ~ 550,000x
Low mag mode	100x ~ 500x	200x ~ 100,000x
Selected area (S.A.)	4,000x ~ 120,000x	4,000x ~ 200,000x
Scan mode	250x	250x

**Resolution:**

	Side entry stage	Top entry stage
Crystal lattice	2.04Å (0.204 nm)	1.4Å (0.14 nm)
Point to point		3.0Å (0.3 nm)

**Electron diffraction:**

	Camera length
Selected area mode	200 ~ 1,600 mm (side entry stage) 200 ~ 1,300 mm (top entry stage)
High dispersion mode	0.5 ~ 2m
High resolution mode	470 mm

**Electron gun:** Multi-stage accelerator, self-bias, DC filament heating system  
Electromagnetic beam alignment, automatic airlock system

**Condenser lens:** Double condenser lens system  
Spot size variable in 5 steps:  
2-3-4-5-10 μm dia.  
Electromagnetic stigmator for 2nd condenser lens  
Click stop type movable aperture with 4 openings

**Specimen chamber:** Choice of two specimen entry systems either top entry or side entry

**Specimen anticontamination devices:** Liquid nitrogen cold trap built in the evacuating manifold for the specimen chamber  
Liquid nitrogen cold finger (to be positioned within objective lens polepiece gap)  
Liquid nitrogen cold trap for camera chamber available as an option

**Objective lens:** Electromagnetic stigmator, click stop type movable aperture with 4 openings  
Focusing wobbler and stepwise focusing system

**Second specimen chamber:** Click stop type field limiting aperture holder (option)  
Specimen survey holder accommodating 6 specimens on grids (option for top entry instrument only) with airlock

**Exposure meter:**

Beam current detection system with beam current readout provisions  
Lamp display system for optimum exposure  
Fully automated exposure meter system linked with shutter  
Shutter speed: 1/2 ~ 32 sec. (7 steps)  
Automatic film feeding linked with shutter (double exposure prevention and manual override)  
Film size: 82.5 mm x 118 mm, 3-1/4" x 4", or 90 mm x 120 mm cut film

**Camera system:**

No. of films: 22 sheets per loading  
Exposure size (single or two exposures per film) selector operable from outside the vacuum  
Unexposed film number indicator system  
Automatic airlock system and film desiccator  
Automatic recording system of film number, accelerating voltage, lens mode and magnification

**Vacuum system:**

Fully automated sequence control  
Ultimate vacuum:  $\sim 10^{-7}$  Torr  
Oil diffusion pump: 570 liters/sec. x 2  
Liquid nitrogen cold trap: 1,000 cc  
Buffer tank: Built in  
Fore pump: 160 liters/min. x 3  
Vacuum gauges: Pirani gauge x 5  
Penning gauge x 1

**Safety devices:**

Safety devices for power interruption, water interruption (with alarm), DP heater failure, vacuum failure, over-current, electron gun discharge, temperature rise of power transistors, and pre-evacuation failure for each pre-evacuation chamber

**Monitoring system:**

Evacuation system operation indicator panel  
Lens operating condition indicator panel  
Electron gun gas pressure indicator

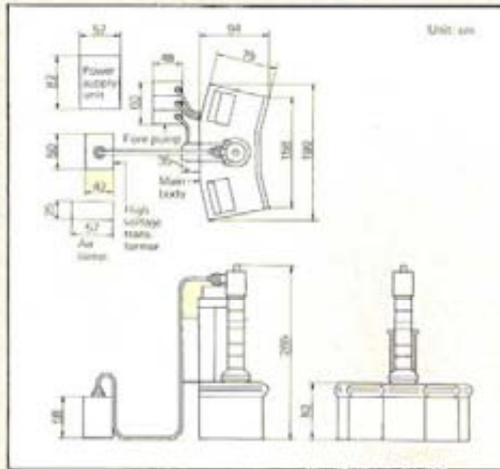
**Note:** When ordering, please specify type of specimen stage, either top entry or side entry system.

