## **ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL**

### Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción

"Aplicación de la Microscopía Electrónica de Barrido al Análisis Metalográfico y Fractográfico en Elementos de Motores"

## **TESIS DE GRADO**

Previo a la obtención del Título de:

## **INGENIERO MECÁNICO**

Presentada por:

Sergio Enrique Cortez Bastidas

**GUAYAQUIL – ECUADOR** 

Año: 2010

## AGRADECIMIENTO

A Dios y a mi Familia. Al Convenio Cooperación de Interinstitucional ESPOL \_ PETROECUADOR, y a todas las personas que hicieron posible el desarrollo de este Proyecto, en especial al Ing. Omar Serrano, Director de Tesis; al Ing. Guillermo Toala, Director del CIGG; y al Ing. Mauricio Cornejo y a la Ing. Xiomara Coello por su valiosísima ayuda.

## DEDICATORIA

A MI ABUELITA BLANCA

A MI ABUELITO JORGE

A MIS PADRES, A MI HERMANO Y A MI FAMILIA POR EL CONSTANTE APOYO.

A MI NOVIA MÓNICA, POR SER EL MOTOR QUE ME IMPULSÓ A ESTE TRIUNFO. TRIBUNAL DE GRADUACIÓN

Ing. Francisco Andrade S. DECANO DE LA FIMCP PRESIDENTE Ing. Omar Serrano V. DIRECTOR DE TESIS

Dra. Cecilia Paredes V. VOCAL

## **DECLARACIÓN EXPRESA**

"La responsabilidad del contenido de esta Tesis de Grado, me corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual de la misma a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL"

(Reglamento de Graduación de la ESPOL)

Sergio Enrique Cortez Bastidas

### RESUMEN

La Microscopía Electrónica de Barrido es una herramienta muy importante en el análisis de especímenes metálicos a nivel micrométrico e inclusive nanométrico. Los diferentes tipos de señales obtenidas por la interacción entre el haz de electrones y el metal, proporcionan un nivel de resolución y de detalles gráficos que no pueden ser observados con instrumentos convencionales. Estas herramientas permiten al ingeniero o al investigador conocer al detalle y con gran precisión la microestructura del metal, las características topográficas de la superficie y la composición química del material.

El objetivo del presente trabajo es presentar un procedimiento experimental de análisis de fallas, para determinar las causas y mecanismos de falla de un elemento de motor de combustión interna, por medio de un estudio detallado desde la preparación de muestras hasta la observación de los tipos de marcas o huellas en las superficies de fractura, empleando el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM, por sus siglas en inglés) y todos sus instrumentos

En el primer capítulo se presenta un resumen de la teoría básica de Óptica Electrónica y de Rayos X. En el segundo capítulo, se ilustran las causas y mecanismos de falla más comunes en aceros, con sus debidas observaciones fractográficas. En el tercer capítulo, se establece el procedimiento de preparación en laboratorio de las muestras para su observación en el SEM. En el cuarto capítulo se detallan las observaciones a los elementos de motores, de acuerdo a las características de las muestras obtenidas. Finalmente, en el quinto capítulo se recogen las observaciones y se plantean hipótesis y conclusiones de las posibles causas de falla de los elementos estudiados en el presente Proyecto.

## ÍNDICE GENERAL

RESUMEN	I
ÍNDICE GENERAL	
ABREVIATURAS	VI
SIMBOLOGÍA	VII
ÍNDICE DE FIGURAS	IX
ÍNDICE DE TABLAS	XIV
INTRODUCCIÓN	1

## CAPÍTULO 1

1. FUNDAMENTOS DE MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE	
BARRIDO	3
1.1. Columna del SEM	6
1.2. Detección y Procesamiento de Imágenes	30
1.3. Efectos de la superficie del espécimen en la imagen	33
1.4. Microsonda de Rayos X	36

## CAPÍTULO 2

2. ANÁLISIS DE FALLAS Y FRACTOGRAFÍA EN ACEROS	54
2.1. Causas de fallas	54
2.2. Fractografía	60

2.3.	Tipos de Fractura	61
2.4.	Mecanismos de falla	71

## CAPÍTULO 3

PREPARACIÓN DE ESPECÍMENES PARA ANÁLISIS DE	
ALLAS	.83
3.1. Procedimiento General	84
3.2. Características del espécimen	88
3.3. Preparación de la superficie	90
3.3.1. Estudio de topografía superficial	90
3.3.2. Estudio de la microestructura y análisis	
microquímico	105
3.3.3. Análisis de Rayos X	107
3.3.4. Estudio a nivel macroscópico	109
	<ul> <li>PREPARACIÓN DE ESPECÍMENES PARA ANÁLISIS DE</li> <li>3.1. Procedimiento General.</li> <li>3.2. Características del espécimen.</li> <li>3.3. Preparación de la superficie.</li> <li>3.3.1. Estudio de topografía superficial.</li> <li>3.3.2. Estudio de la microestructura y análisis microquímico.</li> <li>3.3.3. Análisis de Rayos X.</li> <li>3.3.4. Estudio a nivel macroscópico.</li> </ul>

### CAPÍTULO 4

4. TRABAJO EXPERIMENTAL: ANÁLISIS METALOGRÁFICO Y	
FRACTOGRÁFICO EN ELEMENTOS DE MOTORES	112
4.1. Cigüeñales	112
4.2. Pistones	127
4.3. Camisas	141
4.4. Bielas	170

4.5. Ejes17	'8
4.6. Engranajes19	)3
CAPÍTULO 5	
5. ANÁLISIS DE RESULTADOS21	0
CAPÍTULO 6	
6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	1
APÉNDICES23	35
BIBLIOGRAFÍA24	8

## ABREVIATURAS

AI	Aluminio
Ar	Argón
Au	Oro
Ва	Bario
Be	Berilio
С	Carbono
CI	Cloro
cm	Centímetro
cm <sup>3</sup>	Centímetro cúbico
Cr	Cromo
eV	Electrón-voltio
Fe	Hierro
$Fe_2O_3$ (s)	Óxido Férrico sólido
FeCl <sub>2</sub> (ac)	Cloruro Ferroso acuoso
FeCl <sub>3</sub> (ac)	Cloruro Férrico acuoso
H <sub>2</sub> (g)	Hidrógeno molecular gaseoso
$H_2O(I)$	Agua
HCI (ac)	Ácido Clorhídrico acuoso
K	Potasio
keV	Kiloelectrón-voltio (1000 eV)
kV	Kilovoltio (1000 V)
LaB <sub>6</sub>	Hexaboruro de Lantano
mm	Milímetro
mm Hg	Milímetro de Mercurio
Мо	Molibdeno
μm	Micrómetro
N	Nitrógeno
Na	Sodio
Ni	Níquel
nm	Nanómetro
0	Oxigeno
Ра	Pascales
Si	Silicio
Ti	Titanio
V	Voltio
W	Tungsteno (Wolframio)

## SIMBOLOGÍA

SEM	Scanning Electron Microscope (Microscopio Electrónico de Barrido)
LM	Light Microscope (Microscopio Óntico)
MEP	Mean Free Path (Distancia Media Libre)
DE	Depth of Field (Profundidad de Campo)
WD	Working Distance (Distancia de Trabaio)
CL	Cátodoluminiscencia
BSE	Backscattered Electrons (Electrones Retrodispersados)
Z	Número Atómico
BSED	Backscattered Electron Detector (Detector de Electrones
	Retrodispersados)
SE	Secondary Electrons (Electrones Secundarios)
ETD	Everhart-Thornely Secondary Electron Detector
	(Detector de Electrones Secundarios Everhart-Thornely)
DualBSD	Dual Backscattered and Secondary Electron Detector
	(Detector Dual de Electrones Secundarios y Electrones
	Retrodispersados)
TEM	Transmission Electron Microscope (Microscopio
	Electrónico de Transmisión)
CRT	Cathodic Ray Tube (Tubo de Rayos Catódicos)
WDS	Wavelength Dispersive Sprectroscopy (Espectroscopía
	de Dispersión de Longitudes de Onda)
EDS	Energy Dispersive Spectroscopy (Espectroscopía por
	Dispersión de Energía)
MCA	Multi-Channel Analyzer (Analizador Multicanal)
σ	Esfuerzo
$\sigma_A$	Esfuerzo aplicado
$\sigma_{MAX}$	Esfuerzo máximo
σ <sub>y</sub>	Esfuerzo de Fluencia
UIS	Ultimate Tensile Strength (Estuerzo Ultimo de Tensión)
η	Factor de Seguridad
8	Porcentaje de deformación
SI(LI)	Cristal de Litio en Silicio
Ge(LI)	Cristal de Litio en Germanio
n	Orden de Difracción de Rayos X
٨	Longitud de Onda de Rayos X
d	Espaciamiento interpianar atomico
U U	Angulo de Incidencia de Rayos X
IRC	retragonal Body Centered (Tetragonal Centrado en el
BCC	Body Centered Cubic (Cúbico Centrado en el Cuerno)
D00	body contered cubic (Cubico Centrado en el Cuerpo)

HCP	Hexagonal Compacto
FIMCP	Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción
CIGG	Centro de Investigaciones Geológicas de Guavaguil
ESPOL	Escuela Superior Politécnica del Litoral
CCC	Conductive Carbon Cement (Cemento Conductivo de Carbón)
HV	Electron Beam High Voltage (Alto Voltaje del Haz de Electrones)
mag	Magnificación
det	Tipo de Detector
spot	Spot Size (Tamaño de Punto Enfocado del Haz de Electrones)
ASM	American Society for Materials
ASME	American Society of Mechanical Engineers
ASTM	American Society for Testing and Materials
AISI	American Iron and Steel Institute
SAE	Society of Automotive Engineering
CPS	Counts per Second (Conteos por Segundo)
PMI	Punto Muerto Inferior

