

Macroscopía y microscopía



CONTENIDO

- MACROSCOPIA.
- MICROSCOPIA OPTICA.
- MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO (SEM).
- MICROSCOPIA ELECTRONICA DE TRANSMISION (TEM).

Macroscopía

- **MACROSCOPÍA:** observación de un área grande de la superficie, o secciones específicas de una muestra o pieza a simple vista o empleando lupas de hasta 50 aumentos → REPRESENTATIVO DE TODA LA PIEZA.
- Finalidad: Permite identificar la distribución de defectos o heterogeneidades presentes en toda una sección, o partes, de una pieza.
- Macroscopía → técnica utilizada en control de calidad en procesos de fab de aceros.
- Puede realizarse sobre una superficie en bruto o sobre superficies especialmente preparadas (pulidas y atacadas)

Macroscopía

- **MACROATAQUE:** permite revelar varios tipos de heterogeneidades:
 - Cristalina: presencia y extensión dependen de la forma de solidificación.
 - Química: presencia de impurezas y segregación de ciertos elementos químicos (S y P en aceros).
 - Mecánica: trabajado en frío o procesos que introducen deformación.
- Proceso consta de 3 partes:
 - 1- Obtención de la muestra
 - 2- Preparación de la superficie
 - 3- Ataque

Macroscopía

- **MACROATAQUE:**

- El más empleado: **QUÍMICO** → Se realiza utilizando un reactivo químico.
- Las heterogeneidades (inclusiones, áreas segregadas) reaccionan con distintas velocidades → cavidades, estriaciones, coloraciones locales, etc.
- Factores que determinan la aplicación útil de un MA:
 - 1- Condición de la sup. de la muestra atacada.
 - 2- Composición química del reactivo.
 - 3- Temperatura del reactivo.
 - 4- Tiempo de ataque.

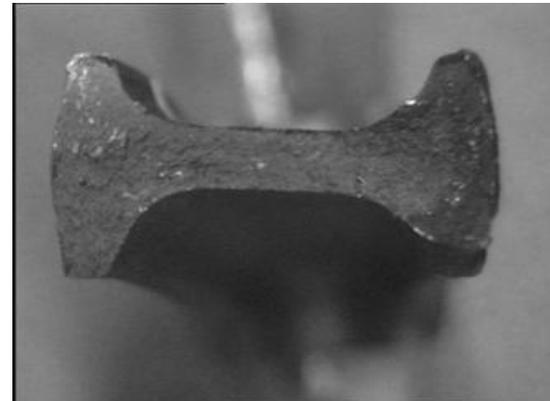
Macroscopía

- Análisis macroscópicos de superficies de fractura:

→ Permiten revelar características relacionadas con la resistencia, ductilidad, etc. de materiales.



→ Análisis de falla.



Macroscopía

- Análisis de superficies o secciones de una pieza → permite determinar la existencia de trat. térmicos sup.



- Métodos para el registro de una macroestructura.
 - FOTOGRAFÍA (principal)
 - Impresiones de azufre, de fósforo y de óxidos.

Macroscopía

Casos particulares de macroataque:

- Estructuras de solidificación de aceros (colada continua – lingotes).
 - Segregación dendrítica
 - Estructura columnar
 - Rechupes
 - Segregación
 - Grietas internas
 - Porosidad
 - Grietas superficiales
- Líneas de fluencia
- Soldaduras
- Tratamientos superficiales

