

# Caracterización de Materiales

## Tema 8. Microestructura y composición



**Isidro Carrascal Vaquero**  
**Soraya Diego Cavia**  
**José Antonio Casado del Prado**  
**Diego Ferreño Blanco**  
**Jesús Setién Marquínez**

DPTO. DE CIENCIA E INGENIERÍA  
DEL TERRENO Y DE LOS MATERIALES

Este tema se publica bajo Licencia:

[Creative Commons BY-NC-SA 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-sa/4.0/)

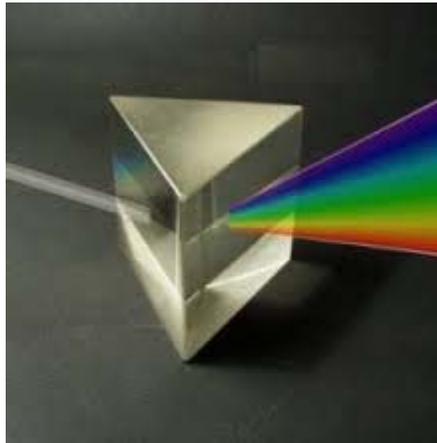


## **Comportamiento Mecánico.**

### **Índice:**

- Técnicas de caracterización analítica: las espectrometrías
  - Espectrometría de emisión y de absorción
  - Espectrometría por fluorescencia de rayos X
  - Espectroscopia de electrones Auger
- Técnicas de caracterización cristalográfica: difracción de rayos X
- Caracterización metalográfica: el microscopio metalográfico
- Ensayos de caracterización metalográfica: microscopía óptica
- Ensayos de caracterización metalográfica: microscopía electrónica de barrido (MEB)

# TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN ANALÍTICA: LAS ESPECTROMETRÍAS

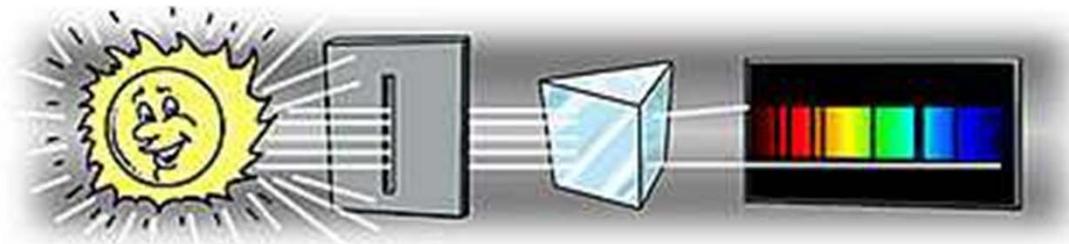


## Ø Espectrometría de emisión y de absorción

Newton en 1666 descubre que cuando un haz de luz blanca pasa a través de un prisma se dispersa descomponiéndose en otros colores más simples.

La dispersión se debe a que las radiaciones que componen la luz no se propagan con igual velocidad en medios transparentes y sufren distinto ángulo de refracción.

Recogiendo en una pantalla las radiaciones del prisma se obtienen zonas coloreadas según las distintas luces monocromáticas, originando el “espectro visible” que, en el caso de la luz blanca solar está constituido por el rojo, anaranjado, amarillo, verde, azul, añil y violeta.



Un espectro analiza las distintas longitudes de onda emitidas por un foco luminoso.

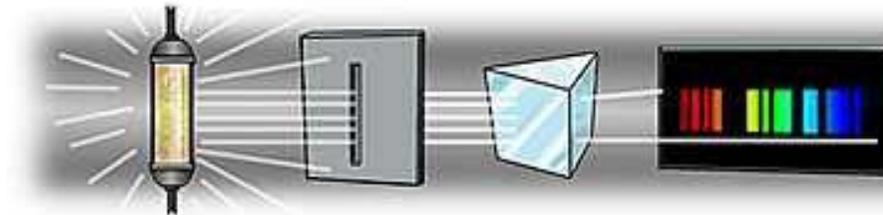
Los espectros pueden ser:

Espectro de **emisión** continuo (bandas) o discontinuo (rayas).

Espectro de **absorción** continuo o discontinuo.

Los espectros de EMISIÓN se producen por radiaciones de **cuerpos incandescentes**. Son continuos si tienen todos los colores (ej. espectro del filamento de bombilla) y discontinuos, si contienen algunos colores (ej. espectro del vapor de mercurio o del gas hidrógeno).

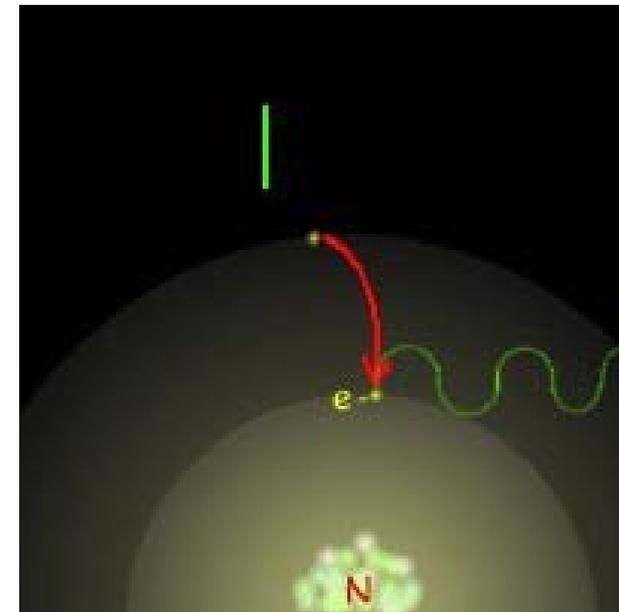
Los espectros de emisión *continuos* proceden de sólidos o líquidos y los *discontinuos* de gases.



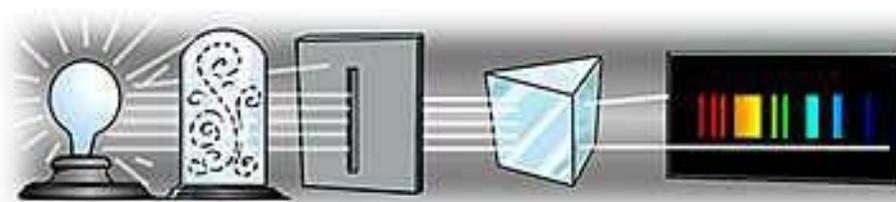
Los espectros de emisión discontinuos de rayas proceden de radiaciones de átomos (ej., Ne) y los de bandas, de radiaciones de moléculas (ej., espectro del nitrógeno, N<sub>2</sub>).

## Formación de los **espectros de emisión**.

Según el modelo de Bohr, al calentar los átomos hasta la incandescencia se les comunica energía y algunos de sus  $e^-$  pueden saltar a niveles superiores de energía (estado excitado). Cuando vuelven al estado original (estado fundamental) emiten fotones cuya energía es la diferencia entre las de los dos niveles involucrados en la transición electrónica. Estos fotones son característicos del átomo emisor y crean las líneas brillantes del espectro de emisión.

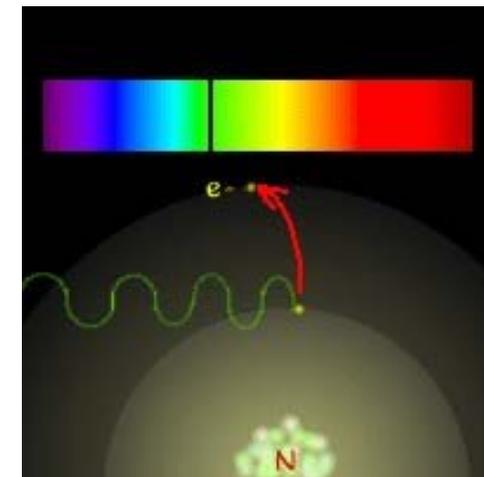


Los **espectros de ABSORCIÓN** analizan la absorción parcial de las radiaciones de un foco de luz cuando atraviesa una sustancia. *Sólidos y líquidos* dan lugar a la absorción *continua* de amplias zonas del espectro visible. Los *gases* dan lugar a un espectro continuo visible observándose discontinuamente rayas o bandas oscuras, originadas por la absorción parcial del gas correspondiente.



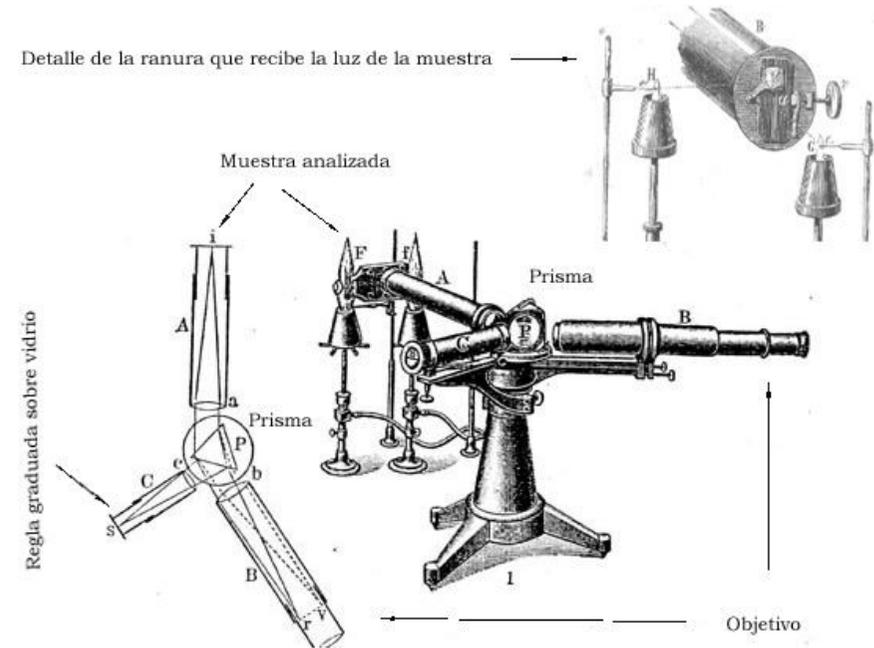
### Formación de **espectros de absorción**.

La muestra no está incandescente, sino en forma de gas. Si se hace incidir sobre ella luz blanca, los fotones con energía (frecuencia) adecuada, podrán excitar  $e^-$  de los átomos de la muestra y llevarlos a niveles energéticos superiores. Por tanto, los fotones en esas frecuencias particulares son absorbidos por el gas, mientras que las otras frecuencias lo atraviesan intactas, por lo que el espectro de la luz que ha pasado a través de la muestra presentará líneas oscuras en las frecuencias absorbidas.



### El análisis espectral **cuantitativo**

Cada elemento excitado, emite radiaciones características (rayas espectrales) independientemente de que el elemento esté solo o combinado. Para estos análisis se utilizan **espectroscopios** (Fig), en los que se obtiene el espectro proyectado sobre una pantalla que lleva acoplada un micrómetro de referencia, o bien los **espectrógrafos**, en los que el espectro se recoge sobre una placa fotográfica.



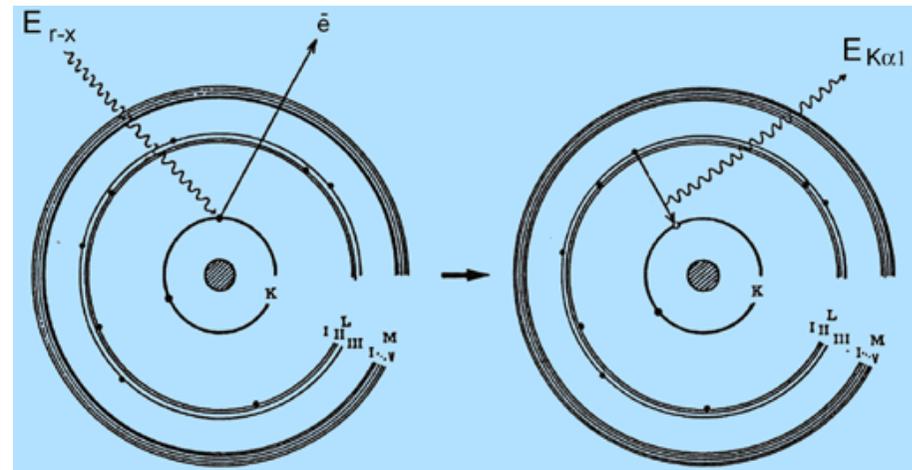
### El análisis espectral **cuantitativo**

utiliza aparatos denominados **espectrómetros**. La técnica se basa en que la intensidad de las rayas depende del número de átomos excitados. Cuando se trata de analizar pequeñas cantidades (trazas) de un elemento, el análisis espectral aventaja al análisis químico tradicional en rapidez y exactitud.