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.1	SEM FEI Quanta 200	4
Figura 1.2	Estructura Básica de un SEM	5
Figura 1.3	Columna SEM del Sistema FEI Quanta 200	6
Figura 1.4	Bomba Mecánica del Sistema FEI	9
Figura 1.5	Bomba de Difusión del Sistema Antiquo Philips	
0	Series 500	10
Figura 1.6	Cañón de Electrones	13
Figura 1.7	Filamento de Tungsteno	14
Figura 1.8	Filamento de Hexaboruro de Lantano	14
Figura 1.9	Cámara de Espécimen del Sistema FEI	17
Figura 1.10	Interior de la Cámara de Espécimen del Sistema	
5	FEI Quanta 200	18
Figura 1.11	Tipos de Interacción entre el Haz de Electrones y el	
0	Espécimen	20
Figura 1.12	Imagen SEM de una Muestra de Fundición Gris	
J	usando BSE	23
Figura 1.13	Detector de BSE del Sistema FEI	23
Figura 1.14	Detector de SE FEI Quanta 200	25
Figura 1.15	Imagen SEM de una Muestra de Fundición Gris	
-	usando BSE y SE (DualBSD)	26
Figura 1.16	Equipo de Rayos X del Sistema FEI	
	Quanta 200	27
Figura 1.17	Detector de Cátodoluminiscencia del Sistema FEI	
-	Quanta 200	28
Figura 1.18	Esquema de un Detector de Electrones	
	Secundarios (ETD)	32
Figura 1.19	Efecto de Borde o Desnivel	35
Figura 1.20	Efecto de Punta	36
Figura 1.21	Impacto del Haz de Electrones sobre un átomo:	
	Emisión de Rayos X	39
Figura 1.22	Nomenclatura de los Rayos X	40
Figura 1.23	Espectro de Rayos X	42
Figura 1.24	Espectroscopía de la Sal	46
Figura 1.25	Difracción de Rayos X en un cristal	51
Figura 2.1	Fractura Dúctil en Probeta de Tracción	55
Figura 2.2	Fractura Frágil en Probeta de Tracción	55
Figura 2.3	Marcas Características de Fatiga	57
Figura 2.4	Marcas de Playa y Grietas Secundarias	58

Figura 2.5	Superficie de una Plancha de Acero al Carbono	
	Afectada por la Corrosión	60
Figura 2.6	Diagrama Esfuerzo – Deformación de un Material	62
Figura 2.7	Fiemplo de Fractura Transcristalina Observada en	02
	el SEM	63
Figura 2 8	Tipos de Clivaie según la Dirección de la	
	Fractura	64
Figura 2.9	Imagen SEM de Aleación Ti-Al Mostrando Fractura	
	Frágil	65
Figura 2.10	Eiemplo de Fractura Intercristalina Observada en el	
- gana _ r r	SEM	66
Figura 2.11	Rosetas de Cuasi-Clivaie rodeando nódulos de	
0	Grafito	67
Figura 2.12	Líneas Chevron o Delta de Río	67
Figura 2.13	Ilustración de la Fractura Dúctil	69
Figura 2.14	Fractografía Ilustrando Microvacíos	70
Figura 2.15	Diagrama Esfuerzo – Deformación de un material	
5	dúctil	70
Figura 2.16	Falla por Fragilización por Hidrógeno	72
Figura 2.17	Anillo Exterior de un Cojinete Desgastado	74
Figura 2.18	Imagen SEM de una Superficie de Falla por	
0	Abrasión	76
Figura 2.19	Fractografía de una Superficie de Falla por	
0	Termofluencia	77
Figura 2.20	Superficie de Falla por Termofluencia	
0	y Ċlivaje	78
Figura 2.21	Ilustración del Proceso de Cavitación en la	
C C	Superficie de un Metal	79
Figura 2.22	Superficie de Falla por Impacto de un Acero	
-	Duro	80
Figura 3.1	Interior de la Cámara de Espécimen	89
Figura 3.2	Estado de Algunas Muestras Previo	
	al Decapado	94
Figura 3.3	Proceso de Decapado Químico de	
	las Muestras	99
Figura 3.4	Muestras en Recipiente Seco	.100
Figura 3.5	Cemento Conductivo	.102
Figura 3.6	Removedor de CCC	.103
Figura 3.7	Muestra Colocada en la Clavija	.104
Figura 3.8	Muestra Ubicada en el Stage del SEM	.104
Figura 4.1	Cigüeñal Fracturado	.113
Figura 4.2	Metalografía del Cigüeñal, 100X	.113
Figura 4.3	Metalografía del Cigüeñal, 500X	.114

Figura 4.4	Metalografía del Cigüeñal, 2000X	.116
Figura 4.5	Espectro Elemental – Cigüeñal	.117
Figura 4.6	Superficie Fracturada del Cigüeñal	.118
Figura 4.7	Fractografía del Cigüeñal, 100X	.122
Figura 4.8	Fractografía del Cigüeñal, 1000X	.123
Figura 4.9	Fractografía del Cigüeñal, 2000X	.124
Figura 4.10	Fractografía del Cigüeñal, 5000X	.125
Figura 4.11	Fractografía del Cigüeñal, 17071X	.126
Figura 4.12	Pistón Fracturado	.127
Figura 4.13	Contorno del Pistón	.128
Figura 4.14	Metalografía del Pistón, 100X	.129
Figura 4.15	Metalografía del Pistón, 500X	.131
Figura 4.16	Metalografía del Pistón, 1000X	.131
Figura 4.17	Microestructura de Fundición Nodular	.132
Figura 4.18	Espectro Elemental – Pistón	.135
Figura 4.19	Zona Fracturada del Pistón	.136
Figura 4.20	Interior del Pistón	.137
Figura 4.21	Fractografía del Pistón, 45X	.138
Figura 4.22	Fractografía del Pistón, Detalle de	
	Fisura, 100X	.139
Figura 4.23	Marcas de Cuasi-clivaje en el Pistón, Aumento:	
	1000X	.140
Figura 4.24	Metalografía de la Camisa 1, 100X	.142
Figura 4.25	Metalografía de la Camisa 1, 500X	.143
Figura 4.26	Metalografía de la Camisa 2, 100X	.143
Figura 4.27	Metalografía de la Camisa 2, 500X	.144
Figura 4.28	Metalografía de la Camisa 3, 100X	.145
Figura 4.29	Metalografía de la Camisa 3, 500X	.145
Figura 4.30	Metalografía de la Camisa 4, 100X	.146
Figura 4.31	Metalografía de la Camisa 4, 500X	.147
Figura 4.32	Espectro Elemental – Camisas 1, 2 y 4	.149
Figura 4.33	Espectro Elemental – Camisa 3	.150
Figura 4.34	Fisura Visible Camisa 1	.151
Figura 4.35	Forma de Propagación de Fractura en las Camisas	
	1 y 2	.152
Figura 4.36	Fractura Completa Camisa 1	.153
Figura 4.37	Presencia de Poros en la Camisa 3	.154
Figura 4.38	Zona de Fractura Camisa 4	.155
Figura 4.39	Acercamiento a la Fractura, Camisa 4	.156
Figura 4.40	Fractografía Camisa 1, 400X	.157
Figura 4.41	Fractografía Camisa 1, 1063X	.158
Figura 4.42	Fractografía Camisa 1, 10000X	.159
Figura 4.43	Fractografía Camisa 2, 47X	.160
Figura 4.44	Fractografía Camisa 2, 180X	.161

Figura 4.45	Fractografía Camisa 2, 1600X	
Figura 4.46	Fractografía Camisa 2, 3000X	
Figura 4.47	Fractografía Camisa 2, 10599X	
Figura 4.48	Fractografía Camisa 3, 47X	
Figura 4.49	Fractografía Camisa 3, 186X	
Figura 4.50	Fractografía Camisa 3, 1000X	
Figura 4.51	Fractografía Camisa 3, 4000X	
Figura 4.52	Fractografía Camisa 4, 49X	
Figura 4.53	Fractografía Camisa 4, 2000X	
Figura 4.54	Biela Objeto de Estudio	170
Figura 4.55	Biela de Material Ferromagnético	
Figura 4.56	Metalografía Biela, 100X	172
Figura 4.57	Metalografía Biela, 1000X	173
Figura 4.58	Metalografía de un Acero al 0.06% de C	
Figura 4.59	Marca de golpe en la Biela	175
Figura 4.60	Acercamiento al Golpe en la Biela, 85X	176
Figura 4.61	Fractografía de la Biela, 206X	176
Figura 4.62	Fractografía de la Biela, 500X	177
Figura 4.63	Vista General Eje Fracturado	178
Figura 4.64	Zona de Fractura del Eje	179
Figura 4.65	Huella de Desgaste por Fricción	
Figura 4.66	Metalografía Eje, 100X	181
Figura 4.67	Comparación con Manual	
Figura 4.68	Metalografía Eje, 500X	183
Figura 4.69	Metalografía Eje, 2000X	183
Figura 4.70	Similitud con Microestructura del Eje	185
Figura 4.71	Microestructura de Acero AISI SAE 1015	185
Figura 4.72	Espectro Elemental – Eje	186
Figura 4.73	Vista de la Zona de Fractura	187
Figura 4.74	Marcas de Playa, 46X	
Figura 4.75	Zona de Desgarre, 46X	190
Figura 4.76	Fractografía del Eje, 500X	191
Figura 4.77	Fractografía del Eje, 5000X	192
Figura 4.78	Vista General del Engranaje 1	
Figura 4.79	Vista General del Engranaje 2	
Figura 4.80	Imagen DualBSD a 1000X	
Figura 4.81	Metalografía Engranaje 1, 100X	
Figura 4.82	Metalografía Engranaje 1, 500X	
Figura 4.83	Metalografía Engranaje 2, 100X	
Figura 4.84	Metalografía Engranaje 2, 500X	
Figura 4.85	Espectro Elemental – Engranajes	201
Figura 4.86	Vista de Diente Fracturado	202
Figura 4.87	Fractografía Engranaje1, 32X	203
Figura 4.88	Fractografía Engranaje1, 104X	204

Figura 4.89	Fractografía Engranaje1, 2018X	.205
Figura 4.90	Vista General de la Fractura del Engranaje 2	.206
Figura 4.91	Fractografía Engranaje 2, 38X	.207
Figura 4.92	Fractografía Engranaje 2, 2000X	.208
Figura 4.93	Acercamiento a Incrustación, 10217X	.209

## ÍNDICE DE TABLAS

Pág.