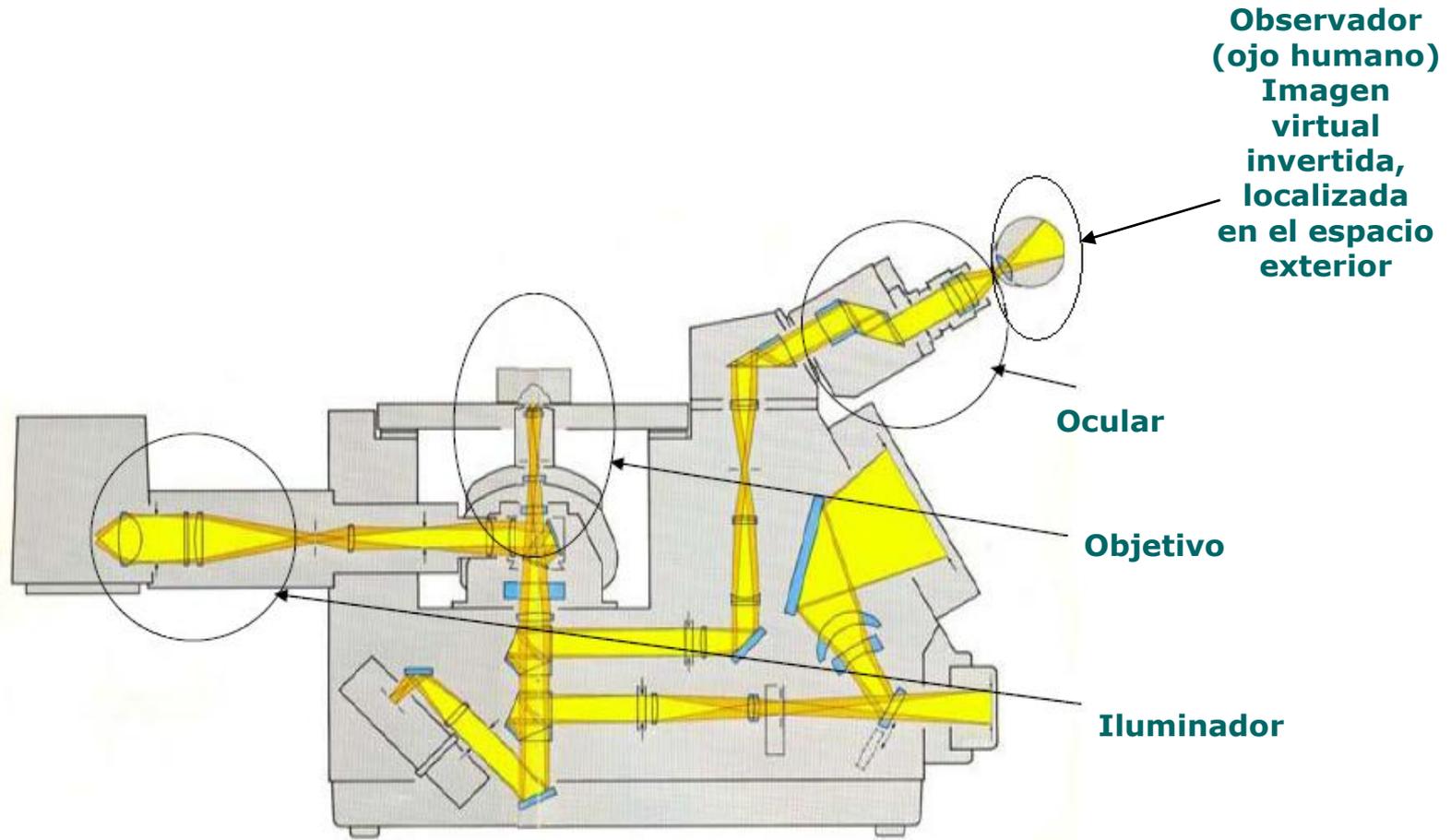
Microscopía

- **Microscopía:** técnica de producir imágenes visibles de estructuras o detalles demasiado pequeños para ser percibidos a simple vista.
- Tres técnicas básicas:
 - MICROSCOPIA ÓPTICA
 - MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)
 - MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE TRANSMISIÓN (TEM)

Microscopía óptica

- **Microscopía óptica:** observación de una superficie o sección de una muestra que ha sido especialmente preparada
- Emplean microscopios que alcanzan aumentos entre 50 y 2000 → Permite observar detalles de la estructura a escala de **micrones**, no observables a simple vista.
- Se pueden definir aspectos microestructurales, tales como:
 - Tamaño, forma y distribución de las fases que componen la aleación e inclusiones presentes.
 - Tamaño de grano
 - Presencia de microsegregación, microrechupes, poros, etc.