## Ø Espectrometría por fluorescencia de rayos X

La fluorescencia de rayos X se emplea cuando se quiere conocer la composición elemental exacta de una sustancia. Es posible determinar prácticamente todos los elementos de en muestras sólidas, polvos y líquidos. Con el empleo de patrones es posible realizar el análisis cuantitativo de los elementos de la muestra.

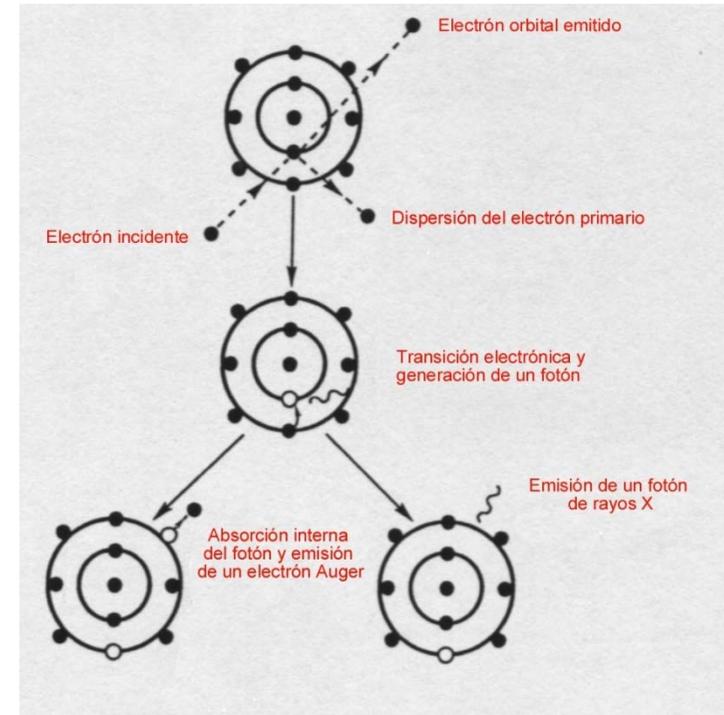
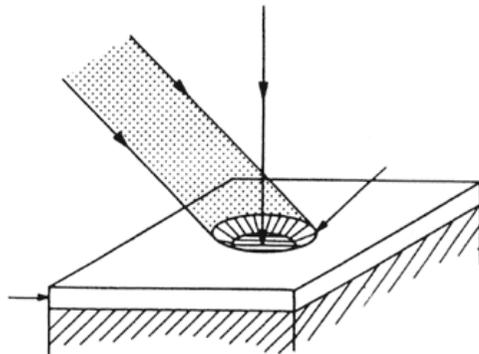
La muestra se bombardea con fotones de alta energía (rayos X) y se analiza el espectro de energías de los fotones secundarios (fotoe-) que emite la muestra de sus capas internas (efecto fotoeléctrico). La energía de los fotones es característica de cada átomo, lo que permite su identificación inequívoca.



## Ø Espectroscopia de electrones Auger

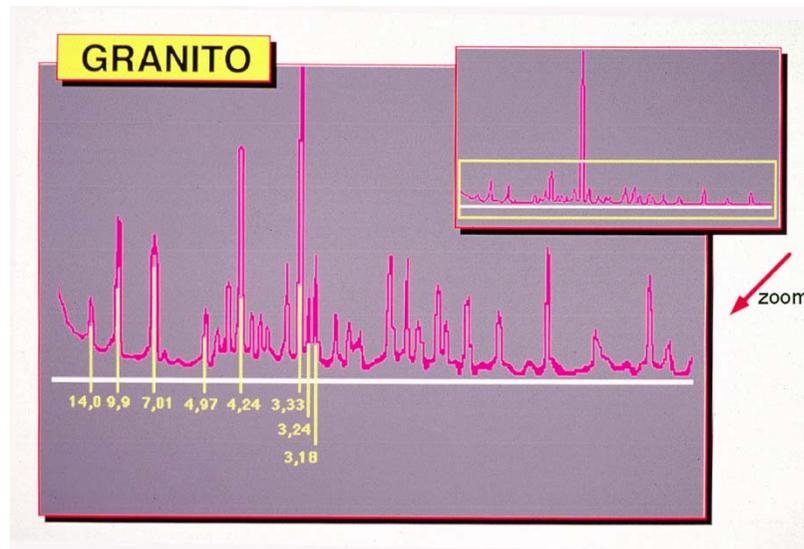
La muestra se bombardea con un haz de  $e^-$  que crea la vacante inicial al arrancar 1  $e^-$  de una capa interna; que pasa a ser ocupada por 1  $e^-$  de una capa más externa. En el proceso se emite un fotón de rayos X característico.

A diferencia de la fluorescencia, el fotón no abandona el átomo, sino que transfiere su energía a otro  $e^-$  externo que es emitido por la muestra. Se obtiene así un conjunto de  $e^-$  Auger que componen un espectro característico del átomo.



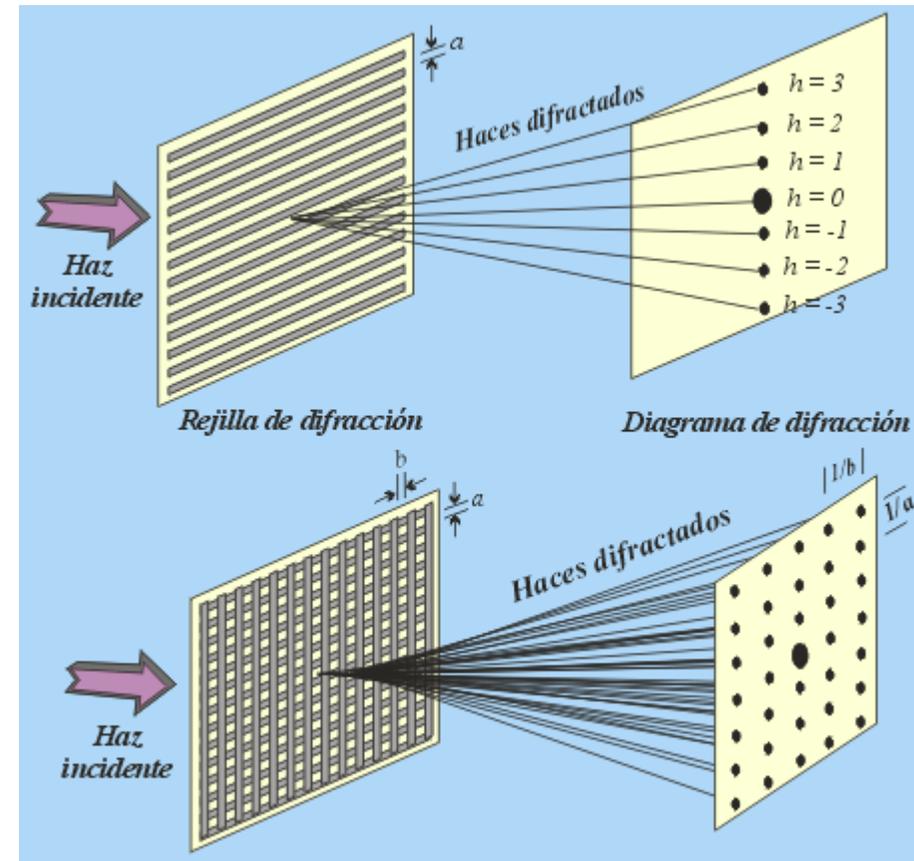
Los  $e^-$  Auger son de baja energía y solo penetran entre 1 y 2 nm, por lo que la técnica se limita a detectar átomos superficiales.

# TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN CRISTALOGRÁFICA: DIFRACCIÓN DE RAYOS X



La difracción es resultado de la dispersión de la radiación producida por una disposición regular de los centros de dispersión, cuyo espaciado es aproximadamente igual a la longitud de onda de la radiación.

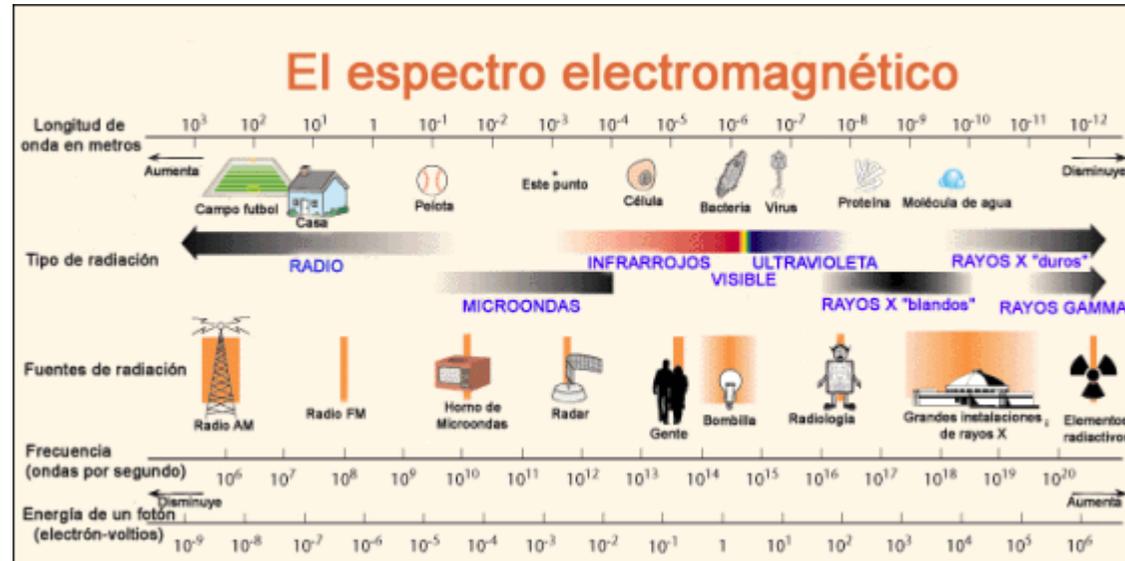
Ej. una serie de estrías paralelas, espaciadas aproximadamente  $1 \mu\text{m}$ , provocan la difracción de la luz visible (radiación electromagnética con una longitud de onda de aproximadamente  $1 \mu\text{m}$ ). Esta red de difracción hace que la luz se disperse con una fuerte intensidad en unas pocas direcciones específicas, como se muestra en la Figura.



Difracción de una radiación electromagnética a través de una red.

La dirección exacta de la dispersión es una función del espaciado exacto entre las estrías de la red de difracción y está relacionada con la  $\lambda$  de la radiación incidente. Dado que los átomos e iones tienen tamaños del orden de 0.1 nm, puede pensarse que las estructuras cristalinas actuarán como redes de difracción en la escala subnanométrica.

La zona del espectro electromagnético con  $\lambda$  en ese intervalo es la radiación X, en comparación con los 1.000 nm correspondientes a la longitud de onda de la luz visible, (Fig.) Como consecuencia, la radiación X es capaz de caracterizar la estructura cristalina.