Tabla 4.1	Composición Química de la Fundición Nodular de	
	la Figura 4.17	132

### **INTRODUCCIÓN**

El Microscopio Electrónico de Barrido, SEM por sus siglas en inglés, fue concebido en la década de 1930, y las primeras micrografías fueron obtenidas en los años cincuenta. Pero no fue hasta 1965 cuando el primer SEM comercial, el Stereoscan, fue puesto en el mercado por la Universidad de Cambridge, en Inglaterra. Desde esa época hasta hoy, gracias a la continua investigación y desarrollo, la Óptica Electrónica permite observar cualquier tipo de espécimen con gran detalle y calidad de imagen, constituyéndose así el SEM en una herramienta de gran utilidad en el estudio de los materiales.

La presente Tesis de Grado trata acerca de la Aplicación de la Microscopía Electrónica de Barrido al Análisis Metalográfico y Fractográfico en elementos fracturados de motores de combustión interna. La finalidad de este proyecto es presentar las bases científicas y técnicas para el estudio de los diferentes componentes de un motor por medio de una herramienta tan versátil como lo es el SEM, empleando cada uno de sus instrumentos, sensores y detectores para observar y estudiar cada huella, marca, característica y propiedad de los materiales de los elementos objetos de análisis. A lo largo de esta Tesis se estudiará la interacción de un haz de electrones con una muestra extraída de cada elemento fracturado, y la posterior detección de las señales obtenidas a través del SEM. Como resultado, se podrán establecer las hipótesis de las causas de falla de los elementos estudiados, gracias a la interpretación de las imágenes de alto nivel de detalle provistas por el instrumento y a la teoría de análisis de fallas.

# **CAPÍTULO 1**

# 1. FUNDAMENTOS DE MICROSCOPÍA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

La Microscopía Electrónica de Barrido permite la observación y caracterización superficial de cualquier material, sea éste orgánico o inorgánico. Por medio de este procedimiento, se puede analizar la morfología de la superficie de un espécimen, así como su composición química. Además, es posible determinar cualitativamente ciertas propiedades físicas, como la conductividad eléctrica, la estructura cristalina, presencia de fases, entre otras.

El Microscopio Electrónico de Barrido (Scanning Electron Microscope; SEM) es un instrumento que emplea el bombardeo de un haz de electrones acelerados hasta una longitud de onda cien mil veces menor a la de la luz blanca (~500 nm), y condensados por lentes electromagnéticos. Así, debido a la generación de señales originadas del impacto de electrones con el espécimen, se obtiene una imagen.



FIGURA 1.1. SEM FEI QUANTA 200

Las principales características del SEM es su gran profundidad de campo, lo cual permite tener una percepción tridimensional de la superficie del espécimen que se está analizando. El límite de resolución, la separación más pequeña en la cual dos puntos pueden ser vistos como elementos diferentes en una imagen, es muy baja, gracias a la longitud de onda del haz. En la siguiente comparación se puede observar como varía la resolución de la imagen según el nivel de observación.

Esto está directamente influenciado por el mecanismo de generación de la imagen, sean éstos por medio de luz (fotones), o electrones.

Resoluciones máximas:

- o Ojo humano: 0.1 mm (100 μm)
- o LM (Light microscope): 0.2 μm (200 nm)
- SEM (Scanning Electron Microscope): 7 nm



### FIGURA 1.2. ESTRUCTURA BÁSICA DE UN SEM

### 1.1. Columna del SEM

El SEM consiste en una columna compuesta de cuatro secciones:

- o Cañón de Electrones
- o Sistema de Demagnificación
- Cámara de Espécimen
- Unidad de Detección



FIGURA 1.3. COLUMNA SEM DEL SISTEMA FEI QUANTA 200

Comúnmente, las columnas de los SEM tienen una longitud aproximada de 1 metro (medidos desde el filamento hasta la superficie del espécimen). Esto se debe a un parámetro estadístico conocido como MFP (Mean Free Path, o Distancia Media Libre). La MFP es la distancia promedio antes que un electrón colisione con una molécula de aire. Como el SEM trabaja en vacío, esto permite que la longitud de la columna sea menor que 1 metro.

Para el correcto funcionamiento del SEM, es necesario que el interior de la columna este en vacío. Este requerimiento es de gran importancia debido a que no solo es un mecanismo de protección de los componentes del SEM, sino que es la base para la correcta disposición del haz de electrones, y por consiguiente es un determinante de la calidad de imagen obtenida.

El vacío en el interior de la columna previene la oxidación del filamento de tungsteno y por ende previene que se queme, en la presencia de aire. Además, se requiere del vacío por limpieza. La columna debe estar limpia, lo cual permite un haz de electrones bien enfocado, además de prevenir la corrosión de los elementos internos de la columna. El aire contiene partículas de polvo que de encontrarse en el interior de la columna pueden llegar a bloquear el haz de electrones. Además, las partículas de polvo pueden cargarse y eso provocaría una desviación del haz de electrones. Todos estos factores tienen como efecto indeseado la dispersión de los electrones

dentro de la columna, lo cual empeoraría la calidad de la imagen final.

Para el correcto y óptimo funcionamiento del filamento de tungsteno, se requiere un nivel de vacío menor o igual a 6 Pa  $(5x10^{-5} \text{ mm Hg}, \text{ en otras unidades})$ .

Microscopios modernos, como los empleados en el presente proyecto (FEI Quanta 200 y FEI Inspect), tienen las opciones adicionales de Modo Bajo Vacío y Modo Ambiental (presión atmosférica). La ventaja de estas dos opciones es más claramente observable en el caso de que se analicen muestras biológicas o materiales no conductivos, como polímeros o cerámicos. Muestras no conductivas se deben observar de preferencia en modo bajo vacío, y muestras biológicas de preferencia en modo ambiental.

En el caso del presente estudio, la totalidad de las muestras son metálicas conductivas, por lo que la mejor calidad de observación se la obtendrá en el modo alto vacío.

Para obtener los niveles de vacío antes descritos, se emplean mecanismos mecánicos, como bombas, turbomáquinas, y

mecanismos iónicos, que trabajan en diferentes intervalos de vacío. En SEMs antiguos se empleaban bombas de difusión y bombas de iones para lograr altos niveles de vacío. En la actualidad se emplean turbomáquinas que realizan el mismo trabajo.

La bomba mecánica consiste, en ciertos casos, en lóbulos, y en otros casos, en rotores excéntricos que toman un gran volumen inicial, lo comprime y luego lo expulsa por la salida de alta presión. Puede extraer el aire desde presión atmosférica (760 mm Hg) hasta obtener una presión de 10<sup>-2</sup> mm Hg en el interior de la columna, presión a la cual se tiene la máxima. Pero aún así se requiere un mecanismo adicional de bombeo.



FIGURA 1.4. BOMBA MECÁNICA DEL SISTEMA FEI

Una bomba de difusión es un dispositivo que usa una corriente de alta velocidad de un gas (vapor de aceite) para atrapar cinemáticamente moléculas de otro gas (ej. aire) que entren en esa corriente. El aceite es calentado en la base de la bomba y asciende hacia unas toberas que cambian las características del flujo de laminar a supersónico y molecular. Este mecanismo de toberas consiste típicamente en varias fases, cada una de las cuales soporta una reducción de la presión de 10:1 ó más. Todo el sistema es enfriado por circulación de aire o agua en el exterior. El rango de operación de una bomba de difusión se encuentra entre 10<sup>-6</sup> y 5x10<sup>-2</sup> mm Hg.



#### FIGURA 1.5. BOMBA DE DIFUSIÓN DE SISTEMA ANTIGUO

PHILIPS SERIES 500

La bomba de iones es un mecanismo que asegura una presión interna en la columna del SEM de aproximadamente  $10^{-11}$  mm Hg ( $10^{-6}$  Pa). Se coloca un metal altamente reactivo en la cámara cercana al filamento, en forma de dos polos con una diferencia de potencial aproximada de 5 kV. La bomba ioniza las moléculas que se encuentren en aquel medio, obligándolas a desplazarse por diferencia de potencial hacia la superficie del metal, haciéndolas reaccionar con el mismo. Se forman compuestos en la superficie del metal, removiendo así aquellas moléculas del volumen que se desea se encuentre en vacío. El intervalo de operación de una bomba de iones es de entre  $10^{-6}$  y  $10^{-12}$  mm Hg.

Estos dos últimos mecanismos para obtener vacío ya no son empleados en microscopía electrónica de barrido. En la actualidad, por simplicidad de funcionamiento, por ocupar muy poco espacio y por requerir muy poco mantenimiento, especialmente en equipos de última generación, se emplean turbobombas luego de la bomba mecánica para obtener el alto vacío. En muchos casos las turbobombas pueden operar entre presión atmosférica y presiones de hasta 10<sup>-8</sup> mm Hg (10<sup>-3</sup> Pa).

#### Cañón de electrones

El cañón de electrones es el segmento de la columna encargado de bombardear electrones. Consiste en tres partes importantes:

- Emisor termoiónico (cátodo)
- o Cilindro Wehnelt
- o Placa ánodo

Una diferencia de potencial de aproximadamente entre 10 y 50 kV es la responsable de acelerar los electrones entre el cátodo y el ánodo. La energía óptima de un electrón que es acelerado en este campo es de entre 15 – 25 keV.

El filamento emite electrones por medio de un proceso denominado emisión termoiónica, el cual consiste en la emisión de electrones por medio del calentamiento e incandescencia del material.

Existe una diferencia de carga (bias) entre el filamento y el cilindro Wehnelt, la cual condensa los electrones en forma una nube entre el filamento y el cilindro Wehnelt. Esta nube se denomina gridcap.



FIGURA 1.6. CAÑÓN DE ELECTRONES

### **Tipos de Filamentos**

Existen dos tipos principales de filamentos para trabajar en el SEM. El más usado es el filamento de tungsteno. Tiene forma de horquilla en "V", como se muestra en la figura. Su gran ventaja es el bajo costo inicial y de operación, comparado con el otro tipo de emisor termoiónico. Tiene algunas desventajas, entre las cuales se destaca la baja producción de electrones del W, lo cual implica un bajo brillo de la imagen final. Además, tiene una vida relativamente corta, debido al mismo efecto de la alta temperatura.



FIGURA 1.7. FILAMENTO DE TUNGSTENO

El otro tipo de emisor termoiónico es el cátodo de hexaboruro de lantano (LaB<sub>6</sub>). Es una barra sólida de 1mm de longitud. Este tipo de emisor tiene un tiempo de vida de 10 a 15 veces más que el filamento de tungsteno. Además, la imagen resultante es hasta 10 veces más brillante. Tienen alta resistencia a la contaminación por carbono a altas temperaturas. Las desventajas son su alto costo y la necesidad de un alto vacío para su operación. Es necesaria la bomba de iones para su correcta operación.