Microscopio óptico



Microscopio óptico

- **Principio de funcionamiento:**

Un haz de luz, procedente de una fuente luminosa, es forzado a pasar a través del objetivo hacia la muestra



Una fracción de la luz incidente en la sup. de la probeta es reflejada y pasa nuevamente por el objetivo



El haz de luz reflejado pasa a través de un sistema ocular



La imagen es captada por el observador (ojo humano o cámara)

Microscopio óptico

- El **aumento** del tamaño de la imagen:

$$A = K * A1 * A2$$

Donde:

- K= factor de distancia (dist entre el ocular y una pantalla)
 - A1 y A2 son los aumentos dados por el sistema objetivo y ocular.
- Cuando es utilizada una combinación particular de objetivo y ocular y una longitud adecuada de tubo, la amplificación total es igual al producto de las amplificaciones del objetivo y ocular.
 - **Poder de resolución:** capacidad de hacer visibles los detalles más finos (mínima distancia a la cual se ven como distintos 2 puntos próximos)

Microscopio óptico

- El poder de resolución depende de la long. de onda de la luz empleada (λ) y de la **apertura numérica (AN)**
- **AN** \rightarrow amplitud del cono de luz recibido por el objetivo (depende del índice de refracción del medio que separa objeto y objetivo).
- La resolución (δ) será:
$$\delta = \frac{\lambda}{2 * A_N}$$
- Ejemplo: luz verde (λ de 550 nm), medio el aire (AN= 0,95).

$$\delta = 0.26 \text{ nm}$$

Resolución del ojo humano: 0.1 mm
Se necesitaría un aumento de 400X

Microscopio óptico

- Limitación principal: está dada por λ y la **AN**, las cuales limitan la resolución de los detalles finos de la muestra \rightarrow aumentando la AN se obtienen mejoras sustanciales con respecto a disminuir λ .
- Microscopios ópticos especiales: poseen luz UV.
- **Profundidad de foco:** es la capacidad de dar imágenes nítidas cuando la muestra no es perfectamente plana \rightarrow es inversamente prop. a AN.
- Observación al microscopio: requiere de la preparación especial de la superficie a observar



Técnicas para la confección de probetas

Preparación de una muestra

Tanto para la observación macro como micrográfica, pueden involucrarse las siguientes etapas:

- Seccionamiento
- Montaje o inclusión
- Desbaste
- Pulido
- Ataque

Seccionamiento

- Debe ser representativo de la muestra. La selección de la sección a observar y la forma en que se realicen los cortes afectarán los resultados y su interpretación.
- Es necesario evitar el calentamiento y la deformación plástica de la muestra al hacer el corte.
- Los materiales duros (aceros aleados, templados, no ferrosos endurecidos) deben cortarse con discos abrasivos muy delgados de carborundum a altas velocidades y con abundante refrigeración.
- Los metales frágiles como fundición blanca, bronce ricos en estaño, etc, pueden romperse con golpe de martillo para extraer la probeta.

Montaje o inclusión

- **Desbaste grueso:** se puede realizar utilizando máquinas herramientas, piedras de esmeril, limas etc.
- **Montaje e inclusión:** Se efectúa cuando la muestra es demasiado pequeña para que se esmerile o pule directamente, o cuando resulta imprescindible observar en detalle sus bordes.
- La muestra se monta o incluye en un polímero para formar, usualmente, un bloque cilíndrico que presenta la cara de interés de la muestra en uno de sus extremos.
- Se pueden usar polímeros termoplásticos, resinas epoxi o bakelita. En el caso de utilizar bakelita (un polímero termorrígido que cura por calor y presión), se utiliza un molde calefaccionado y una prensa hidráulica.