**STANDARD EQUIPMENT**

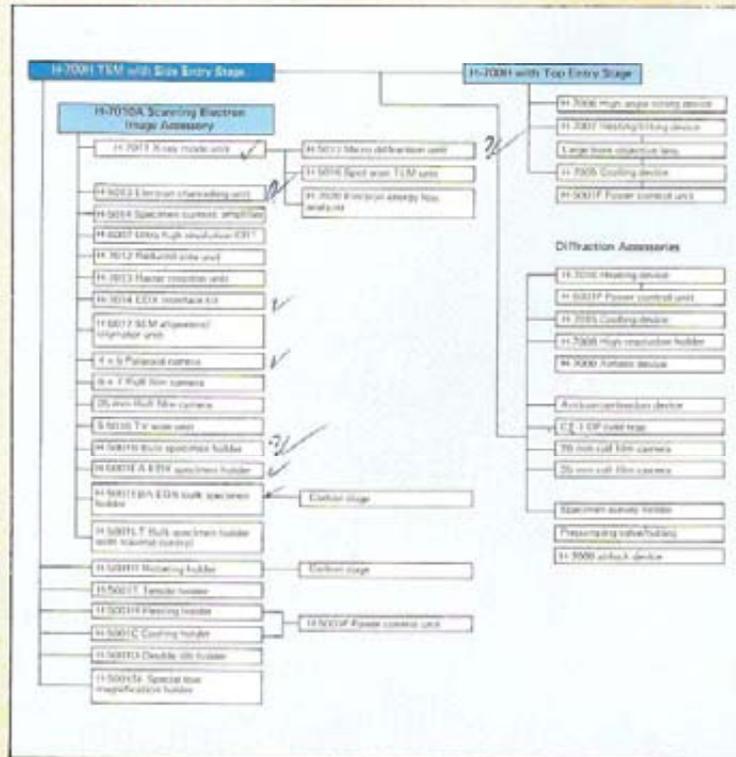
Main instrument..... 1  
High voltage generator..... 1

**INSTALLATION & LAYOUT**

**Environment:**  
 Room temperature: Less than 30°C  
 Humidity: Less than 70% (RH)  
**Power:**  
 Single phase, AC 90, 100, 115, 200, 220, 240V ±10%, 50/60Hz, 5.5 kVA  
**Water:**  
 Flow: 4 liters/min.  
 Pressure: 0.5 ~ 2 kg/cm<sup>2</sup>  
 Temperature: 5 ~ 25°C  
 10 ~ 20°C (When EDX system is installed.)  
 Tap/faucet: 10 mm O.D.  
 Drainage: Natural drain port  
**Dimensions & weight:**  
 Main instrument: 199(w) x 129(d) x 265(h) cm, 1,260 kg  
 Power supply unit: 57(w) x 87(d) x 53(h) cm, 100 kg  
 Fore pump: 60(w) x 48(d) x 30(h)cm, 90 kg (for 3 sets)  
 Air compressor: 57(w) x 25(d) x 53(h) cm, 27 kg  
 High voltage generator: 50(w) x 42(d) x 56(h) cm, 180 kg