FIGURA 1.8. FILAMENTO DE HEXABORURO DE LANTANO

El correcto posicionamiento del filamento optimiza el flujo de electrones hacia el espécimen. La mejor configuración hace que no se requiera calentar tanto el filamento, alargando su vida útil. Este posicionamiento se lo realiza cada vez que se cambia de filamento. Una vez posicionado correctamente, se procede a saturarlo para que exista la cantidad de carga ideal para formar un haz de electrones de máxima energía.

En la actualidad, en SEMs de última tecnología, ya no se utiliza el filamento de LaB<sub>6</sub> por ser extremadamente costoso por su escasez y por su elevado costo de fabricación. Igualmente, por requerir altos vacíos para su operación, se requería la bomba de iones, considerada no funcional. Ahora únicamente se emplea el filamento de tungsteno.

Hasta este punto el haz de electrones no está enfocado; se mueve de forma dispersa, sin una dirección específica. Para llegar al espécimen, el haz de electrones debe llegar enfocado en un punto sobre la superficie del espécimen. Esto se lleva a cabo en los lentes electromagnéticos.

#### Sistema de Demagnificación

La demagnificación se lleva а cabo mediante lentes electromagnéticos. Los lentes electromagnéticos no son más que bobinas. FI haz de electrones está obviamente cargado negativamente, por lo tanto la forma de posicionarlo es mediante un campo magnético variable, provisto por las bobinas, que cambian la dirección del haz de electrones.

Los dispositivos encargados de enfocar el haz de electrones son las lentes. En un SEM, hay dos tipos de lentes: lente condensador y lente final. Una lente condensador enfoca el haz de electrones un punto focal sobre la abertura del lente contiguo. La lente final enfoca el haz de electrones en un punto focal en la superficie del espécimen. La demagnificación del lente final determina el tamaño del punto del haz de electrones (spot size) sobre el espécimen, determinando así la resolución de la imagen.

Las aberturas reducen y excluyen electrones extraños en lentes, así como aberraciones esféricas en el lente final. El diámetro de la abertura oscila entre 100 y 400 µm.

Para enfocar de mejor forma el haz de electrones, está el astigmador, una bobina que rodea el haz de electrones debajo uno de los lentes. El astigmador aplica un campo magnético al haz que le induce una sección transversal circular. Este campo puede ser variado en magnitud y dirección. La sección circular del haz de electrones es la disposición que presenta mejor resolución y calidad de imagen por la dirección constante que le permiten al haz de electrones.

### Cámara de Espécimen

La cámara de Espécimen es un cajón en cuyo interior se encuentra una plataforma, sobre la cual se encuentran los detectores. Esta plataforma toma el nombre de *stage*.



FIGURA 1.9. CAMARA DE ESPECIMEN DEL SISTEMA FEI
El stage, donde va colocado el espécimen, se encuentra directamente debajo del lente final. Es un dispositivo circular con agujeros de aproximadamente 3 mm, en los cuales van ubicadas las *stubs* (portamuestras, también llamadas clavijas). La disposición del espécimen puede ser manipulada por medio de un goniómetro, el cual permite mover el espécimen en las 3 direcciones y girar.



FIGURA 1.10. INTERIOR DE LA CAMARA DE ESPECIMEN DEL

SISTEMA FEI QUANTA 200

Al observar un espécimen, existen puntos más cercanos al lente o donde el haz de electrones golpea primero, los cuales se ven en un primer plano. También es posible observar un *fondo*, es decir, elementos que se encuentran *detrás* de aquel elemento que se observa en primer plano. Esta extensión de la zona observada (*fondo*) del espécimen se llama profundidad de campo, DF por sus siglas en inglés. La DF de un SEM es entre 100 y 500 veces mayor que la de un LM. A esto se añade el término profundidad de foco, que es la DF en espacio de la imagen. Es decir, en una imagen con gran profundidad de foco, y obviamente con alta DF, se puede observar una mayor profundidad, con apariencia de una figura en 3D, lo que demuestra la alta calidad de imagen de un SEM. El realce de la DF se puede lograr aumentando la distancia de trabajo (Working Distance, WD).

#### Unidad de detección

Se llama unidad de detección a al conjunto de todos aquellos instrumentos que reciben la señal de los electrones y la utilizan ya sea para la formación de la imagen, o para el análisis espectroscópico de la superficie del material.

Ya se conoce cómo se originan los electrones, y cómo se mueven a través de la columna para llegar al espécimen, así como la correcta disposición de los mismos con el fin de aprovecharlos al máximo,

esto es, obtener una imagen de alta calidad con la menor energía posible aplicada al filamento.

Una vez que el haz primario de electrones llega al espécimen, los electrones pierden energía al moverse a través del material; y el espécimen a su vez libera energía en diferentes formas, dependiendo de la interacción entre el haz de electrones y los átomos del espécimen. Esta interacción puede ser elástica o inelástica, provocando varios tipos de dispersión de electrones, que dan origen a varios tipos de señales electrónicas.



FIGURA 1.11. TIPOS DE INTERACCIÓN ENTRE EL HAZ DE ELECTRONES Y EL ESPÉCIMEN

#### • Electrones Retrodispersados (BSE)

Como ocurre cuando dos partículas chocan, se lleva a cabo una pérdida de energía. En este caso, por parte del electrón incidente, que choca con los electrones de los átomos del espécimen. Si la dispersión de electrones es elástica (idealizada), quiere decir que el electrón incidente retiene casi la totalidad de su energía. Los electrones generados por el mencionado tipo de dispersión, llevan el nombre de Electrones Retrodispersados. En inglés, Back Scattered Electrons, o BSE, de forma abreviada.

Los BSE son electrones de alta energía, con valores que oscilan entre 50 eV hasta un valor idealizado igual a la energía del haz de electrones. Rebotan de la superficie del espécimen, como si se tratara de un choque elástico de partículas. Por tratarse de electrones de alta energía y por ser emitidos por la superficie del material, estos electrones pueden dar importante información como la composición superficial del espécimen.

Una característica importante de evaluar acerca de la señal de electrones retrodispersados es la luminosidad de la imagen. Un punto brillante visto en la imagen BSE, puede dar dos indicios acerca

del material. Primero, si el material es conductivo; y segundo, si el material tiene un número atómico (Z) alto, de acuerdo al modo de detección (BSED o Z-Contrast). En el modo BSED, la escala de colores en la imagen es obtenida de acuerdo a la conductividad del elemento de la superficie del espécimen. Mientras más conductivo sea, mayor será el brillo, puesto que los elementos conductivos se cargan eléctricamente, y por ende existe mayor emisión de electrones. De igual manera, en el de contraste por número atómico, los puntos más brillantes representan elementos de mayor número atómico, puesto que poseen mayor cantidad de electrones en sus niveles de energía, por lo que la interacción será mayor que elementos de bajo Z.

En la siguiente figura se puede observar una imagen de BSE en modo de contraste por conductividad. La imagen corresponde a una muestra de fundición gris, por su microestructura. Los granos color negro corresponden a las hojuelas de grafito incrustadas en la matriz ferrítica. Nótense la diferencia de tonos. La ferrita, por ser más conductiva que el grafito, muestra una coloración más brillante. Al mismo tiempo se va una fase secundaria, aparentemente martensita, que tiene un color más brillante. Aparentemente, es más conductiva que la ferrita.



FIGURA 1.12. IMAGEN SEM DE UNA MUESTRA DE FUNDICIÓN GRIS USANDO BSE

Los BSE son detectados por un dispositivo magnético en forma circular con un agujero central, por donde pasa el haz, colocado justo sobre el espécimen, luego de la abertura de la lente final.



FIGURA 1.13. DETECTOR DE BSE DEL SISTEMA FEI

#### • Electrones Secundarios (SE)

El segundo tipo de señal que se genera luego de bombardear el espécimen con el haz de electrones, es la señal de tipo inelástica, que obviamente se refiere a la pérdida de energía por parte del haz de electrones. Esta dispersión lleva el nombre de Electrones Secundarios. En inglés, Secondary Electrons, o de forma abreviada, SE.

Los electrones secundarios se generan de una forma diferente a los electrones retrodispersados. Luego de la incidencia del haz de electrones, hay electrones que lograron penetrar la superficie del material una profundidad de hasta 1 mm, colisionando así con los electrones de los átomos del espécimen y al salir tienen una energía muy baja. Estos electrones son detectados por un dispositivo situado dentro de la cámara del espécimen denominado detector de electrones secundarios.

Al penetrar en la superficie del material, y habiendo perdido energía proporcionalmente a la cantidad de distancia que lograron penetrar, estos electrones son los responsables de entregar una vista tridimensional de la superficie del espécimen. Los electrones secundarios son los que permiten observar claramente las imperfecciones en el espécimen, así como las crestas y los valles más pronunciados en la topografía de la superficie del espécimen.

La detección de electrones secundarios en el sistema FEI QUANTA 200 se lleva a cabo por medio del detector ETD, o Everhart Thornely Secondary Electron Detector, en honor a Thomas E. Everhart y Richard F. M. Thornley, por sus contribuciones en la investigación y desarrollo de la Microscopía Electrónica de Barrido.



FIGURA 1.14. DETECTOR DE SE FEI QUANTA 200

En el caso del moderno sistema FEI QUANTA 200, es posible combinar la detección de electrones secundarios con electrones retrodispersados. Este modo de detección emplea el detector DualBSD, como se ilustra a continuación.



FIGURA 1.15. IMAGEN SEM DE UNA MUESTRA DE FUNDICIÓN GRIS USANDO BSE Y SE (DuaLBSD)

Este modo combina ambas señales para mostrar una imagen con la caracterización de la superficie de la muestra por conductividad, mostrando la intensidad del blanco/gris/negro de acuerdo a la capacidad de absorber carga, y al mismo tiempo un detalle de profundidades o apariencia tridimensional, gracias a la detección de los electrones secundarios.

Las imágenes de BSD y SE ilustradas en el presente apartado corresponden a la misma muestra. Es fácil apreciar la diferencia entre ambas imágenes, y asimismo evidenciar las similitudes entre ambas.