Desbaste fino

- Su objetivo es eliminar los volúmenes de material que resultaron afectados por el calor del corte o sufrieron deformación plástica. Debe generar, además, una superficie plana.
- Se utiliza una secuencia de abrasivos de granos cada vez más finos.
- Al cambiar de un grano de abrasivo a otro se gira 90 grados la muestra.
- El desbaste se da por finalizado cuando se obtiene una cara perfectamente plana (observación al microscopio) con rayas uniformes en la sup. de la probeta.

Pulido

- Su objetivo es eliminar todas las rayas producidas durante el desbaste fino (“pulido a espejo”). Tipos:
- **Mecánico:** se basa en el uso de un disco de paño humedecido, impregnado con un abrasivo (suspensión de alúmina o diamante) de granulometría muy fina 0,1 a 1 micrón.
 - En metales blandos genera deformación superficial.
- **Electrolítico:** igual terminación sup. que en un pulido mecánico pero con menor tiempo.
 - Desventajas: destrucción de inclusiones.
 - Fundamento: corrosión selectiva de partes salientes de la sup. de la probeta (ánodo).
- **Químico:** inmersión de la probeta en una agente químico.

Ataque químico

- Objetivo: poner en evidencia las distintas fases presentes en una muestra, y las fronteras entre las mismas.
- Reactivos específicos para cada aleación producen un ataque diferencial de las fases → formación de **relieve**.
- Fundamento: el constituyente de mayor velocidad de reacción (el más anódico) se ataca más rápido y se verá más oscuro, mientras que el menos atacable (el más catódico) reflejará más luz y se verá más brillante en el microscopio.

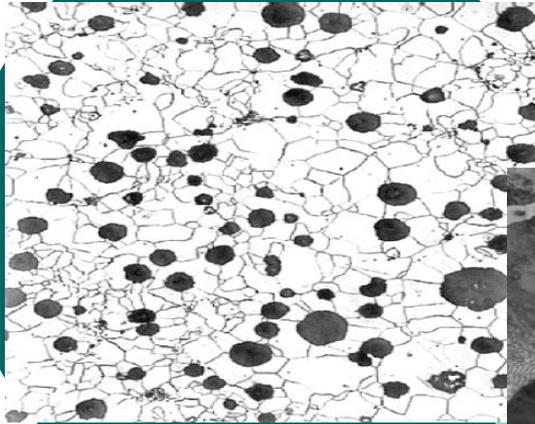
Ataque químico

- Los límites de grano están sujetos a ataques selectivos, puesto que representan zonas de imperfección cristalina (mayor energía).
- En matrices monofásicas → distintos granos con brillos diferentes.
- Otras técnicas producen depósitos coloreados sobre cada fase, permitiendo diferenciarlas.

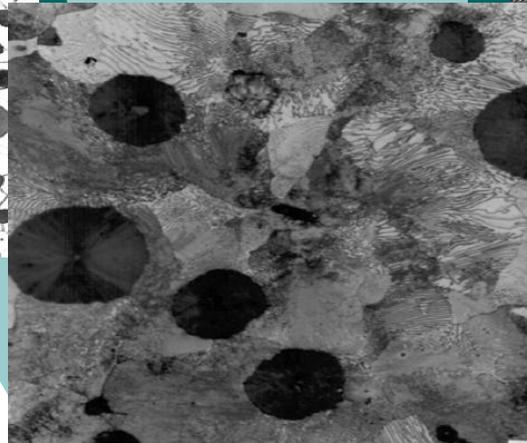
Ataque químico

	Nital	Picral	Persulfato de amonio
Composición	<p>Ácido nítrico....1-5 cc Alcohol etílico (95%).....110 cc</p>	<p>Ácido pícrico.....4g Alcohol etílico (95%).....110 cc</p>	<p>(NH₄)₂S₂O₈ ...10g H₂O.....90 cc</p>
Observaciones	<p>Aumentando el contenido de ácido nítrico, aumenta la velocidad de ataque y disminuye la selectividad. Tiempo de ataque, desde pocos segundos a 1 minuto.</p>	<p>Revela con mayor precisión que el Nital los detalles microestructurales. No pone de manifiesto los bordes de grano de la ferrita tan fácilmente como el Nital. Tiempo de ataque, desde pocos segundos a 1 minuto.</p>	<p>Ennegrece todas las estructuras excepto los carburos. Tiempo de ataque, mas de 1 minuto.</p>
Utilización	<p>Revela las colonias de perlita. Pone de manifiesto bordes de grano de ferrita. Permite diferenciar ferrita, martensita y bainita.</p>	<p>Se utiliza con fines similares al Nital.</p>	<p>Permite diferenciar claramente los carburos presentes en cualquier estructura.</p>