**OPTIONAL ACCESSORIES**



**SPECIFICATIONS OF MAJOR ACCESSORIES**

1. **H-7001 eucentric side entry goniometer stage**  
 Tilt angle: ±60° with H-5001S single tilt holder  
 ±25° with EDX, EA, μ-diffraction systems  
 Resolution: 2.04Å (0.204 nm) in TEM mode
2. **H-7010A scanning electron image accessory (combined with H-7001 goniometer stage)**  
 Resolution: 15Å (1.5 nm) in STEM mode  
 30Å (3.0 nm) in SEM mode  
 2.04Å (0.204 nm) in TEM mode  
 Operating voltage: 75, 100, 150, 175 and 200 kV  
 Magnification: 100x ~ 300,000x (continuously variable)  
 Specimen tilt: ±60°
3. **H-5001R specimen rotating holder**  
 Rotation: 360°  
 Tilt angle: ±55°
4. **H-5001T tensile holder**  
 Maximum elongation/displacement: 2.5 mm  
 Tilt angle: ±55°
5. **H-5001H heating holder**  
 Heating temperature: 800°C  
 Tilt angle: ±40°
6. **H-5001C cooling holder**  
 Cooling temperature: -120°C  
 Tilt angle: ±45°
7. **H-5001D double tilt holder**  
 Tilt angle: ±45° (for both X and Y axes)
8. **H-5001B bulk specimen holder**  
 Specimen size: 20 x 6 x 2.4 (h) mm  
 Tilt angle: ±40°
9. **H-5001EA EDX specimen holder with specimen current readout**  
 Tilt angle: ±25°
10. **H-5001EBA EDX bulk specimen holder with specimen current readout**  
 Specimen size: 15 x 4 x 1.5 (h) mm
11. **H-7006 high angle tilting device**  
 Resolution: 3.4Å (crystal lattice) in TEM mode  
 Magnification: 600x ~ 350,000x  
 Tilt angle: ±35°  
 Azimuth: 360°
12. **H-7008 high resolution electron diffraction holder**  
 Resolution index: 1 x 10<sup>-6</sup> for high resolution diff.  
 2 x 10<sup>-6</sup> for high dispersion diff.  
 Camera length: 470 mm (high resolution diff.)  
 0.5 m ~ 2 m (high dispersion diff.)

(Alteration reserved.)

## Anexo 7. Propiedades químicas electrolito AC2, ([www.struers.com](http://www.struers.com))

Formado por AC2-I, AC2-II, AC2-III.

### Electrolito AC2-I

#### Identificación Hazards

El producto esta clasificado como: F; R11 XI; R41

#### Composición e Información de los componentes

El producto contiene: solventes orgánicos y agua.

%	CAS-No.:	EC No.:	Nombre Químico	Clasificación Hazard
65-85	64-17-5	200-578-6	Etanol	F;R11
5-20	71-23-8	200-746-9	Propano-1-ol	F; R11, Xi; R41 R67
<10	148-24-3	205-711-1	Quinolin-8-ol	Xn; R20/22
<10	77-92-9	201-069-1	Acido Cítrico	
<5	7732-18-5	231-791-2	Agua	

#### Medidas de primeros auxilios

**Quemaduras:** limpiar inmediatamente con abundante agua. Mientras limpia quitar la ropa de tal manera que no se adhieran al área afectada. Llamar ambulancia y continuar limpiando con abundante agua durante transporte al hospital.

**Inhalación:** trasladar al afectado al aire fresco y guardar descanso.

**Contacto de la piel:** quitar la ropa contaminada lavar con abundante agua

**Contacto con los ojos:** lavar inmediatamente con abundante agua por unos 15 minutos. Quitar cualquier lente de contacto y abrir los párpados extensamente. Si las molestias persisten trasladarlo al hospital llevando la ficha técnica del producto.

**Ingestión:** lavar inmediatamente la boca y beber abundante agua, mantener al afectado bajo observación. No inducir al vomito. Si las molestias persisten trasladarlo al hospital llevando la ficha técnica del producto.

**Ambiente:** no se espera que el producto sea peligroso al ambiente.

### **Control a la exposición y protección personal**

**Protección personal:** El equipo personal de protección se debe elegir según estándares de CEN y bajo colaboración del proveedor de equipos de protección

**Equipo respiratorio:** En caso de ventilación inadecuada y una larga exposición se debe utilizar equipo respiratorio. Utilizar equipo respiratorio con filtro de gas, tipo A2. Careta antigás con canastillo de vapor orgánico.

**Protección de manos:** Guantes resistentes al desgaste.

**Protección de ojos:** usar anteojos resistentes al desgaste/protector de la cara.

**Protección de piel:** ninguna precaución especial.

### **Características físicas y químicas**

Aspecto: líquido descolorido

Olor: olor de alcohol

pH: no relevante

Punto que hierve: 85°C

Punto de destello: 12°C

Límites de la explosión: 2 12%

Densidad relativa: 0.84

Solubilidad: Miscible con agua.