# • Rayos X

La unidad de Rayos X es la encargada de detectar la emisión de Rayos X de alta energía provenientes del espécimen. Al interactuar la superficie del espécimen con el haz primario de electrones, se produce movimiento de electrones en el espécimen debido a esa interacción. Ese movimiento de electrones emite Rayos X, que son detectados por una microsonda instalada en el SEM. En la siguiente sección se describirá con mayor detalle la detección de Rayos X.



FIGURA 1.16. EQUIPO DE RAYOS X DEL SISTEMA FEI QUANTA

200

# Cátodoluminiscencia

La cátodoluminiscencia es la emisión de fotones por medio de la interacción del haz primario con el espécimen, similar a la emisión de rayos X. Con un adecuado detector de estos fotones, es posible obtener una imagen a partir de la luz emitida. Para que la cátodoluminiscencia sea útil, se debe apagar el detector de electrones secundarios para que sean observados únicamente los fotones producidos por la superficie del material, y esa imagen no se vea alterada por la interpretación de los electrones secundarios. Además, la señal debe provenir específicamente de la superficie del espécimen. Una aplicación de la cátodoluminiscencia es la observación de la concentración de impurezas.



FIGURA 1.17. DETECTOR DE CATODOLUMINISCENCIA DEL

SISTEMA FEI QUANTA 200

#### Electrones Auger

Otra señal formada es la de los electrones Auger. Cuando un átomo del espécimen es golpeado por el haz primario, éste libera energía en forma de rayos X y de electrones. Esta liberación de energía ocurre debido a que el átomo quiere regresar a su estado basal. Las formas de liberación de energía son la cátodoluminiscencia, la emisión de rayos X y la emisión de electrones de baja energía llamados electrones Auger. Un electrón Auger es un electrón de los subniveles de energía más alejados en la órbita del núcleo, liberado en ese proceso de estabilización del átomo del espécimen. Esta señal está dentro de la señal de electrones secundarios y es relativa a la emisión de rayos X. Sirve para conocer composición superficial del espécimen y especialmente para la detección de elementos livianos.

#### Electrones Transmitidos

Se dan cuando el espécimen es muy delgado, con espesores menores a 1 µm. Los electrones transmitidos hacen posible observar patrones de difracción. Estos patrones permiten conocer la orientación cristalográfica del espécimen. Este estudio se lleva a

cabo en el Microscopio Electrónico de Transmisión (TEM o Transmission Electron Microscope) ya que el SEM no está equipado para este tipo de análisis. Lo que sí se puede realizar en el SEM es la medición de espesor de espécimen por medio de electrones transmitidos. De acuerdo al espesor, el rango de energía de los electrones transmitidos se encuentra entre cero (no existencia de electrones transmitidos) hasta el valor de energía del haz primario (transmisión ideal de electrones; no hay otras interacciones). Los electrones transmitidos son detectados medio de por un fotomultiplicador, muy parecido al mecanismo de detección de los SE y BSE.

### 1.2. Detección y Procesamiento de Imágenes

La imagen de electrones secundarios es muy importante en la microscopía electrónica de barrido, como ya se pudo evidenciar en las líneas anteriores. A partir de los electrones secundarios se obtienen las imágenes con más alto detalle. La imagen de electrones secundarios es una combinación de electrones retrodispersados, emitidos hacia el detector de electrones secundarios, y casi la

totalidad de los electrones secundarios detectados. El sistema de detección de electrones secundarios consiste en cuatro secciones:

- <u>Colector</u>: Es un campo eléctrico positivo que atrae los electrones hacia el detector.
- <u>Centellador (Scintillator)</u>: Es un material cuya propiedad es la de fluorescer cuando es excitado por alguna partícula ionizada, en este caso, por la señal de electrones. Tiene un recubrimiento de aluminio de aproximadamente 10 nm de espesor, que lo hace actuar como un espejo, direccionando la señal hacia un amplificador.
- <u>Tubo de Luz</u>: Es un transportador de fotones, hecho de material piezoeléctrico, como Plexiglass o cuarzo.
- <u>Fotomultiplicador</u>: Es un tubo que amplifica la señal de electrones por medio de dínodos.

Los electrones son atraídos a un campo de +300 V en los alrededores del colector de electrones secundarios. Los electrones que logran penetrar ese campo son luego impulsados por un campo de +10 kV, aplicado en la película delgada de aluminio que recubre el centellador. Los 10 kV le dan suficiente energía a los electrones para que cuando impacten la superficie del centellador, se produzcan

fotones. Estos fotones pasan a través del tubo de luz y son receptados por el fotomultiplicador, que se encuentra fuera del vacío. La señal ahora golpea el fotocátodo del fotomultiplicador y una serie de electrodos, dínodos, con una diferencia de potencial sucesiva de entre 90 y 100 V aceleran los electrones. La amplificación ocurre cuando un electrón incidente produce a su vez más electrones. Por ejemplo, por cada fotón incidente proveniente del fotocátodo, al final del fotomultiplicador se habrán producido entre 10<sup>5</sup> y 10<sup>7</sup> electrones, que son receptados por un sistema que lo traduce a una señal visible, información que es llevada a una computadora. En el caso de los SEMs antiguos, la señal era llevada a un CRT (tubo de rayos catódicos, por sus siglas en inglés), el cual permitía la observación.



FIGURA 1.18. ESQUEMA DE UN DETECTOR DE ELECTRONES SECUNDARIOS (ETD)

Al amplificar la señal original de electrones, se produce ruido. El ruido es una interferencia no deseada en la señal final. Como resultado de este fenómeno, se puede ver una imagen de apariencia lluviosa o arenosa. Para corregir el ruido en la imagen se pueden modificar ciertos parámetros como el brillo, que es medida de la cantidad de electrones secundarios que llegan al detector. Esto se puede lograr aumentando la intensidad del haz primario de electrones. Al aumentar el brillo de la imagen, no se garantiza mayor resolución, pero sí se garantiza un menor nivel de ruido. Para corregir este fenómeno, se puede modificar el *spot size*, que es el tamaño del haz primario sobre la muestra. De igual manera, se puede aumentar el tiempo de barrido del haz sobre la muestra. Esto hace que el haz interactúe con la superficie a observar por más tiempo, de tal forma que los detectores reciban la mayor cantidad posible de electrones para ser interpretados como imagen.

#### 1.3. Efectos de la superficie del espécimen en la imagen

A nivel nanométrico, es prácticamente imposible de tener una superficie regular, completamente pulida por los métodos convencionales. Es por eso que toda superficie tiene crestas, valles, desniveles, puntas, entre otras imperfecciones, que van a afectar la imagen observada en el SEM. Además, muchas veces esas discontinuidades superficiales son de gran utilidad para evaluar alguna falla o posibilidad de falla que pueda tener un elemento.

El efecto principal de las imperfecciones en la superficie del espécimen se encuentra en la cantidad de electrones secundarios que se emiten de dicha superficie. Esto se traduce en una imagen más clara o más oscura, según sea el caso. Los principales efectos superficiales son el de borde o desnivel y el efecto de punta. Estas imperfecciones permiten distinguir puntos o regiones con mucho mayor brillo en un espécimen.

#### Efecto de borde o desnivel

Un borde o desnivel es una superficie que no es perpendicular al haz primario de electrones. Este efecto puede ser observado como un aumento de la intensidad de la imagen en los bordes de una muestra. La mayor superficie de contacto entre el haz de electrones y la superficie de la muestra provoca mayor emisión de SE.



FIGURA 1.19. EFECTO DE BORDE O DESNIVEL

## Efecto de Punta

En el efecto de punta se observa lo mismo que en el efecto de borde. En este caso, la emisión de electrones secundarios será mayor, es por eso que siempre se observarán regiones de alta intensidad de imagen, las cuales corresponden a puntas en la superficie del espécimen. Como se muestra en la figura, la superficie de contacto es amplia.



FIGURA 1.20. EFECTO DE PUNTA

# 1. 4. Microsonda de Rayos X

El impacto de un haz de electrones sobre una muestra produce varias señales. Estas señales son leídas e interpretadas por los diversos detectores del SEM, los cuales gráficamente entregan importante información acerca de la superficie de la muestra.

El SEM no está limitado a la observación de imágenes. El SEM cuenta con un dispositivo para la detección de las señales de alta energía producidas por la interacción del haz de electrones con los electrones del espécimen. Este dispositivo es la microsonda de rayos X, la cual proporciona información adicional que permite al investigador conocer detalles químicos de la superficie del espécimen, lo cual tiene un campo muy amplio de aplicaciones.

# Formación de Rayos X

El haz primario de electrones de un SEM produce dos tipos de señales, de acuerdo a la profundidad de interacción con el espécimen. La primera señal es la de electrones, que es la encargada de proporcionar la información visual sobre la superficie del espécimen. La segunda señal es la señal de rayos X.

Por física, se conoce que los electrones en un átomo ocupan varios niveles de energía. Los niveles se identifican de acuerdo a su cercanía al núcleo del átomo. El nivel más cercano al núcleo se denomina nivel K y contiene un máximo de 2 electrones. El siguiente lleva la letra L y posee un máximo de 8 electrones. Le siguen el nivel M que contiene un máximo de 18 electrones y el nivel N con un máximo de 32 electrones, y así sucesivamente, siguiendo la ley del octeto.

La combinación electrónica más estable requiere que los niveles de más baja energía sean llenados primero por electrones. Por ejemplo, el hidrógeno (Z=1) posee un solo electrón, por lo tanto solo posee un nivel K. En el caso del hierro (Z=26): nivel K con dos electrones, nivel L con 8 electrones y nivel M con 16 electrones.

#### El espectro de Rayos X

Cuando un electrón de alta energía, como los presentes en el haz primario, choca con un electrón de un átomo del espécimen, se puede lograr el efecto de que tal impacto logre extraer ese electrón del átomo. Al producirse la evacuación de un electrón de un átomo, por ejemplo un electrón de nivel K, inmediatamente un electrón de un nivel superior, nivel L, pasa a ocupar esa vacancia. Este fenómeno se denomina salto de electrones. Al descender un nivel de energía, el electrón a su vez pierde energía. Esa energía es emitida por el átomo en forma de rayos X y es igual a la diferencia de energías entre los dos niveles.