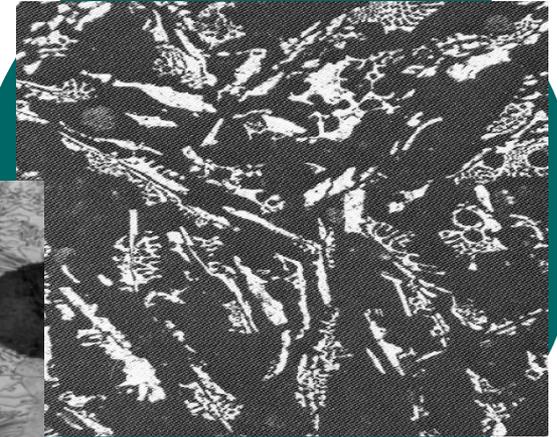
Ataque químico



Micrografía obtenida mediante ataque con Nital 2%. El reactivo revela los granos en una matriz completamente ferrítica. Los bordes de grano de una matriz monofásica son zonas más anódicas que las del interior del grano.



Micrografía obtenida mediante ataque con Picral 2%. El reactivo revela con precisión la estructura laminar de la perlita.



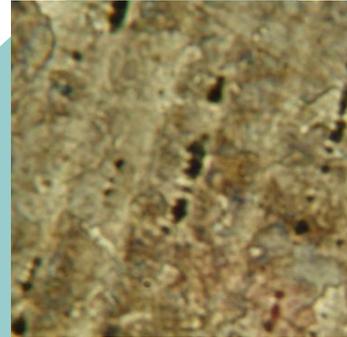
Micrografía obtenida mediante ataque con Persulfato de Amonio al 10%. El reactivo ennegrece todos los microconstituyentes a excepción de los carburos que permanecen brillantes.

Ataque

- Ataque sobre aceros:



Acero sin
ataque



Acero con
ataque

- **Ataque electrolítico:** ataque selectivo → disolución anódica.
- **Ataque mecánico:** fases con diferentes durezas.

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA

- Microscopio óptico → resuelven detalles del orden del micrón; microscopio electrónico → se alcanzan a resolver objetos del orden de los **angstrom**.
 - Un microscopio electrónico es aquél que utiliza electrones en lugar de fotones o luz visible para formar imágenes de objetos diminutos.
 - Los microscopios electrónicos permiten alcanzar una capacidad de aumento muy superior a los microscopios convencionales (hasta 50.000 aumentos comparados con los 2000 de los mejores microscopios ópticos)
- ➡ debido a que la longitud de onda de los electrones es mucho menor que la de los fotones.

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA

- Principio de funcionamiento:

haz de electrones generados por un cañón electrónico, acelerados por un alto voltaje y focalizados por medio de lentes magnéticas (todo en alto vacío)



el haz de electrones incide e interacciona con la muestra



surgen señales que son captadas por algún detector o proyectadas sobre una pantalla.

- El SEM provee información sobre morfología y características de la superficie, mientras que con el TEM podemos observar la estructura interna y detalles estructurales.

TEM

- TEM: se emite un haz de electrones (cátodo → ánodo) dirigido hacia el objeto que se desea aumentar → Reflección, absorción y transmisión de electrones por el objeto.
- Los electrones transmitidos forman una imagen aumentada de la muestra.
- Muestras: debe poseer espesores no mayores de un par de miles de ángstrom.
- Aplicaciones:
 - Determinación de estructura cristalina en metales.
 - Determinación de impurezas, precipitados, etc.
 - Identificación de bordes de grano e interfaces en metales.
 - Estudio de fases y zonas cristalinas en polímeros.
 - Estudios de estructuras moleculares.