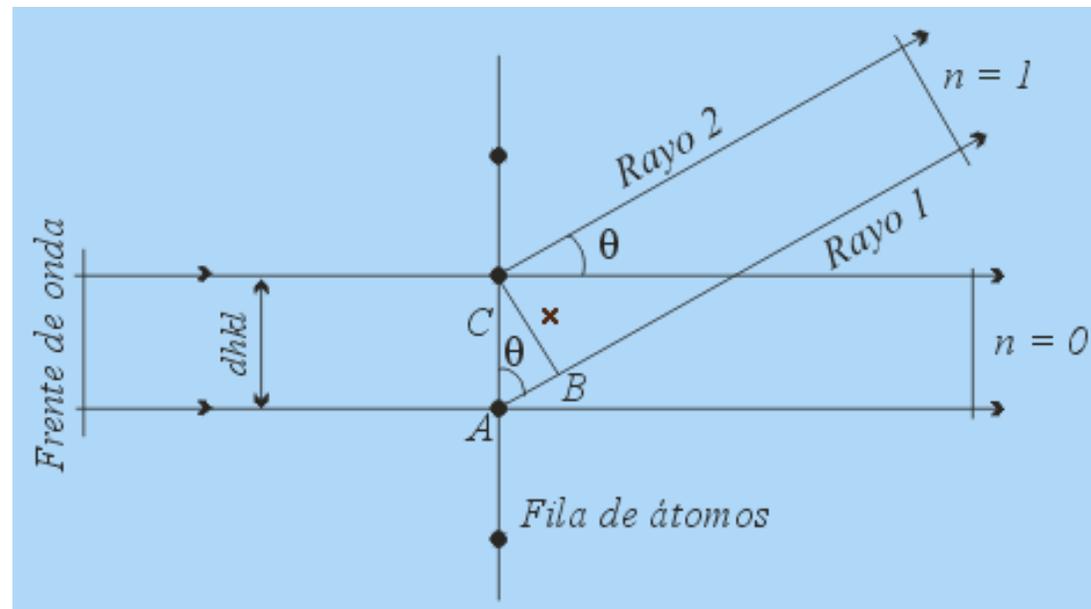


El espectro electromagnético.

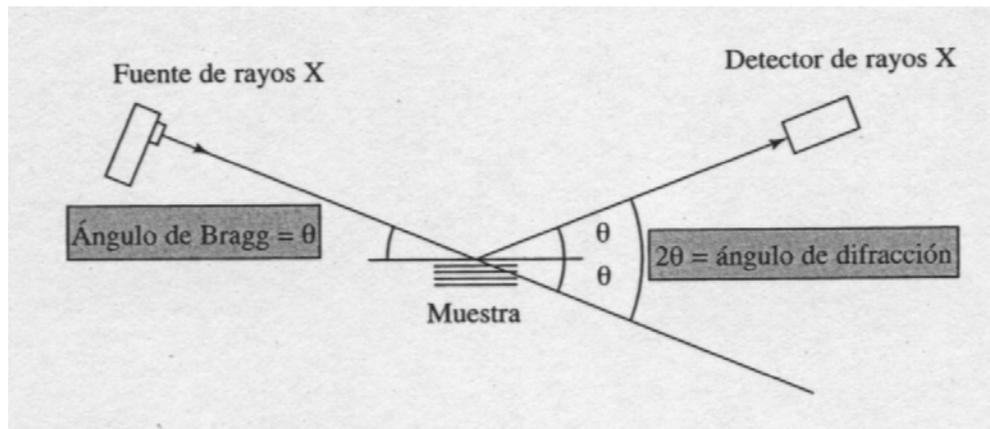
Para r-X, los átomos constituyen centros de dispersión. El cristal actúa como una red de difracción tridimensional. Para que tenga lugar la difracción, los haces de r-X dispersados por planos adyacentes del cristal deben estar en fase. De otra forma, tiene lugar una interferencia destructiva de las ondas y no se observa prácticamente ninguna intensidad dispersada. Cuando se da la geometría precisa para que se produzca una interferencia constructiva (ondas dispersadas en fase), la diferencia de caminos recorridos por haces de r-X adyacentes debe ser un número entero ( $n$ ) de longitudes de onda ( $\lambda$ ), como muestra la Fig. La relación que demuestra esta condición constituye la **Ley de Bragg**:

$$n \cdot \lambda = 2d \cdot \sin \theta$$

el espaciado entre planos atómicos adyacentes ( $d$ ) es la distancia interplanar y el ángulo de dispersión ( $\theta$ ) es el ángulo de Bragg.



El ángulo  $2\theta$  se conoce como ángulo de difracción, ya que este es el ángulo medido experimentalmente, como se muestra en la Fig.



Relación entre el ángulo de Bragg ( $\theta$ ) y el ángulo de difracción ( $2\theta$ ) medido experimentalmente.

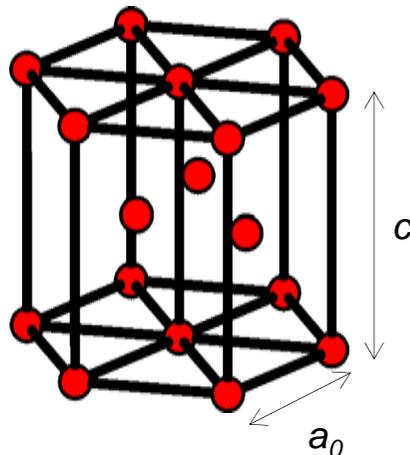
La magnitud de la distancia interplanar ( $d$ ) que separa los planos cristalográficos de una familia  $\{h,k,l\}$  es una función directa precisamente de los índices de Miller que definen a esa familia. En el caso del **sistema cúbico**, la relación es bastante simple ya que el espaciado entre planos adyacentes viene dado por la expresión:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

donde el parámetro de red ( $a$ ) representa la longitud de la arista de la celda unidad cúbica.

En el caso de que la celda unidad presente formas complejas, la relación es más complicada. Para el **sistema hexagonal**, definido por dos parámetros de red (a y c):

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{\frac{4}{3}(h^2 + hk + k^2) + l^2 \left(\frac{a^2}{c^2}\right)}}$$

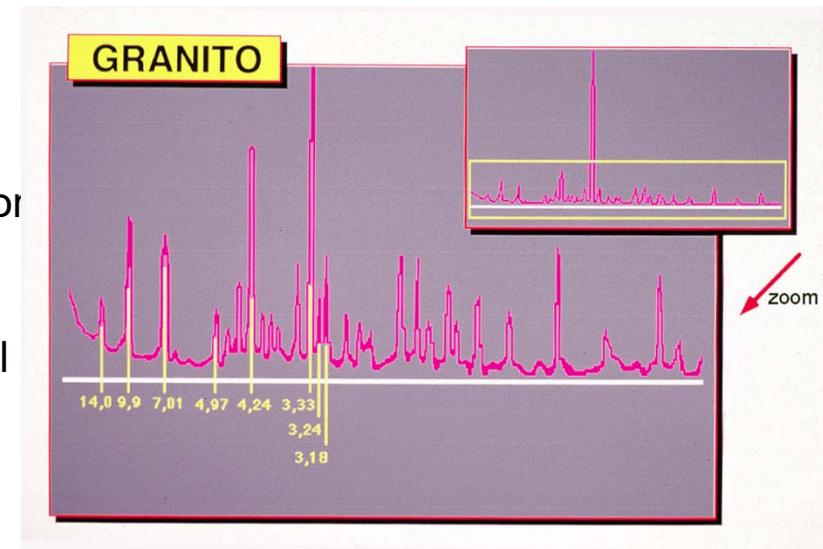


La Ley de Bragg es condición necesaria pero no suficiente para difracción. Define la condición de difracción para celdas unidad primitivas (redes con puntos reticulares sólo en los vértices de la celda unidad, como la cúbica simple y la tetragonal simple). Las estructuras cristalinas con celdas unidad no primitivas tienen átomos en puntos reticulares adicionales situados a lo largo de las aristas, en las caras o en el interior de la celda. Los centros de dispersión adicionales pueden provocar difracción fuera de fase para ciertos ángulos de Bragg. El resultado es que parte de la difracción que predice la Ley de Bragg no tiene lugar. En la Tabla se dan las reglas de extinción para las estructuras metálicas más comunes, que definen los índices de Miller que no producen difracción como predice la Ley de Bragg.

## Reglas de extinción de la difracción de rayos X en las estructuras metálicas comunes

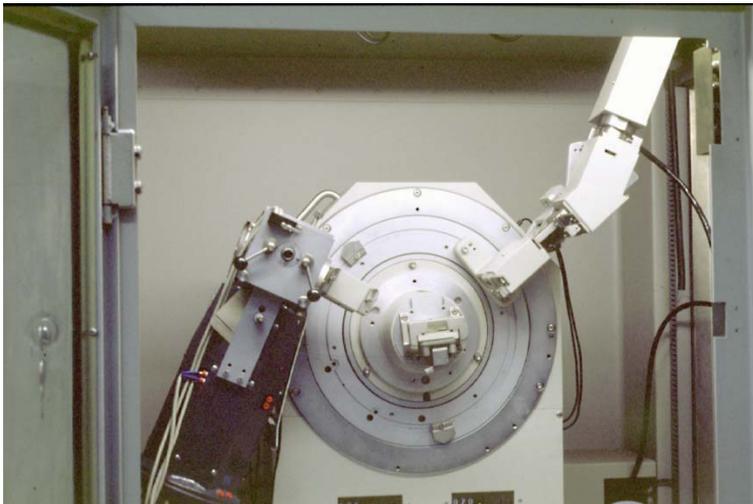
Estructura cristalina	La difracción no tiene lugar cuando:	Existe difracción cuando:
Cúbica simple (SC)	En ningún caso	En todos los casos
Cúbica centrada en el cuerpo (BCC)	$h+k+l = \text{número impar}$	$h+k+l = \text{número par}$
Cúbica centrada en las caras (FCC)	$h, k, l$ , no todos pares o no todos impares	$h, k, l$ , de igual paridad
Hexagonal compacta (HCP)	$(h+2k) = 3n$ , $l$ impar ( $n$ es un entero)	Cualquier otro caso

La Figura muestra un espectro de difracción (difractograma) de una muestra de polvo de granito. Cada pico representa una solución a la Ley de Bragg. Como el polvo está constituido por muchos granos cristalinos de pequeño tamaño orientados aleatoriamente, se emplea una radiación con una única longitud de onda, con el fin de que los picos de difracción que aparecen en el espectro sean pocos y manejables.



El experimento se realiza en un difractor (Fig). Se trata de un sistema generador de r-X acoplado a un dispositivo de barrido electromecánico controlado en sus posiciones angulares mediante un goniómetro. La intensidad del haz difractado por la muestra es monitorizada mediante un detector de radiación coordinado con el barrido de la muestra.

Del espectro se obtiene información cristalográfica (tipo de red cristalina, parámetros de la celda, etc.), pero el hecho de que para cada estructura cristalina el espectro sea único constituye una herramienta poderosa para la identificación química de materiales cristalinos.



Proceso de preparación de la muestra para una difracción en polvo.



# CARACTERIZACIÓN METALOGRÁFICA: EL MICROSCOPIO METALOGRÁFICO



## APROXIMACIÓN HISTÓRICA

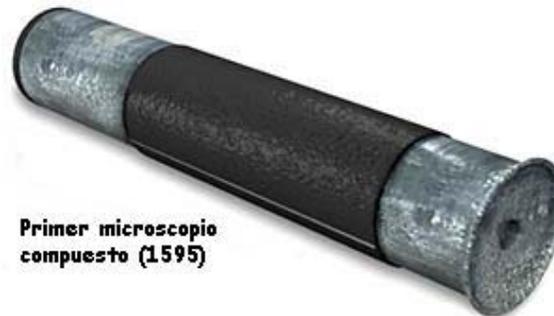
Fueron los romanos, hacia el **siglo I**, los primeros en experimentar con diferentes formas de vidrio, descubriendo que los cristales gruesos por el centro y adelgazados por los bordes aumentaban el tamaño de los objetos observados a su través

Tales cristales no encontraron demasiada utilidad hasta finales del **siglo XIII**, cuando empezaron a utilizarse como lupas (**6x – 10x**)

En **1595**, un fabricante holandés de gafas, **Zacharias JANSSEN**, colocó varias lentes en un tubo (**microscopio compuesto**) y comprobaron que la amplificación de la imagen era muy superior (**15x – 70x**)



Zacharias Janssen  
(1580-1638)



Primer microscopio  
compuesto (1595)

Otro fabricante de paño holandés **Van Leeuwenhoek** en 1650 con pulidos cuidadosos fue capaz de fabricar minúsculas lentes convexas con gran curvatura que permitían hasta 270x

El inglés **HOOKE** en 1660, mejoró los microscopios compuestos con diseños más funcionales e incluso incorporó un dispositivo de iluminación para la muestra