La vacancia dejada por un electrón luego del impacto de un electrón de alta energía puede ser ocupada por cualquier electrón de cualquiera de los niveles. Los rayos X son nombrados de acuerdo al nivel que originalmente perdió un electrón. Siguiendo el ejemplo de la figura, al chocar el electrón del haz primario con el átomo, queda vacante un espacio del nivel K. Por lo tanto, los rayos X emitidos por esa interacción llevarán la letra K.



# FIGURA 1.21. IMPACTO DEL HAZ DE ELECTRONES SOBRE UN ÁTOMO: EMISIÓN DE RAYOS X

Asimismo, se puede identificar un rayo X por la magnitud del salto de electrones. Si el salto es de un nivel, lleva la letra  $\alpha$ , si es de dos niveles, lleva la letra  $\beta$ , y si salta tres niveles lleva la letra  $\gamma$ . Del mismo ejemplo, los rayos X de aquella interacción serían Rayos X K<sub> $\alpha$ </sub>.



FIGURA 1.22. NOMENCLATURA DE LOS RAYOS X

De acuerdo al spin de los electrones en cada nivel, se tendrán diferentes tipos de energías. Existen dos energías  $\alpha$ , denominadas  $\alpha_1$  y  $\alpha_2$ . Asimismo hay cuatro energías  $\beta$ , denominadas  $\beta_1$ ,  $\beta_2$ ,  $\beta_3$ , y  $\beta_4$ , y numerosas energías  $\gamma$ . Para la mayoría de elementos las energías debidas al spin de los electrones varía muy poco, es por eso que se suprime el subíndice numérico.

Para remover un electrón de un nivel interno de un átomo se requiere energía. El electrón que proviene del haz primario del SEM debe tener una energía lo suficientemente alta para romper el enlace entre el electrón y el átomo en el nivel en el cual se encuentra. La energía mínima necesaria para romper ese enlace se denomina *energía crítica*. Si el haz primario tiene una energía

menor a la energía crítica, el espécimen no emitirá rayos X. El valor de la energía crítica varía de acuerdo al nivel de energía (K, L M o N) y al elemento químico.

Como los rayos X emitidos por un elemento tienen un valor de energía o una longitud de onda determinada, se puede conocer a partir de esa información qué elementos están presentes en la región de incidencia del haz de electrones. La microsonda de rayos X muestra una gráfica en la que los elementos se muestran como picos de energía. Estos picos de energía se denominan picos de rayos X característicos.

Si un electrón del haz primario no tiene la suficiente energía para remover un electrón de los átomos del espécimen, o incluso se ve afectado por colisiones inelásticas o interacciones con el núcleo de los átomos del espécimen, la desaceleración que sufre el electrón también emite rayos X. Sin embargo, estos rayos X no son útiles porque no son característicos de ningún elemento; aún así cubren un amplio y continuo espectro. Estos rayos X se denominan continuos. En la siguiente figura se ilustran los rayos X continuos y los picos característicos debidos a la presencia de ciertos elementos.



FIGURA 1.23. ESPECTRO DE RAYOS X

## Tipos de Análisis de Rayos X

Los rayos X producidos por un espécimen tienen características específicas de acuerdo a los elementos presentes en dichos especímenes. Estas características pueden ser detectadas de dos formas: por medio de longitudes de onda específicas o por medio de intensidad de energía. El instrumento que detecta las longitudes de onda se denomina *WDS* (*Wavelength Dispersive Spectrometer* o Espectrómetro de Dispersión de Longitudes de Onda), y el instrumento encargado de detectar energía se denomina *EDS* (*Energy Dispersive Spectrometer* o Espectrómetro de Dispersión de Energía). Ambos instrumentos son diferentes en ciertos aspectos, pero pueden llegar a complementarse de acuerdo a la aplicación y

a la calidad de resultados que se deseen obtener. A continuación se muestra una comparativa entre EDS y WDS.

## Ventajas del EDS

- o Dispositivo compacto, de bajo costo
- Rápido (Análisis cualitativo)
- Análisis simultáneo multi-elemento del espectro completo (de Sodio en adelante)
- Se puede mostrar el espectro completo en formato digital
- Alta eficiencia de colección
- Baja sensibilidad a efectos geométricos
- Alta eficiencia. El análisis se puede realizar con un haz de electrones de baja corriente y con sondas de tamaños más pequeños.
- El daño al espécimen es mínimo y se obtiene muy buena resolución espacial
- Se pueden obtener líneas de barrido y mapas de distribución de forma digital

## Ventajas WDS

- Mejor resolución y alta sensibilidad, y por ende mejor calidad de resultados, pero a costa de mayor tiempo de análisis
- o Conteo alto en elementos individuales
- El análisis puede ser cuantitativo
- Análisis de un amplio rango de elementos (desde el Berilio hasta el Uranio)
- Se pueden analizar películas superficiales
- o Opera a temperatura ambiente

# Análisis EDS

La detección de rayos X por EDS se logra por medio de un cristal semiconductor. Cuando un rayo X golpea el cristal semiconductor, cada electrón del cristal absorbe una determinada cantidad de energía. Mientras mayor sea la energía absorbida por el cristal, mayor será la cantidad de electrones excitados. Aquella energía es convertida por el cristal en una señal eléctrica. La corriente en el cristal es proporcional a la intensidad de energía de los rayos X. Un transductor interpreta los pulsos eléctricos y los convierte en una

señal digital la cual es introducida en un analizador multi-canal (MCA o Multi-Channel Analyzer). El MCA cuenta los rayos X de cada nivel de energía que impactan el cristal. Esta información es trazada en una gráfica, conocida como espectro de rayos X.

El cristal detector es de un material semiconductor de muy elevada pureza. Su función es de convertir la señal electromagnética (rayos X) en una señal únicamente electrónica. Es por eso que el cristal debe tener buena capacidad de colección y bajas pérdidas por transporte de carga.

Un cristal perfectamente puro tiene ambas propiedades antes mencionadas, pero no es fácil obtener este tipo de materiales. Es por eso que un cristal semiconductor se somete a un procedimiento en el cual sus intersticios son llenados con impurezas de litio. De esta forma, hay pocas pérdidas en el transporte de la carga debido a que el cristal tiene muy pocas impurezas.

Los materiales de estos cristales son usualmente silicio o germanio. La pureza del material y su capacidad de transportar carga deben ser las mayores posibles, y para tal efecto se debe minimizar la cantidad de espacios intersticiales. Es por eso que los cristales se someten a un proceso en el cual se rellenan estos vacíos con litio. Se denotan Si(Li) o Ge(Li).

La información obtenida por el MCA a partir del cristal, y que fue convertida a formato digital, puede ser mostrada en un CRT o puede ser trazada en un playo X-Y en una computadora. El resultado del análisis es una gráfica con los elementos indicados en los picos.



FIGURA 1.24. ESPECTROSCOPÍA DE LA SAL

En la figura se muestra el resultado de la espectroscopía de un cristal de sal. Se pueden observar los picos de Cl y Na, así como cierta cantidad de Si y K. Los pequeños picos de Au ocurren por la

presencia de la pequeña capa de este metal para mejorar la conductividad.

El límite máximo de detección de elementos en un análisis EDS está fijado por la energía de los rayos X, dada por el voltaje acelerador del haz de electrones. Para que un elemento emita un cierto tipo de rayos X, la energía del haz primario debe ser mayor al límite de absorción de ese tipo de rayos X en el elemento. Es decir, si el haz de electrones de un SEM, que tiene una energía media de 25 keV, impacta un espécimen, de éste no se producirán rayos X de energía mayor a 25 keV. Por tal efecto, se ajusta el analizador para capturar energías de niveles K, L, M o N, de acuerdo a la cantidad de energía. Por ejemplo, el Ba al ser impactado por un haz de electrones, puede emitir 3 tipos de rayos X: K\_{\_{\alpha\_1}} , L  $_{_{\alpha_1}}$  y L  $_{_{\alpha_2}}$  , de acuerdo al nivel de energía que se vea afectado por el salto de electrones. Los rayos X Ba $_{{\it K}\alpha_1}$  no pueden ser producidos por un haz de electrones de 25 keV ya que su límite de absorción es de 32.191 keV. Los rayos X Ba $_{{\scriptscriptstyle L}\alpha_{{\scriptscriptstyle 1}}}$  y Ba $_{{\scriptscriptstyle L}\alpha_{{\scriptscriptstyle 1}}}$  tienen límite de absorción de 4.467 y 4.451 keV, respectivamente. Por lo tanto, el Ba no puede ser detectado por medio de rayos X de nivel K sino con rayos X de nivel L.

El límite mínimo de detección de rayos X en un dispositivo EDS está dado por la capacidad del instrumento de detectar la energía proveniente del espécimen. Esto consiste un problema cuando en el análisis de especímenes que consisten mayormente en elemento livianos. Esto se debe a que los elementos de bajo número atómico tienen menor densidad de electrones y por lo tanto existe menor probabilidad de colisiones entre los electrones del haz primario y los electrones de valencia de los átomos del espécimen. En estos casos se vuelve útil la detección de electrones Auger.

El recubrimiento de un espécimen de bajo número atómico no debe ser de Au. El Au absorbe los rayos X emitidos por el espécimen y el instrumento no detectará más que los rayos X característicos del Au. Para estos casos se emplea un recubrimiento de C.

Los cristales semiconductores del EDS se deben encontrar en vacío permanente con el fin de prevenir la contaminación de los cristales. Además, si el cristal no se encontrara al vacío, la temperatura extremadamente baja del cristal haría que se condensara agua del aire. Para mantener el cristal al vacío, se lo aísla por medio de una película de berilio, denominada ventana de berilio. La ventana de Be tiene un espesor de 7.5 µm y es el elemento más liviano que

puede ser empleado para este propósito debido a su alta resistencia mecánica. Esta lámina a su vez actúa como filtro de rayos X. La ventana de Be fácilmente absorbe los rayos X de baja energía, y por lo tanto establece un límite inferior en la detección.

Es posible realizar análisis EDS sin la ventana de Be. Con esto se logra eliminar la absorción de rayos X y permite detectar elementos de menor número atómico, como el C, N u O (Z=6 hasta Z=8). Pero se debe garantizar que exista un vacío libre de contaminación en la cámara de espécimen mientras el cristal se encuentre expuesto.