SEM

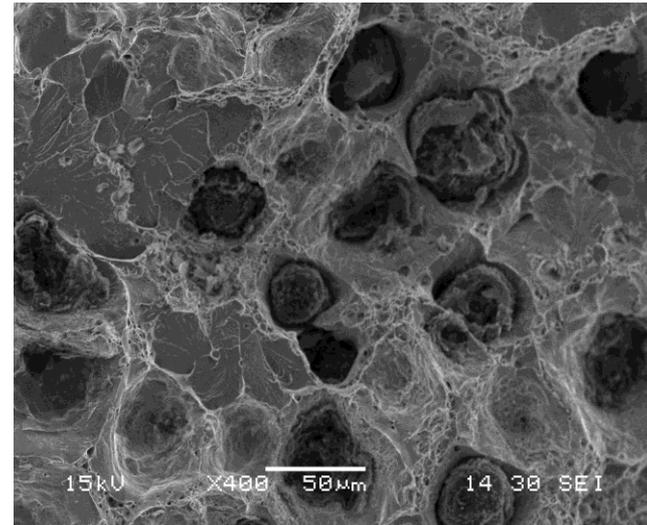
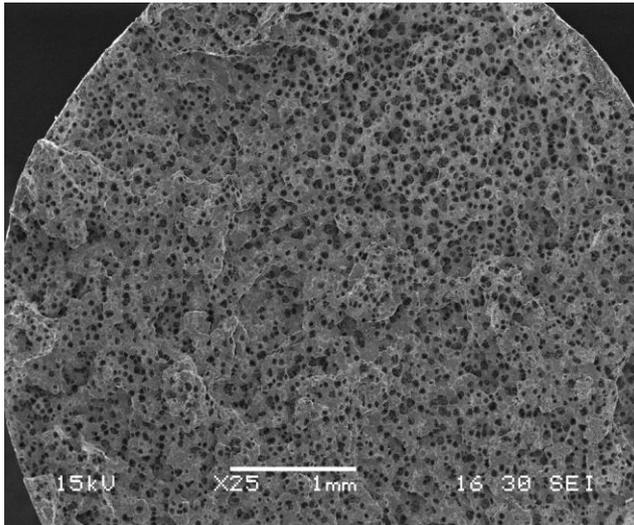
- SEM: el haz electrónico barre una porción de la superficie de la muestra → barrido punto a punto.
- De la interacción entre los electrones incidentes con los átomos que componen la muestra se generan señales, las cuales pueden ser captadas con detectores adecuados para cada una de ellas.
- El detector capta una señal y las convierte en una señal electrónica que es proyectada en un tubo de rayos catódicos (CRT).
- Naturaleza de la interacción: surgen señales tales como: electrones secundarios y rayos x.
- Electrones secundarios → son emitidos desde la muestra como consecuencia de las ionizaciones surgidas de las interacciones inelásticas → **modo emisorio**.

SEM

- Las variaciones de intensidad sobre la pantalla sugieren al observador sensaciones de relieve (elevaciones-depresiones) que corresponden a la topografía de la superficie analizada.
- Análisis de todo tipo de superficies, tanto lisas como irregulares.
- La profundidad de foco es mayor que en el caso óptico pudiéndose obtener imágenes en foco de todos los puntos de una superficie → análisis de sup de fractura.
- Se estudian tb: Electrodepósitos, adherencia fibra-matriz en polímeros.
- Aumentos: desde 10 a 50000X

SEM

- **Análisis de sup de fractura:**



EDS

- **Microanálisis dispersivo de energía (EDS):** mide la energía de los rayos X emitidos como resultado de la interacción electrón – muestra.
- Determinación de elementos de la muestra → espectro característicos de rayos X (denominada radiación característica).
- Con la medición de intensidades de rayos X → composición química de la zona analizada (error 1%).
- Ventaja: pequeño volumen de material analizado → análisis no destructivo.