El **siglo XIX** vivió grandes progresos en el desarrollo de los microscopios gracias a los estudios de los principios ópticos llevados a cabo por los alemanes **Ernst ABBE**, **Otto SCHOTT** y el fabricante de instrumentos **Carl ZEISS**

## CONCEPTOS BÁSICOS DE TEORÍA ÓPTICA DE LA LUZ

La teoría básica de la **Óptica Geométrica** se basa en varias suposiciones y leyes:

- La luz viaja en línea recta
- Porciones de los haces luminosos pueden ser tratadas como rayos individuales
- Ley de la reflexión
- Ley de la refracción (SNELL, 1621)



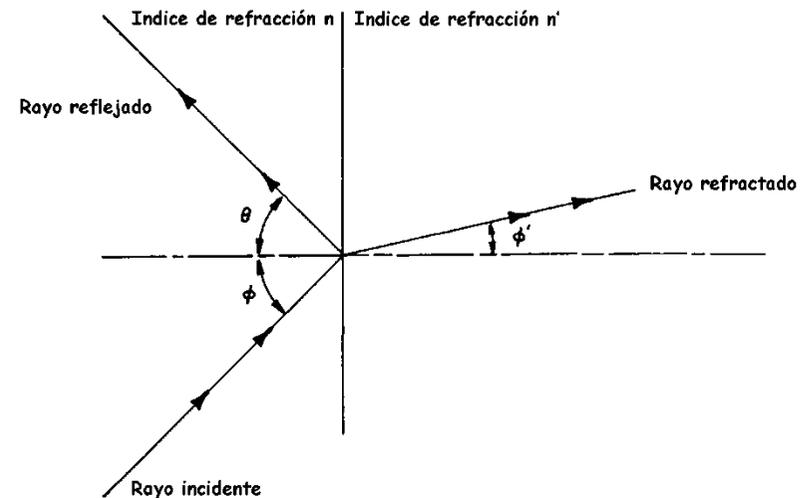
Willebrord Snell  
(1580-1626)

### Reflexión

$$\phi = \theta$$

### Refracción

$$n \operatorname{sen} \phi = n' \operatorname{sen} \phi'$$



## EL MICROSCOPIO METALGRÁFICO

El **microscopio metalográfico** ha sido diseñado combinando varias lentes para resolver y revelar los detalles de la microestructura de la muestra examinada

Los microscopios que se emplean en **Metalurgia** son siempre de reflexión, a diferencia de los utilizados en **Biología** o **Geología** que funcionan con luz transmitida



Cualquier microscopio metalográfico consta de:

- Pletina orientable destinada a recibir la muestra
- Dispositivo de iluminación
- Dispositivo de observación (objetivo y ocular) y/o un proyector (registro fotográfico)

En cualquier caso, siempre debe garantizarse que la superficie de la muestra esté paralela a la pletina del microscopio para permitir el mantenimiento del enfoque a medida que se desplaza el portamuestras

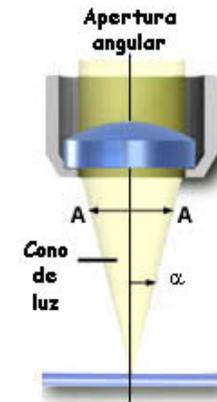
## LENTES OBJETIVO

Las **lentes objetivo** son las encargadas de formar la imagen primaria de la muestra, por lo que es el elemento más crítico del microscopio

## OCULARES

El **ocular** aumenta la imagen primaria producida por el objetivo, de forma que el ojo pueda utilizar la resolución completa del objetivo. Los oculares más utilizados son los de **10x**, pudiendo llegar a **25x**

Ocular de 10x libre de aberración con ajuste dióptrico



## PLETINA

Plataforma mecánica que aloja la muestra y está involucrada en la **operación de enfoque** y en su conservación cuando se examinan distintas zonas de la muestra. Usualmente se equipa con escala graduada en los ejes **X** e **Y** para la medir y localizar rasgos microestructurales



## TÉCNICAS AUXILIARES ASOCIADAS

### MICRODUREZA

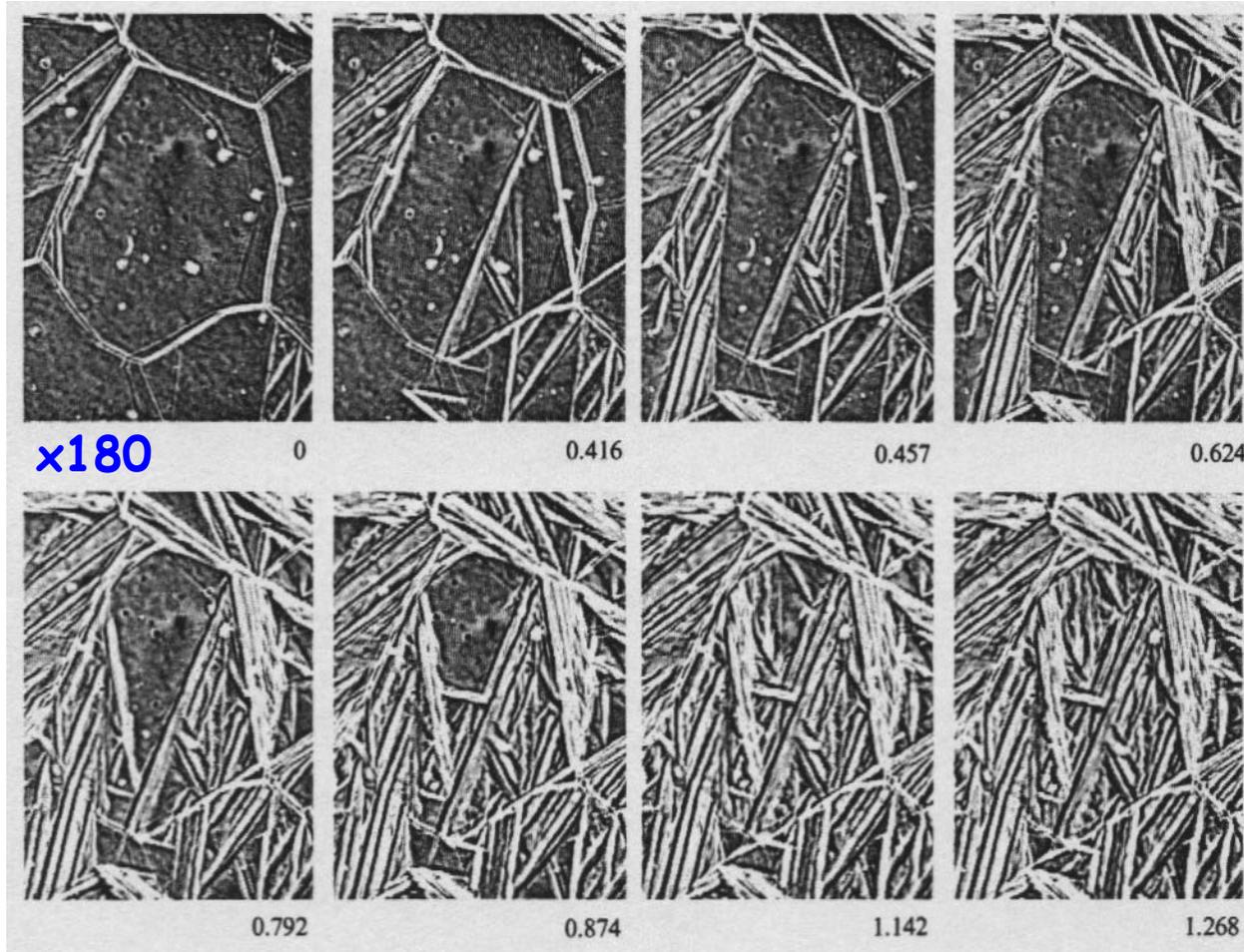
La técnica de realizar medidas de dureza de fases únicamente observables con la ayuda de un microscopio óptico es una herramienta muy útil en el análisis metalográfico, por lo que muchos microscopios traen equipamiento accesorio para la realización de este ensayo

### MICROSCOPIO DE PLETINA CALIENTE

El microscopio de pletina caliente puede utilizarse para el estudio de cambios microestructurales que tienen lugar a una temperatura constante o bien durante el calentamiento o enfriamiento de la muestra:

Procesos de fusión y solidificación  
Crecimientos de grano  
Soldaduras  
Grafitización

Reacciones superficiales  
Transformaciones de fases  
Sinterizados  
Reacciones gaseosas



Secuencia que ilustra  
la formación de  
martensita en un acero  
de 0.8% de carbono

La muestra ha sido  
templada en el  
microscopio de pletina  
caliente a 17 °C por  
segundo

Los números indican el  
tiempo en segundos  
desde el inicio de la  
transformación

## MICROSCOPIOS DE COMPARACIÓN

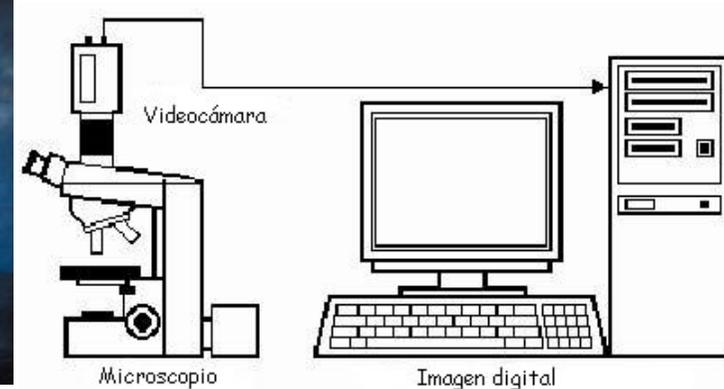
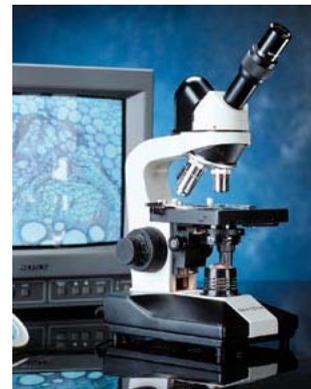
La comparación microscópica de muestras se facilita si ambas microestructuras pueden ser observadas simultáneamente, para lo cual existen dispositivos especiales que combinan imágenes procedentes de dos microscopios diferentes.

Un microscopio de comparación especial se utiliza en la investigación balística.

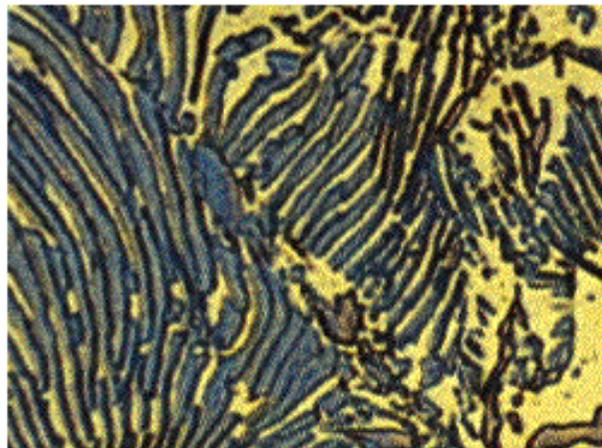


## MONITORES

Para la observación en grupo es posible proyectar la imagen del microscopio sobre una pantalla. El uso de cámaras y monitores está bastante extendido.