La progresión ordenada de las energías de los rayos X: K, L, M o N con el número atómico, facilita la detección de picos. Asimismo, los elementos más comunes producen rayos X K de energías entre 1 y 10 keV. Para identificar un elemento se puede contar con una carta o regla de identificación (Apéndice B), o bien el instrumento puede entregar esa información. Se debe tener presente que al ocurrir un pico, éste puede corresponder a más de un elemento. Por ejemplo, si se tiene un pico cuya energía es de aproximadamente 5.4 keV, éste puede representar Cr<sub>Ka</sub> (5.41 keV); V<sub>Kβ</sub> (5.43 keV); entre otros. Por eso, se debe también tener presente que siempre que ocurre un pico K<sub>a</sub>, ocurre un pico K<sub>β</sub>. Hay tres limitantes para esta

verificación: primera, el pico  $K_{\beta}$  siempre es menor que el pico  $K_{\alpha}$ . Segunda, a menor energía de rayos X, se vuelve menos apreciable el espaciamiento entre picos  $K_{\alpha}$  y  $K_{\beta}$ , y puede parecer que se trata de un solo pico. Y finalmente, la tercera limitante es lo que se comprobó anteriormente con el Cr y V. Un pico  $K_{\alpha}$  de un elemento puede tener la misma energía de un pico  $K_{\beta}$  de otro elemento. Teniendo en cuenta estas tres limitantes, ya es posible deducir qué elemento se está analizando.

La misma situación ocurre con los picos de rayos X L, pero como se trata de observación cualitativa, sí es posible concluir a partir del análisis únicamente de rayos X K.

# Análisis WDS

En análisis de rayos X por WDS se fundamenta en la ley de difracción de rayos X de Bragg. Una pequeña porción de la señal de rayos X generada por el espécimen impacta el cristal analizador, el cual consiste en un arreglo regular de átomos. El cristal está orientado de tal forma que un determinado plano cristalográfico de sus átomos es paralelo a su superficie. Para un determinado espaciamiento interplanar d del cristal y una determinada longitud

de onda  $\lambda$  de los rayos X incidentes, existe un ángulo  $\theta$  llamado de incidencia en el cual ocurre una gran dispersión de rayos X. Esta relación está expresada por:

• ECUACIÓN 1.1

$$n\lambda = 2d \ sen\theta$$

Donde n es el orden de difracción.



FIGURA 1.25. DIFRACCIÓN DE RAYOS X EN UN CRISTAL

Por lo tanto, este tipo de análisis sirve para ordenar los rayos X específicamente deseados y mostrar una determinada longitud de onda, que fue difractada por el cristal. Los rayos X no deseados son absorbidos por los alrededores.

La detección de los rayos X se lleva a cabo por un dispositivo llamado contador. Consiste en un tubo relleno de un gas, usualmente P10 (90% Ar – 10% CH<sub>4</sub>), con un alambre de tungsteno en el centro. El alambre se encuentra en una diferencia de potencial de 1 – 3 kV. Cuando los rayos X entran por una ventana muy fina en el costado del tubo, un átomo del gas absorbe un fotón de rayos X y expulsa un fotoelectrón. Este fotoelectrón pierde energía ionizando más átomos del gas. A medida que el gas se va ionizando, los electrones son atraídos al alambre (ánodo) produciendo pulsos que son detectados. Los pulsos son luego amplificados para ser procesados por el instrumento. Los pulsos son propios de cada elemento y es lo que los permite diferenciar.

En el presente trabajo se empleará un equipo de detección de rayos X por medio de dispersión de energía (EDS). Los SEM FEI Quanta e Inspect, ambos equipados con estos detectores (EDAX), permiten obtener la caracterización elemental de los materiales por medio de gráficas de espectros de elementos químicos, de acuerdo a la energía de cada elemento presente en la región analizada del material. La información entregada muestra la probabilidad de la presencia de un elemento en una superficie. El instrumento asimismo permite obtener un porcentaje aproximado de las composiciones elementales de un material, pero con una precisión del orden del 1%, es decir muy impreciso, puesto que los contenidos de ciertos elementos en un acero pueden llegar hasta 0.05%. De todas formas, dado que el nivel de energía tomado en cuenta es el nivel K, es posible tener un patrón regular de posicionamiento de los elementos químicos de acuerdo a la energía liberada. De esta forma, pese a no tener valores medibles, es posible determinar, por su ubicación en la escala de valores de energía, la posición de un elemento químico esperado o asumido en la composición química de un material. Para conocer las posiciones aproximadas de elementos químicos en el espectro de energías, el Apéndice B resulta útil. De todas formas, el instrumento provee la identificación de los elementos.
# **CAPÍTULO 2**

# 2. ANÁLISIS DE FALLAS Y FRACTOGRAFÍA EN ACEROS

2.1. Causas de fallas

Existen factores externos, condiciones inherentes del material, y factores debido al procesamiento del mismo que pueden afectar el comportamiento del elemento mecánico en sus condiciones de trabajo. Las principales causas de fallas en materiales metálicos son:

• Sobrecarga mecánica

Sobrecarga mecánica se define como un incremento en el esfuerzo aplicado  $\sigma_A$  sobre el elemento mecánico en el que se excede la

resistencia mecánica, UTS, de tal forma que no existe un factor de seguridad  $\eta$  en el elemento. Esto puede ocurrir por dos razones: por no haber seleccionado un material apropiado del elemento mecánico para la carga que deberá soportar, o, pese a tener el material adecuado, las dimensiones, principalmente el área de la sección transversal que deberá soportar la fuerza, no son las adecuadas, lo cual provoca un aumento de regiones con alto nivel de concentradores de esfuerzo mecánico.



FIGURA 2.1. FRACTURA DÚCTIL EN PROBETA DE TRACCIÓN



FIGURA 2.2. FRACTURA FRÁGIL EN PROBETA DE TRACCIÓN

Fatiga

La fatiga de un material es el resultado de la aplicación de cargas cíclicas o repetitivas. La fatiga representa las condiciones reales de trabajo de un elemento mecánico. Existen numerosas variables que influyen en la respuesta de un material a la fatiga. Entre las principales, y que forman parte del estudio del diseño del elemento mecánico, son: las variables intrínsecas del material, las que son propias del elemento mecánico y otras variables que son externas al material, pero que forman parte de las condiciones de trabajo, e influyen en el comportamiento del material. Las referidas al material son: las propiedades mecánicas y químicas del material, entiéndase la microestructura, la dureza, la resistencia mecánica, entre otras. Las referidas al elemento son las dimensiones, concentradores de esfuerzo (en caso de haber por requerimiento de diseño), consecuencias del procesamiento primario y acabado del elemento (presencia de esfuerzos residuales debido a endurecimiento por deformación, tratamiento térmico, acabado superficial, entre otras). En lo que respecta a las variables debidas a las condiciones de trabajo se tienen: amplitud, frecuencia y tipo de carga aplicada, temperatura de trabajo, entre otras.

Las huellas características de una falla por fatiga son suaves, progresivas, como semicírculos concéntricos. Se las conoce con el nombre de *marcas de playa* por su parecido al efecto del oleaje sobre la arena.



FIGURA 2.3. MARCAS CARACTERÍSTICAS DE FATIGA

La falla se origina en un punto, normalmente un concentrador de esfuerzo, y se propaga por fatiga, proporcional a la aplicación de las cargas. Cuando el material llega a un punto en que no resiste más la carga externa, éste se rompe, produciendo la segunda fase de la fractura, que se da por sobrecarga mecánica, que puede tener características de dúctil o frágil.

A nivel macroscópico es posible observar con claridad estas marcas, pero no con suficiente detalles, y a su vez no es posible determinar con precisión qué tipo de fractura es, como se propagó y donde ocurrió la nucleación. Esta observación indica que no hubo deformación previa a la fractura. Es por eso que no es suficiente la inspección visual de las superficies de fractura para estudiar la mecánica de la fractura por fatiga

En las marcas de playa, existen dos tipos de grietas: las grietas principales y las grietas secundarias. Las grietas principales se observan a simple vista, como una secuencia, y son visibles en toda la superficie de fractura. El otro tipo de grietas son menos comunes y más pequeñas. Se llaman grietas secundarias a toda fisura que se forma dentro de una grieta principal, como se muestra en la Figura 2.4. Las grietas secundarias se originan de las grietas principales, debidas a los cambios microestructurales por el rompimiento de los cristales.



FIGURA 2.4. MARCAS DE PLAYA Y GRIETAS SECUNDARIAS

Corrosión

La corrosión es el proceso natural en que un metal se convierte en un mineral (óxido, sulfuro etc.) por medio de la reacción con su entorno. Este proceso se lleva a cabo por interacción química y electroquímica del metal con el medio ambiente.

Los principales daños producidos por la corrosión son:

<u>Pérdida de espesor</u>: Tiene como consecuencia sobre el elemento la incapacidad del mismo de soportar la carga mecánica para la cual fue diseñado.

<u>Picaduras, perforaciones y agrietamientos</u>: Una picadura, perforación o agrietamiento por corrosión de una superficie metálica se produce al perderse el recubrimiento que protege el metal, provocando puntos de corrosión localizada que se propaga en los alrededores. Esto provoca la formación de poros y grietas que constituyen en concentradores de esfuerzo.



FIGURA 2.5. SUPERFICIE DE UNA PLANCHA DE ACERO AL CARBONO AFECTADA POR CORROSIÓN

### 2.2. Fractografía

La fractografía es el acercamiento visual a las superficies de fractura de los metales, el cual permite estudiar gráficamente la mecánica de la fractura. La fractografía brinda una explicación descriptiva de un proceso de falla en un material mediante análisis visual y análisis microscópico, generalmente empleando el SEM.

Para llevar a cabo un completo análisis de fallas, se debe no solamente tener detalles fractográficos sino un completo estudio que incluye análisis metalográfico y microquímico.

#### 2.3. Tipos de Fractura

Las fallas en los materiales pueden darse únicamente de dos formas: dúctil y frágil. Son fácilmente identificables a nivel macroscópico. Además, son dependientes del material del elemento mecánico, ya sea por el proceso de conformado del elemento, o por la obtención del material propiamente dicho. Las condiciones de trabajo del elemento también juegan un papel importante en el tipo de fractura resultante.