Otros datos: VOC (sustancias orgánicas volátiles): 706 g/l (calculados) (\*)

### **Electrolito AC2-II**

#### **Identificación Hazards**

El producto esta clasificado como: Xn; R20/21/22 R32

#### **Composición e Información de los componentes**

El producto contiene: Agentes corrosivos y agua

%	CAS-No.:	EC No.:	Nombre Químico	Clasificación Hazard
95-100	540-72-7	208-754-4	Sodio tiocianato	Xn, R20/21/22 R32
0-5	7732-18-5	231-791-2	Agua	

### Medidas de primeros auxilios

**Inhalación:** trasladar al afectado al aire fresco y mantenerlo bajo observación.

Si las molestias persisten trasladarlo al hospital llevando la ficha técnica del producto.

**Contacto de la piel:** quitar la ropa contaminada lavar con abundante agua y jabón.

**Contacto con los ojos:** lavar inmediatamente con abundante agua por unos 15 minutos. Quitar cualquier lente de contacto y abrir los párpados extensamente.

Si la irritación persisten trasladarlo al hospital llevando la ficha técnica del producto.

**Ingestión:** lavar inmediatamente la boca y beber abundante agua, mantener al afectado bajo observación. Si las molestias persisten buscar ayuda medica llevando la ficha técnica del producto.

**Ambiente:** no se espera que el producto sea peligroso al ambiente.

### Control a la exposición y protección personal

**Protección personal:** El equipo personal de protección se debe elegir según estándares de CEN y bajo colaboración del proveedor de equipos de protección

**Equipo respiratorio:** En caso de ventilación inadecuada y una larga exposición se debe utilizar equipo respiratorio. Utilizar equipo respiratorio de partículas, tipo P2.

**Protección de manos:** Guantes resistentes al desgaste.

**Protección de ojos:** usar anteojos o protector de la cara.

**Protección de piel:** ninguna precaución especial.

### Características físicas y químicas

Aspecto: polvo blanco

Olor: no disponible

pH: no disponible

Punto de fusión: 287°C

Punto que hierve: no disponible

Punto de destello: no disponible

Límites de la explosión: no disponible

Densidad relativa: no disponible

Solubilidad: soluble en agua

Otros datos: VOC (sustancias orgánicas volátiles): 0 g/l (\*)

### **Electrolito AC2-III**

#### **Identificación Hazards**

El producto esta clasificado como: O; R5, R8 C; R35

#### **Composición e Información de los componentes**

El producto contiene: Agentes corrosivos y agua

<b>%</b>	<b>CAS-No.:</b>	<b>EC No.:</b>	<b>Nombre Químico</b>	<b>Clasificación Hazard</b>
100	7601-90-3	231-512-4	Acido Perclorico 60%	R5 O;R8 C;R35

#### **Medidas de primeros auxilios**

**Inhalación:** trasladar al afectado al aire fresco y mantenerlo bajo observación.

Si las molestias persisten trasladarlo al hospital llevando la ficha técnica del producto.

**Contacto de la piel:** quitar la ropa contaminada lavar con abundante agua.

**Contacto con los ojos:** lavar inmediatamente con abundante agua. Quitar cualquier lente de contacto y abrir los párpados extensamente.

Si la irritación persisten trasladarlo al hospital llevando la ficha técnica del producto.

**Ingestión:** lavar inmediatamente la boca y beber abundante agua, mantener al afectado bajo observación. Si las molestias persisten buscar ayuda medica llevando la ficha técnica del producto. No inducir al vomito.

**Ambiente:** no se espera que el producto sea peligroso al ambiente.

### **Control a la exposición y protección personal**

**Protección personal:** El equipo personal de protección se debe elegir según estándares de CEN y bajo colaboración del proveedor de equipos de protección

**Equipo respiratorio:** En caso de ventilación inadecuada utilizar equipo respiratorio.

**Protección de manos:** Guantes resistentes al desgaste.

**Protección de ojos:** usar anteojos o protector de la cara.

**Protección de piel:** usar delantal resistente al desgaste en caso de salpicadura.

### **Características físicas y químicas**

Aspecto: liquido incoloro

Olor: acre

pH: no disponible

Punto de fusión: 160°C

Punto que hierve: no relevante

Punto de destello: puede ser explosivo por sobre 75.

Límites de la explosión: no disponible

Densidad relativa: no disponible

Solubilidad: soluble en agua

Otros datos: VOC (sustancias orgánicas volátiles): 0 g/l.