## ENSAYOS DE CARACTERIZACIÓN METALOGRÁFICA: MICROSCOPIA ÓPTICA

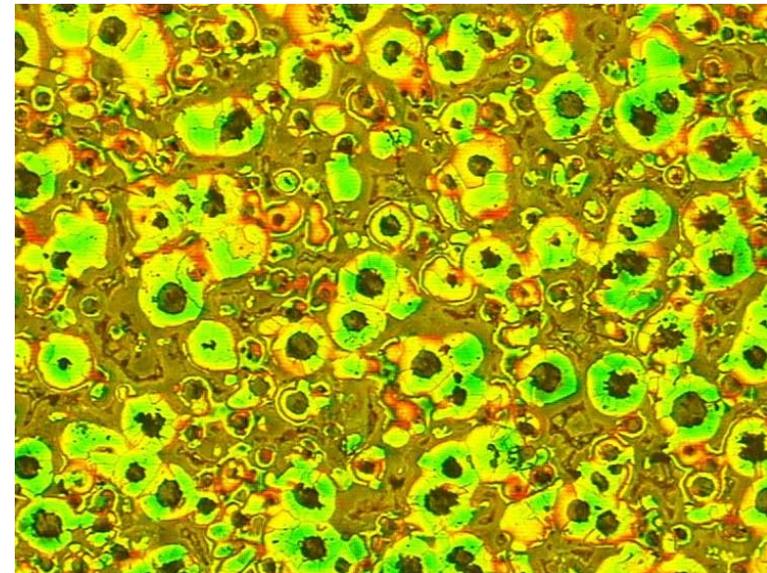


20  $\mu\text{m}$

## INTRODUCCIÓN

El **examen micrográfico** tiene como objetivo revelar la estructura del metal y de sus inclusiones no metálicas mediante la observación a través del **microscopio óptico**

La definición de la **microestructura** de los materiales metálicos es de primordial importancia en la caracterización de su composición y propiedades



## SELECCIÓN DE LA MUESTRA

Los materiales comerciales **no son homogéneos**, por lo que una simple elección al azar de una muestra a partir de un volumen importante de metal, puede no ser representativa de las condiciones presentes

La muestra seleccionada debe ser **representativa** de las condiciones típicas del material, o ser elegida deliberadamente para revelar la **condición más desfavorable**

El **número** de muestras necesarias para caracterizar un componente depende del **tamaño** y **complejidad** de la pieza, así como de la naturaleza de sus **condiciones de servicio**.

La **localización** de las muestras se realiza a conveniencia en cada caso particular, dependiendo de múltiples factores (**facilidad de extracción**, **integridad de la pieza**, **heterogeneidades**, etc.)

La **orientación** del plano a observar depende del **proceso de fabricación**, la **forma de la pieza** y las **características** a estudiar, aunque con carácter general, las microestructuras aparecen más uniformes en secciones transversales

## PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

La obtención de una superficie adecuada para el examen metalográfico requiere de una serie de operaciones previas que van desde el corte hasta el ataque para revelar la microestructura, pasando por algunas etapas intermedias (*pulido, etc.*)

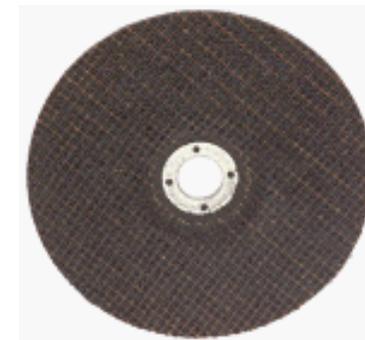
### CORTE

Generalmente la muestra no tiene el tamaño adecuado para la observación micrográfica y debe ser reducida mediante *corte* a las dimensiones requeridas

Con independencia del método de corte empleado, este proceso no debe alterar la estructura del metal por *calentamiento excesivo* (*corte refrigerado*) o por *deformación*

Existe en los laboratorios metalúrgicos el equipamiento adecuado para llevar a cabo estas tareas de reducción de tamaño de la muestra (*cortadoras de muela abrasiva, cortadoras de precisión, discos de diamante, etc.*)

La muestra debe presentar una superficie de examen comprendida entre **1 y 10 cm<sup>2</sup>**



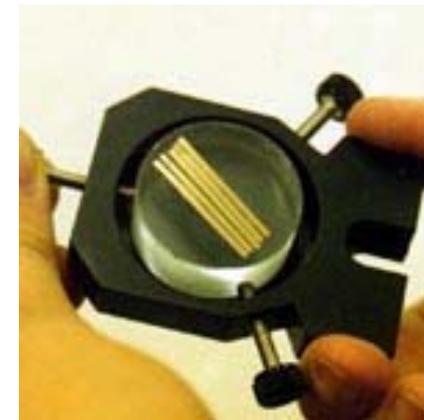
## ENCAPSULADO

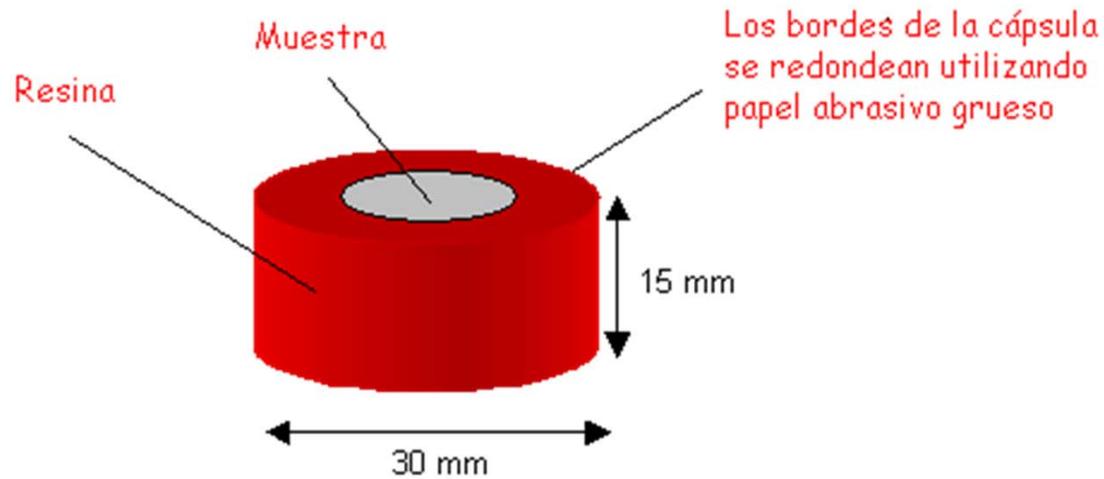
Con muestras de tamaño apreciable, no es necesario el **encapsulado**, pero es imprescindible en muestras demasiado pequeñas para su manipulación o con dimensiones no uniformes (**varillas, alambres, láminas, etc.**)

Se usan **bakelitas, poliésteres, resinas epoxídicas, acrílicas, etc.**



**Encapsulado en frío  
o en caliente**





**Cápsula metalográfica convencional**



## DESBASTE

Se realiza por **frotamiento** de la superficie de la muestra a examinar sobre **papeles abrasivos** de granulometría progresivamente más fina

Usualmente se lleva a cabo bajo flujo de agua para evitar el sobrecalentamiento de la muestra que pueda alterar su estructura y evitar el embotado del disco por desprendimiento de partículas abrasivas

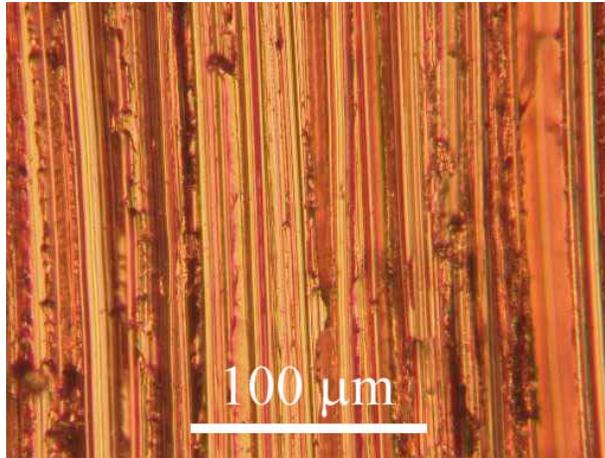
Los discos abrasivos se hacen girar a velocidades de **150 a 300 rpm**

La secuencia de granulometrías puede ser **120, 240, 320, 400, 600 y 1000**

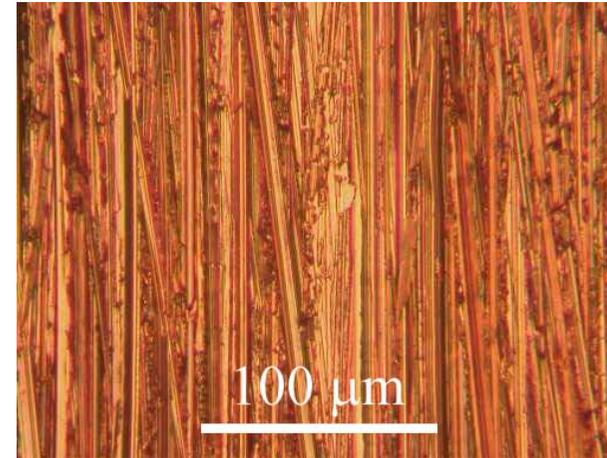
La duración de la operación de pulido es variable (**se debe eliminar en cada paso el daño del paso anterior**), pero puede estimarse en **2 ó 3 minutos** por cada papel

El encapsulado de la muestra previene el redondeo de sus bordes y facilita la obtención de una superficie completamente plana

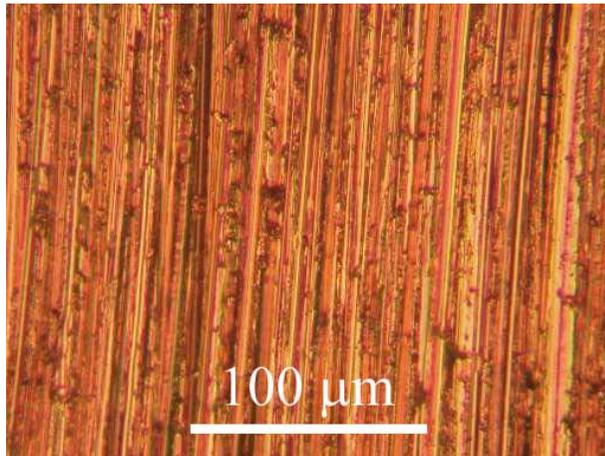




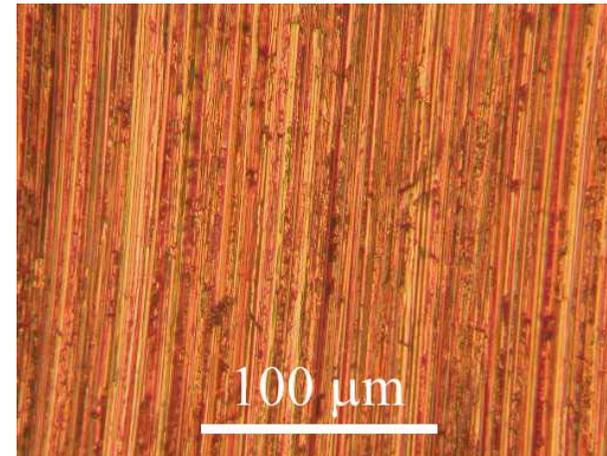
**180**



**400**



**800**



**1200**

## PULIDO

Es la operación que sucede al desbaste y proporciona una superficie libre de rayas con reflectividad muy alta (**acabado especular**)

El pulido se clasifica en **grueso** y **fino**

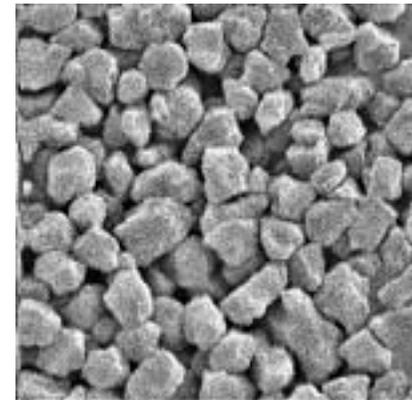
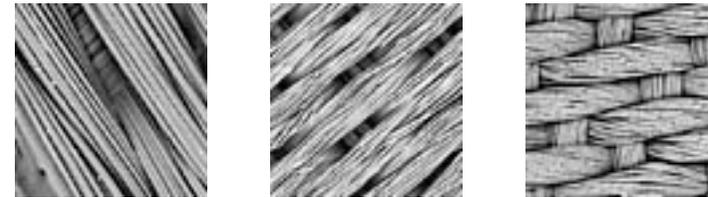
- **Pulido grueso**: utiliza abrasivos con tamaños de partícula entre **30** y **3  $\mu\text{m}$**
- **Pulido fino**: utiliza abrasivos con tamaños de partícula de menos de **1  $\mu\text{m}$**

El pulido, no utiliza papeles abrasivos sino **paños** de lana o seda impregnados de una **suspensión de abrasivo** que pueden ser partículas de alúmina, magnesia o pasta de diamante

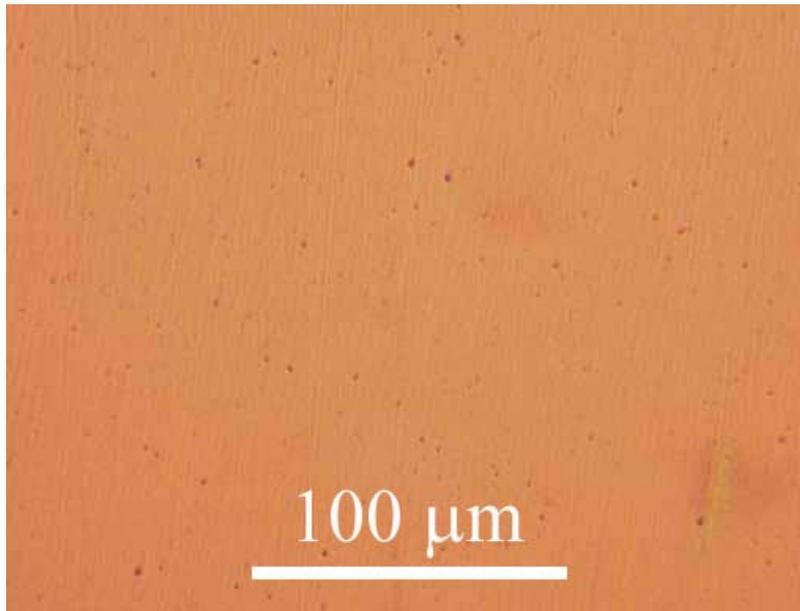
El procedimiento consiste en sujetar la muestra sobre el paño giratorio y desplazarla sobre su superficie en sentido contrario al del giro



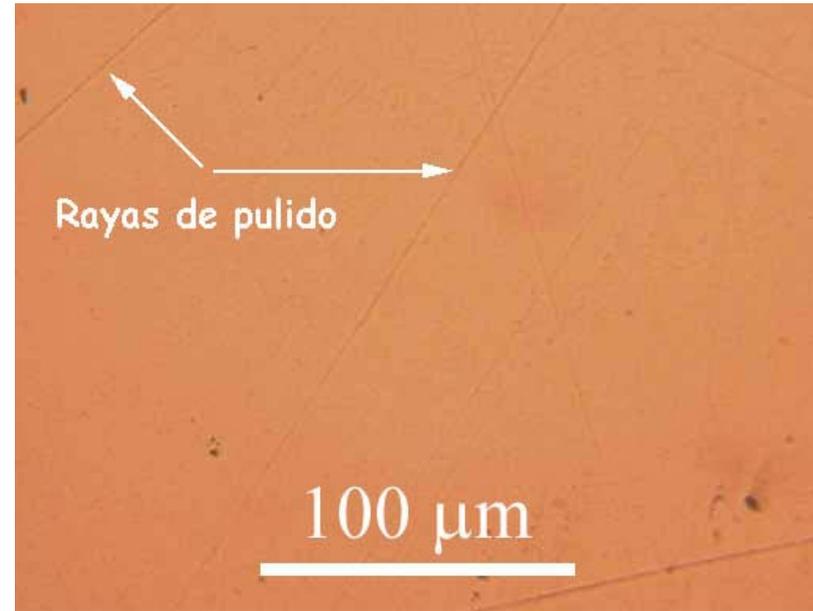
Paños de pulido



Partículas abrasivas  
de diamante  
(0.05 – 2  $\mu\text{m}$ )



**Superficie pulida  
(6 mm)**



**Superficie pulida  
(1 mm)**

## ATAQUE (I)

La probeta pulida puede ser examinada sin necesidad de ataque micrográfico, en caso de observación de inclusiones no metálicas (ej. grafito) o heterogeneidades como fisuras, poros, etc.

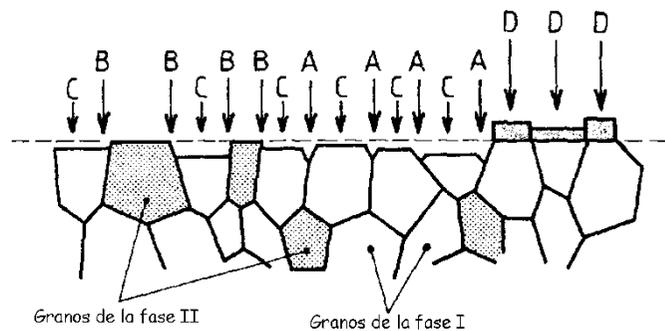
En la mayoría de los metales, la microestructura es revelada solamente por aplicación de un agente reactivo adecuado

Las técnicas estándar de ataque se basan en el uso de **soluciones químicas (reactivos)**, aunque los **ataques potencioestático** y **electrolítico** son también muy comunes

## ATAQUE (II)

El ataque es un proceso de **corrosión** controlada resultante de la acción electrolítica entre zonas superficiales de la muestra con diferentes potenciales

Su efecto es proporcionar diferencias de relieve o de coloración entre los distintos constituyentes o entre los cristales con diferente orientación de una misma fase, lo que permite observarlos por contraste



**A: disolución de los bordes de grano de una misma fase**

**B: disolución de las uniones entre fases distintas (interfases)**

**C: disolución de las superficies de los granos en función de su orientación cristalográfica**

**D: formación de capas adherentes de productos de reacción con espesor función de la orientación del grano (colores de interferencia)**

### ATAQUE (III)

Los **reactivos** de ataque usualmente constan de tres componentes principales, aunque en algunos reactivos un mismo componente puede cumplir a la vez dos de estas funciones:

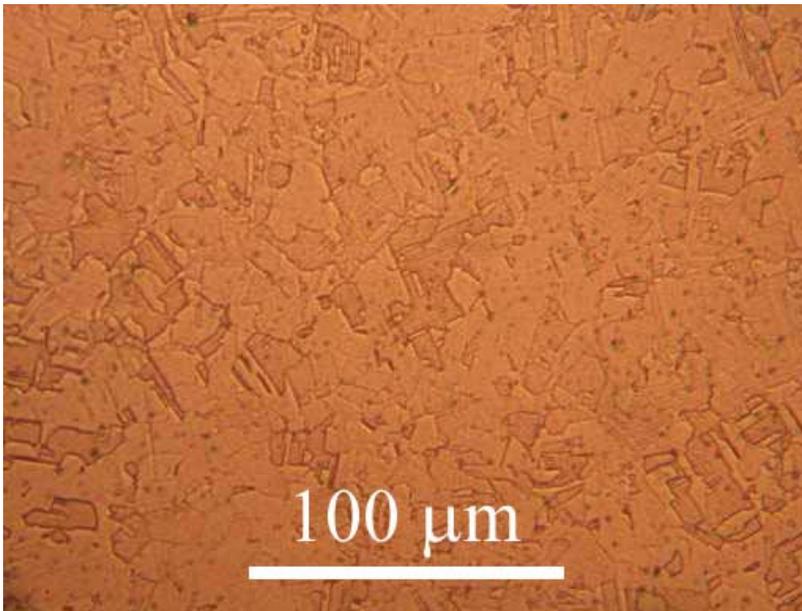
- Un agente corrosivo (ácido clorhídrico, sulfúrico, fosfórico, acético, pícrico,...)
- Un modificador que reduce la ionización (alcohol, glicerina, ...)
- Un oxidante que absorbe electrones (agua oxigenada,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ , ...)

El oxígeno disuelto en el agua de grifo aumenta la velocidad de disolución, por lo que es recomendable utilizar **agua destilada** en la preparación de los reactivos

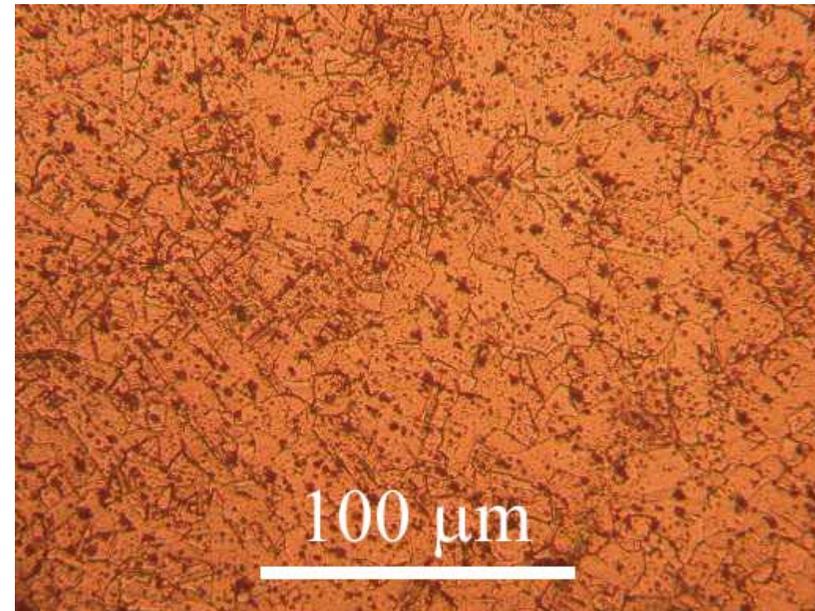
El ataque se ejecuta por **inmersión** de la muestra en el reactivo durante un tiempo determinado o por **enjuagado** del reactivo con algodón

## ATAQUE (IV)

El **tiempo** de ataque se determina mediante prueba y error, debiendo ser el suficiente para revelar la microestructura pero no demasiado para evitar la formación de estructuras mal definidas por **sobreataque**



**Estructura escasamente atacada**



**Estructura sobreatacada**

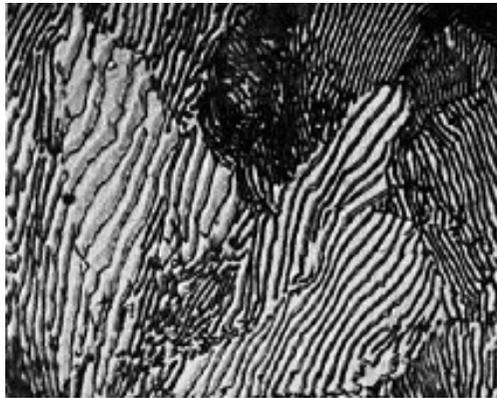
## ATAQUE (V)



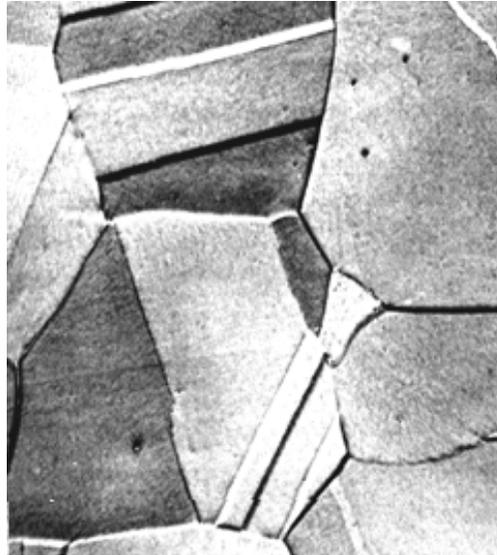
Tabla Reactivos utilizados para el ataque químico de los metales para su examen microscópico

Metales	Reactivo	Composición	Observaciones
Hierro y acero al carbono	Nital	2 a 5% de ácido nítrico en alcohol metílico	Obscurece a la perlita en aceros al carbono. Diferencia la perlita de la martensita; revela los límites de grano de la ferrita. Muestra la profundidad del núcleo en los aceros nitrados. Tiempo: 5 a 60 segundos.
	Picral	4 g de ácido pícrico en 100 ml de alcohol metílico	Para aceros al carbono y de baja aleación recocidos y endurecidos por temple. No es tan bueno como el nital para revelar los límites de grano de la ferrita. Tiempo: 5 a 120 segundos.
Aceros aleados e inoxidables	Ácido clorhídrico y ácido pícrico Cloruro férrico y ácido clorhídrico	5 g de ácido clorhídrico y 1 g de ácido pícrico. En 100 ml de alcohol metílico. 5 g de cloruro férrico, 20 ml de ácido clorhídrico y 100 ml de agua destilada	Revela los granos de austenita en los aceros templados y en los templados y revenidos. Revela las estructuras en los aceros y en el hierro-cromo-níquel. Revela las estructuras de los aceros inoxidables y de los aceros austeníticos al níquel.
Aceros de alta velocidad	Ácidos clorhídrico y nítrico	9 ml de ácido clorhídrico, 9 ml de ácido nítrico y 100 ml de alcohol metílico.	Revela el tamaño de grano de los aceros templados y revenidos de alta velocidad. Tiempo: 15 segundos a 5 minutos.
Aluminio y aleaciones de aluminio	Hidróxido de sodio	10 g de hidróxido de sodio en 90 ml de agua destilada	Reactivo general. Puede utilizarse para micro y para macroataque. Tiempo: 5 segundos.
Magnesio y aleaciones de magnesio	Glicol	75 ml de etilenglicol, 24 ml de agua destilada y 1 ml de ácido nítrico magnesio	Puede utilizarse para revelar la estructura granular de la mayoría de las aleaciones de magnesio.
Níquel y aleaciones de níquel	Ácido acético y ácido nítrico	50 ml de ácido acético glacial y 50 ml de ácido nítrico concentrado	Aleaciones de níquel y níquel cobre. Tiempo: 5 a 20 segundos.
Cobre y aleaciones de cobre	1. ácido nítrico	12 a 30% de ácido nítrico	Muestra las inclusiones, la porosidad y las líneas de flujo. Requiere de 5 a 20 minutos.
	2. Reactivo concentrado de Kellers	10 ml de ácido fluorhídrico, 15 ml de ácido clorhídrico, 25 ml de ácido nítrico y 50 ml de agua	Almacena la solución únicamente en un frasco de cera parafínica, porque el ácido fluorhídrico disuelve el vidrio. Es un buen reactivo para aleaciones que contienen cobre.
	3. Hidróxido de amonio y peróxido de hidrógeno	5 partes de hidróxido de amonio, 5 partes de peróxido de hidrógeno y 5 partes de agua	Se utiliza para el cobre y muchas aleaciones de éste. El contenido de peróxido varía con el contenido de cobre de la aleación.
	4. Persulfato de amonio	10 g de persulfato de amonio y 90 ml de agua	Es un buen reactivo para el cobre, el latón, el bronce y el níquel plata.

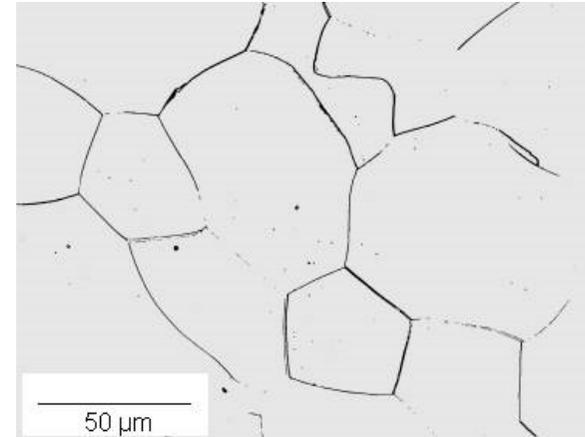
## GALERÍA DE MICROESTRUCTURAS



**Perlita (x300)**



**Austenita (x325)**



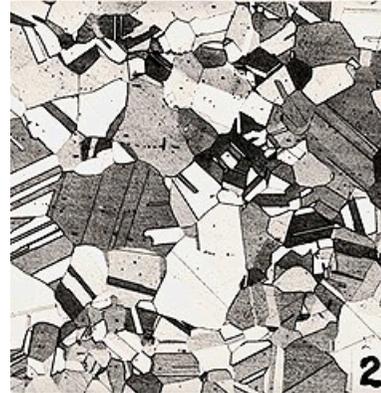
**Ferrita (x500)**



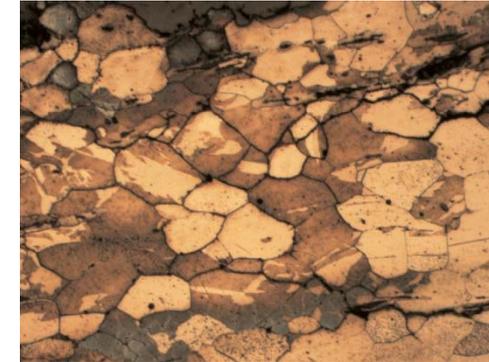
**Inclusiones no metálicas en aceros (x300)**



**Martensita (x500)**



**Latón (x200)**



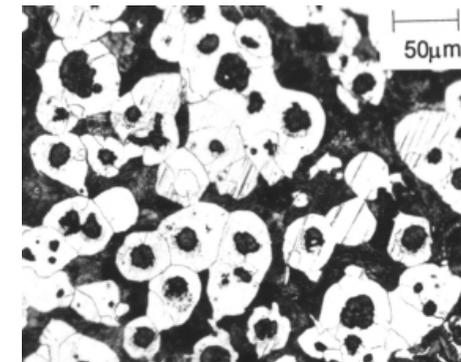
**Estructura ferrítica de  
espada de época romana**



**Aleación con  
solidificación dendrítica (x800)**

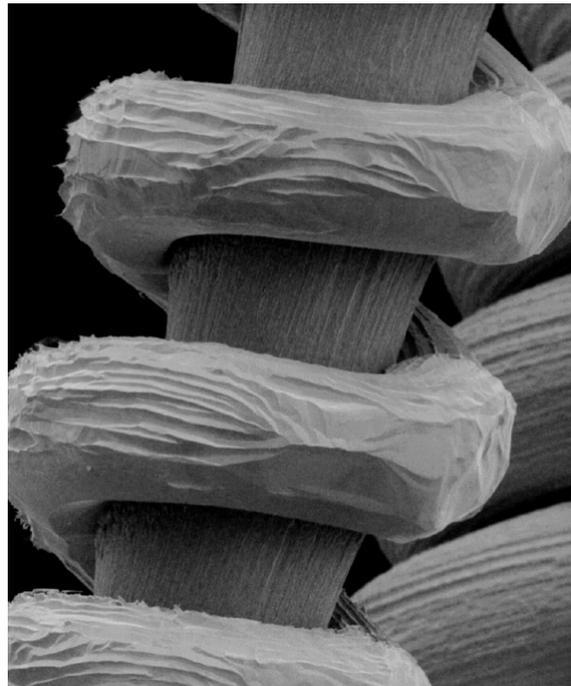


**Grafito laminar**



**Grafito nodular  
o esferoidal**

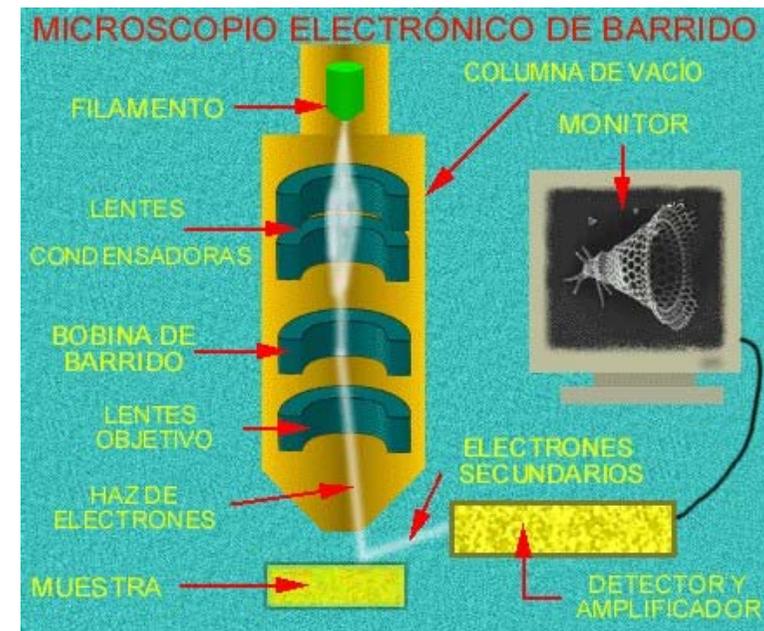
# ENSAYOS DE CARACTERIZACIÓN METALOGRÁFICA: MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (MEB)



El poder de resolución del microscopio óptico está limitado por la longitud de onda de la luz visible, de forma que no es posible conseguir imágenes nítidas por encima de **1.000 X**. Los MEB permiten la caracterización microestructural en aumentos de hasta **150.000X**, no siendo necesaria una preparación de muestras específica como ocurre en la microscopía óptica.

La técnica se basa en el uso de un **haz de e-acelerados** como fuente de iluminación. La  $\lambda$  de estas partículas es mucho más pequeña que la de la luz visible, lo que permite aumentar la resolución.

Para controlar la imagen se utilizan lentes magnéticas que focalizan el haz, como muestra la Fig. La técnica realiza simultáneamente microanálisis elementales por energía dispersiva de rayos X (EDAX), que se basa en la producción de fotones de rayos X en la muestra por un proceso análogo a la fluorescencia.



Los e- generados por un filamento de wolframio a alta temperatura, son acelerados por aplicación de una diferencia de potencial elevada (20 - 30 kV) y se hacen incidir sobre la superficie de la muestra. Parte de los e- de alta energía rebotan sin pérdidas en su energía cinética (e- retrodispersados) y el equipo cuenta con un detector que capta estos e-.

Parte de los e- originales del haz interacciona con la superficie de la muestra de forma inelástica (no rebotan), perdiendo parte de su energía cinética que es transferida a los átomos de la muestra. Este aporte energético arranca e- de las capas más internas de los átomos de la muestra (e- secundarios) y el equipo cuenta con otro detector para captarlos.

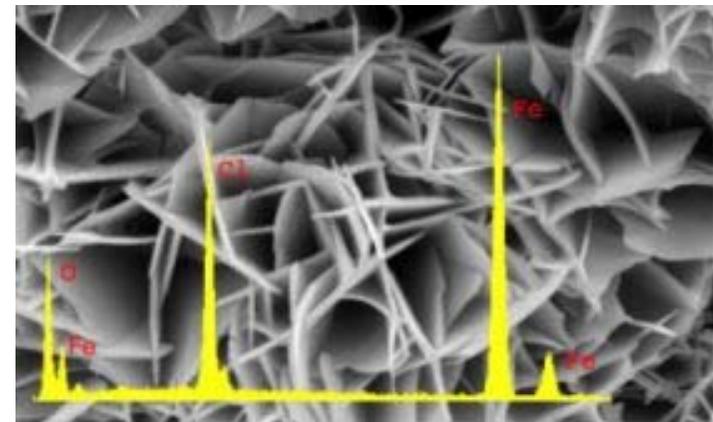
La señal de los e- de retroceso y secundarios, se procesa electrónicamente para producir una imagen de la superficie de la muestra dotada de extraordinaria resolución y profundidad de campo.



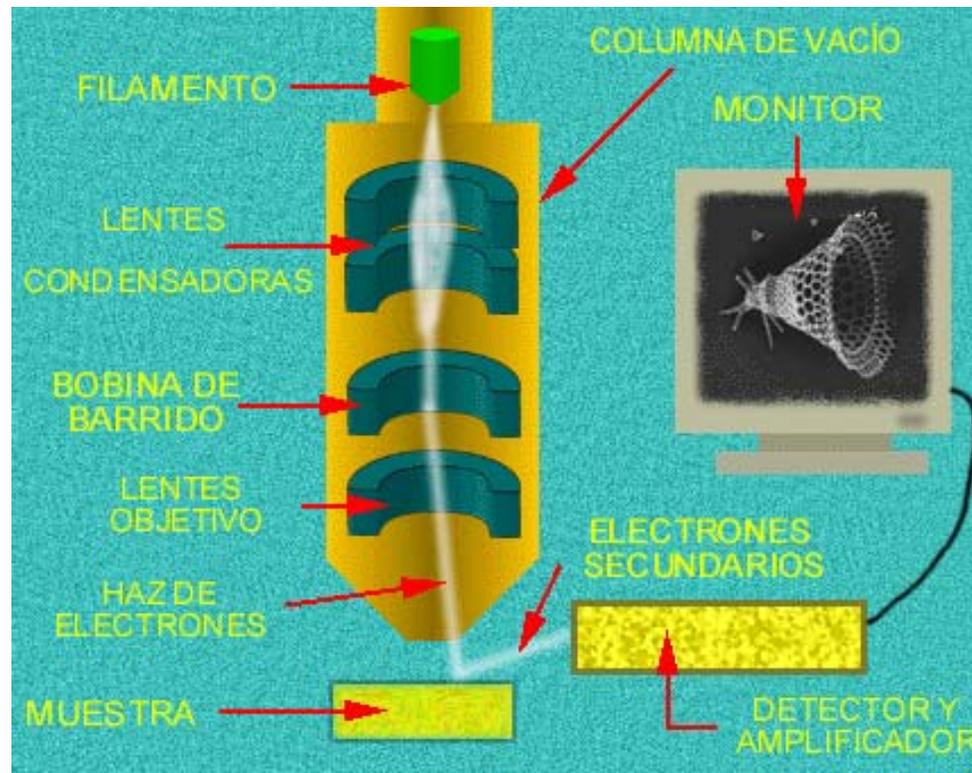
Los e- de las capas más exteriores decaen para cubrir las vacantes que la emisión de secundarios ha dejado en las capas interiores y el átomo emite un fotón de rayos-X con una energía igual a la diferencia de energía entre los dos niveles involucrados en cada transición electrónica, característica de cada átomo de la muestra. Por tanto, asociado al proceso de formación de la imagen en un MEB aparece el fenómeno de la fluorescencia. Todos los elementos emiten, de esta forma, rayos-X con sus propias energías características, lo cual permite diferenciarlos e identificarlos.

Los r-X emitidos llegan a un tercer detector, que procesa la señal y permite obtener un espectro. Las energías de los r-X identifican los elementos de la muestra, y las intensidades de las distintas líneas espectrales son proporcionales a su concentración relativa dentro de la misma, posibilitando el análisis elemental cuantitativo.

No obstante, son muchos los parámetros encargados de convertir las intensidades de las líneas en concentraciones expresadas como porcentajes en peso; por esta razón, los análisis obtenidos a partir de esta técnica se considera que tienen únicamente carácter **semicuantitativo**.



## EL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO



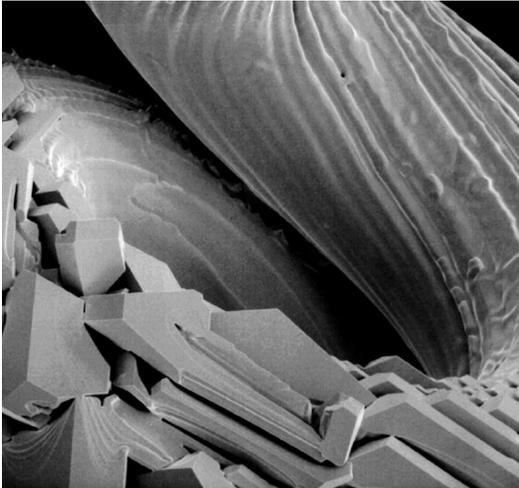
## 1. COLUMNA GENERADORA DEL HAZ DE ELECTRONES

2. CÁMARA DE VACÍO, EN LA QUE EL HAZ ELECTRÓNICO INTERACCIONA CON LA MUESTRA

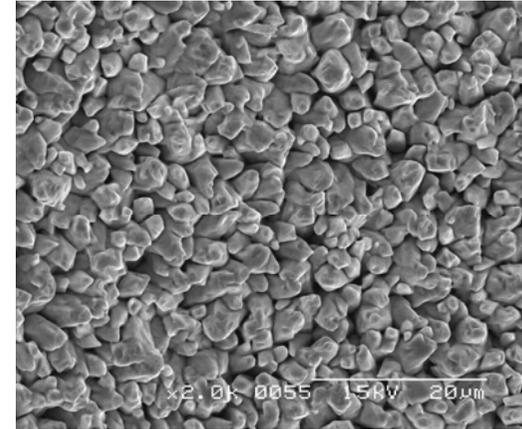
3. DETECTORES PARA PROCESAR LAS SEÑALES PROCEDENTES DE LA INTERACCIÓN HAZ ELECTRÓNICO/MUESTRA

4. SISTEMA DE VISIÓN QUE CONSTRUYE IMÁGENES A PARTIR DE LA SEÑAL DE LOS DETECTORES

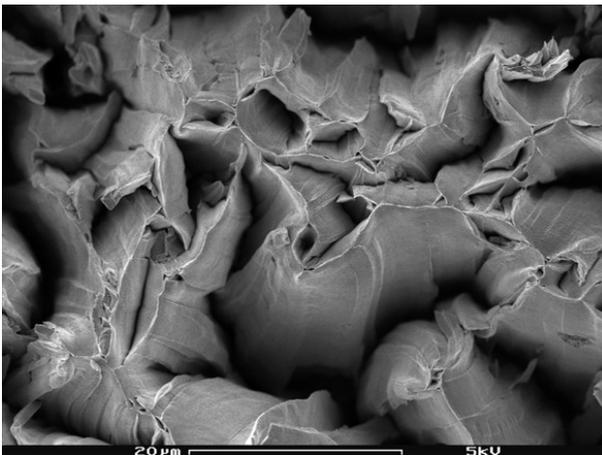




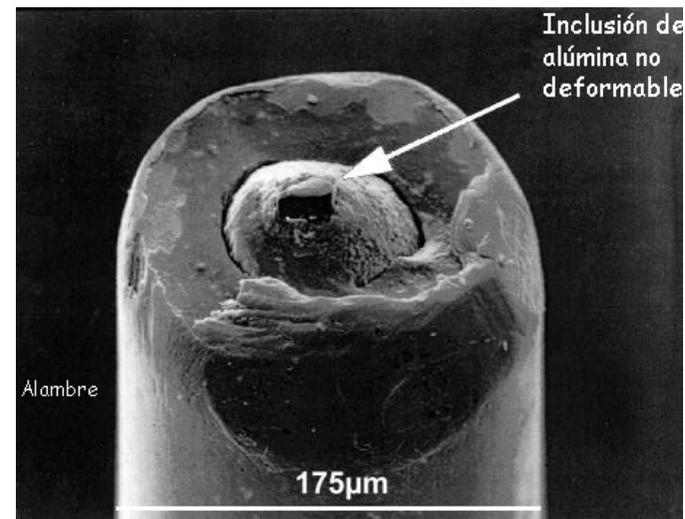
Filamento de W



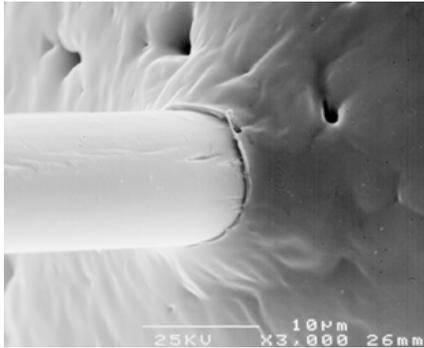
Depósito electrolítico de Sn



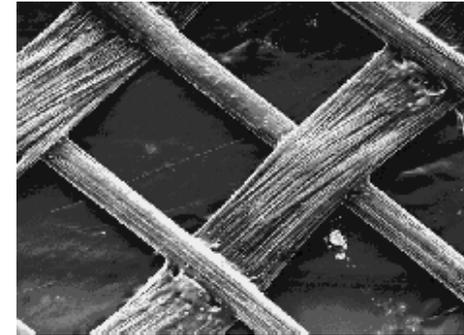
Fractura de Mo



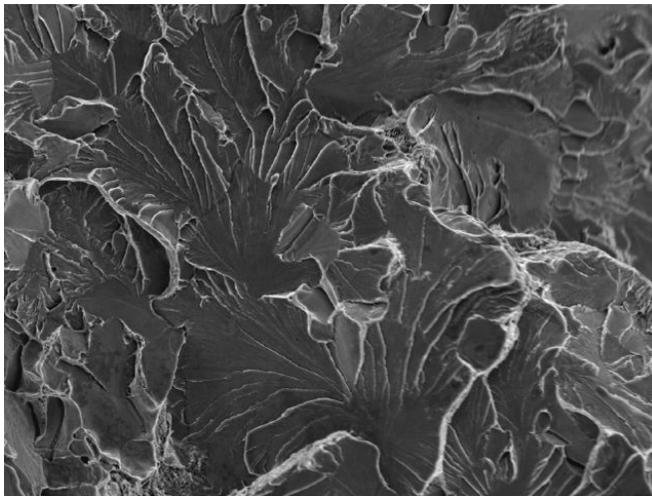
Alambre con inclusión de alúmina



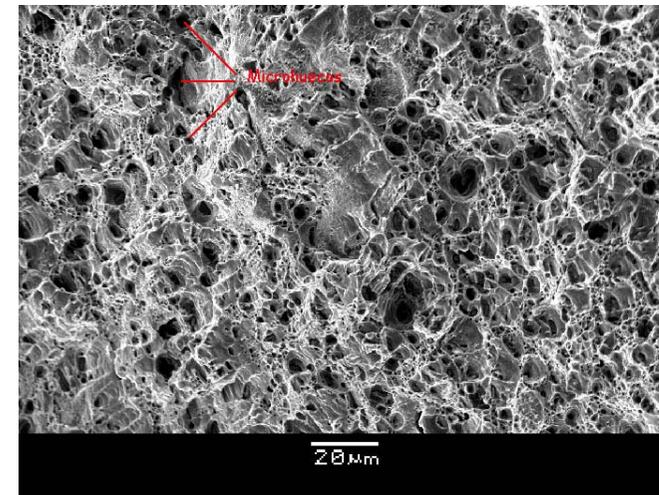
**Despegue de fibra en un material compuesto**



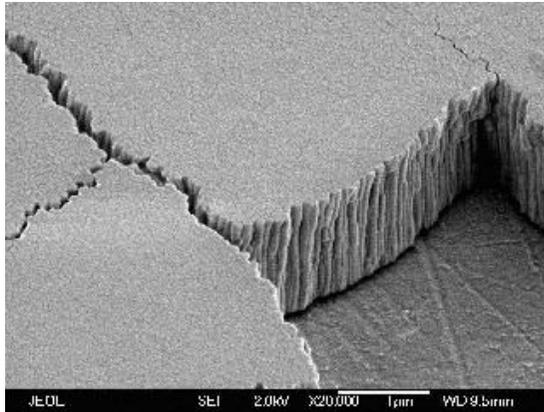
**Fibras geotextiles**



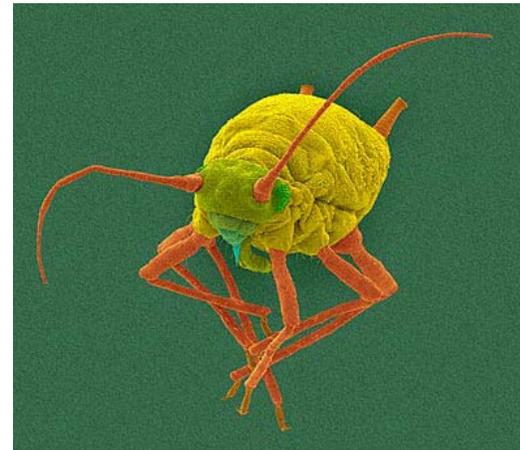
**Rotura por clivajes en un acero**



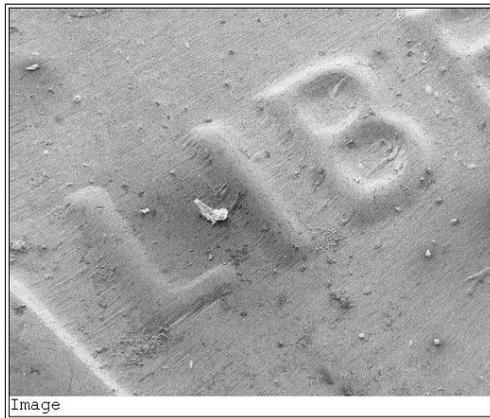
**Rotura por microhuecos en duraluminio**



Depósito frágil



Afídeo del algodón



Inscripción en una moneda