### Fractura Frágil

La fractura frágil tiene como característica principal la ausencia de deformación plástica. En el diagrama esfuerzo-deformación para materiales frágiles, o materiales que han sufrido fractura frágil, se puede observar que antes de la fractura casi no existe deformación plástica (la sección de deformación plástica en el diagrama esfuerzo-deformación de un material cualquiera debe ser observada como una curva pronunciada decreciente). No hay un punto o región de fluencia definida. El material fractura en su esfuerzo máximo, como se puede observar en el siguiente gráfico.



FIGURA 2.6. DIAGRAMA ESFUERZO – DEFORMACIÓN DE UN MATERIAL FRÁGIL

ε

La fractura frágil puede darse de forma transcristalina o intercristalina. La fractura frágil transcristalina, también denominada clivaje, ocurre cuando el plano de fractura atraviesa los granos del material, seccionándolos, formando superficies planas de fractura microscópicas, fácilmente observables sobre los granos, como se muestra en la siguiente figura. La principal característica de este tipo de fractura frágil es la reflectividad de la luz de la superficie de fractura. Se observan claramente como zonas brillantes, no necesariamente constantes en toda la superficie de falla.



FIGURA 2.7. EJEMPLO DE FRACTURA TRANSCRISTALINA OBSERVADA EN EL SEM

El clivaje es la tendencia de los materiales a fracturarse a lo largo de los planos lisos paralelos a las zonas de enlace débil. La línea principal de fractura se subdivide en varias grietas, como afluentes de río, e inclusive paralelas entre sí. Las marcas características a nivel macroscópico tienen forma de plumas de ave, o como escalones muy finos y pueden ocurrir de 4 diferentes tipos, de acuerdo a las características de la falla, y dependen específicamente de la dirección que tienen, como se muestra en la figura.



# FIGURA 2.8. TIPOS DE CLIVAJE SEGÚN LA DIRECCIÓN DE LA FRACTURA

Este tipo de falla es típica de materiales frágiles como los cerámicos y aquellos materiales frágiles con estructura TBC, BCC o HCP. En la figura se muestra el ejemplo de una fractura frágil en una aleación de aluminio y titanio. Se puede observar cómo las líneas de fractura atraviesan los granos y a su vez se ramifican. Se pueden observar marcas de escalones y en ciertos granos se puede observar puntas y superficies con cambios bruscos de forma. Lo más importante que se puede observar en la figura, es la presencia de los diferentes tipos de clivaje: en una dirección en A; en dos direcciones en B; en tres direcciones en C, y en dirección oblicua formando octaedros en la zona señalada como D.



FIGURA 2.9. IMAGEN SEM DE ALEACIÓN TI-AI MOSTRANDO FRACTURA FRÁGIL

La fractura frágil intercristalina se propaga por los límites de grano de un metal. Esto ocurre debido a la presencia de precipitados frágiles en los bordes de grano. La apariencia de esta superficie de fractura es irregular, granulada y opaca. En la siguiente figura se puede observar claramente la forma de los granos en la superficie de fractura del metal. Además se puede ver que la superficie de los granos no tiene marca alguna. Los granos son separados de forma limpia.



FIGURA 2.10. EJEMPLO DE FRACTURA INTERCRISTALINA OBSERVADA EN EL SEM

Al fracturar de forma frágil, en un metal también es posible encontrar marcas en forma de líneas en V, conocidas como marcas Chevron. De igual forma, hay marcas características de fractura mixta, o una transición dúctil-frágil o viceversa. Estas marcas son muy pequeñas. Miden entre 1 y 50 µm. Tienen una característica forma de filos cortantes curvos y una superficie plana, como se detalla en la siguiente figura.



# FIGURA 2.11. ROSETAS DE CUASI-CLIVAJE RODEANDO NÓDULOS DE GRAFITO EN FUNDICIÓN NODULAR

Las líneas Chevron indican el lugar preciso de la nucleación de la fractura. El punto de donde divergen todas las líneas Chevron es el punto en el que el material comienza a romperse.



FIGURA 2.12. LÍNEAS CHEVRON O DELTA DE RÍO

Esto debe diferenciarse de las líneas de clivaje ya que las líneas de clivaje y las líneas Chevron son completamente opuestas. Según la dirección de las líneas de clivaje, la nucleación es donde existe mayor cantidad de ellas.

### Fractura dúctil

La fractura dúctil tiene la característica de mostrar deformación plástica es la superficie de fractura. Sus casos más comunes se dan en el sobreesfuerzo de materiales industriales, sobre todo en tensión y en torsión.

La fractura dúctil se genera principalmente por la formación de microhuecos o vacíos internos en el material, debido a la descohesión intergranular o intercristalina provocada por la sobrecarga. Esto no quiere decir que el material haya sido mal conformado, sino que a un determinado nivel o estado de esfuerzos puede haber rompimiento de enlaces entre fases originando los vacíos.

Cuando el esfuerzo es significativamente alto, y el punto de fluencia del material es sobrepasado, el material tiende a endurecerse por deformación, empezando ahí a deformarse plásticamente. Esta deformación plástica puede ser observada como un estiramiento y reducción significativa en la sección transversal del material, técnicamente llamado *necking* (cuello), justo en la región donde el material va a fracturarse. En este punto se alcanza el esfuerzo máximo  $\sigma_{max}$  (usualmente en textos de diseño o handbooks se lo encuentra como UTS, siglas en inglés para Esfuerzo Último de Tensión). Luego este esfuerzo empieza a disminuir gradualmente, hasta cuando el material se rompe. Los vacíos se ensancharon por estar sometidos a un estado triaxial de esfuerzos, y se unieron entre sí formando una fisura interna. La fisura se propaga a lo largo de la sección transversal del material, provocando la fractura del mismo. En las siguientes figuras se pueden observar las características visuales de la fractura dúctil.



FIGURA 2.13. ILUSTRACION DE LA FRACTURA DÚCTIL



FIGURA 2.14. FRACTOGRAFÍA ILUSTRANDO MICROVACÍOS



FIGURA 2.15. DIAGRAMA ESFUERZO-DEFORMACIÓN DE UN

MATERIAL DÚCTIL

El diagrama esfuerzo-deformación para un material dúctil o de un material que ha sufrido fractura dúctil tiene la característica de un notorio punto o región de fluencia, seguido de una clara región de deformación plástica.

#### 2.4. Mecanismos de falla

Se denomina Mecanismo de Falla al proceso o secuencia de eventos que provocan la falla en un elemento mecánico. Los mecanismos de falla no son mutuamente excluyentes. Generalmente, los materiales fallan por combinación de mecanismos de falla.

#### Fragilización por Hidrógeno

Se conoce como fragilización por hidrógeno al mecanismo de falla mediante el cual un material absorbe el gas hidrógeno, cuando el metal líquido es enfriado rápidamente. El resultado es la nucleación de poros y fisuras microscópicas que se propagan y se obtiene una fractura frágil. El hidrógeno por ser un gas muy liviano, tiene alta capacidad de solubilizarse en otras sustancias, así como de difundirse. Al enfriarse rápido el metal líquido, el hidrógeno queda atrapado, junto con otros gases o vapores, ya que no hay suficiente tiempo para que

el gas ascienda a la superficie, salga y se mezcle con el aire circundante. En la imagen se puede apreciar claramente una fractura frágil. Nótese que las líneas Chevron se originan en la zona más oscura que es donde nuclea la fractura. Se observan poros en la sección transversal del elemento.



FIGURA 2.16. FALLA POR FRAGILIZACIÓN POR HIDRÓGENO

Otra razón por la que se retiene hidrógeno es cuando al aplicar un cordón de soldadura, no se limpia correctamente el bisel, no se extraen grasas u otros líquidos y se retiene humedad. El calor de la fusión del metal de aporte y del metal base vaporiza el líquido, por ejemplo un hidrocarburo, obteniéndose hidrógeno retenido en el metal sólido. El hidrógeno también se obtiene como sub-producto de la corrosión en medio ácido. Las vacancias intercristalinas pasan a ser ocupadas por el gas, formando poros que fragilizan el material.

#### Desgaste

Desgaste se define como la remoción no deseada de material de la superficie de un elemento. Esto se lleva a cabo principalmente debido al contacto entre superficies. A nivel macroscópico se pueden observar superficies ásperas y con marcas propias de fricción, e inclusive huellas de cambios de temperatura, vistos como coloraciones típicas de superficies recalentadas. El desgaste ocurre por deformación plástica de la superficie, por adhesión y transferencia de material entre superficies, por fusión parcial del metal entre superficies en contacto debido al exceso de temperatura ocasionado por la fricción, entre otras causas.

Las marcas de falla por desgaste de un material usualmente se ven como hendiduras o rayones, o como gran cantidad de poros. En algunas ocasiones hay presencia de óxidos o desechos propios del material debido a la reacción con el entorno que provoca el desgaste. Bajo estas condiciones es imperativo conocer la composición química de las superficies de falla. En superficies de contacto rodante como cojinetes de rodadura, la selección de un lubricante inapropiado y la presencia de humedad por la falta de mantenimiento de la máquina, pueden contribuir a la corrosión de la superficie, y por ende, mayor facilidad para el desgaste.



### FIGURA 2.17. ANILLO EXTERIOR DE UN COJINETE DESGASTADO

En la imagen se puede observar la superficie del anillo exterior de un cojinete de rodadura. Se observan hendiduras muy pronunciadas, y señas de fusión de material en la superficie del cojinete, el mismo que fallo por presentar excesivo juego con la cajonera que lo contenía.

Un tipo de desgaste es el *fretting*, un mecanismo de falla por abrasión que tiene la particularidad de presentarse entre dos superficies en contacto (metálicas o no metálicas), en presencia de movimiento cíclico relativo entre ellas. El nombre en castellano para este mecanismo de falla es abrasión. El contacto entre dos superficies genera pequeñas partículas de desgaste que, gracias al movimiento oscilante de la una con respecto a la otra, que evita que las partículas salgan; así, se provoca abrasión entre las superficies. Las partículas son pulverizadas por el contacto, luego se sinterizan y al compactarse se imprimen sobre las superficies. Este tipo de falla también es usual en cojinetes de rodadura.

Esta abrasión puede ser también corrosiva. El fretting corrosivo es la abrasión de una superficie con partículas de corrosión. Así, se propaga la corrosión en las superficies en contacto.

Si se observan estas superficies en el SEM, se pueden ver ondulaciones, picaduras, socavados, entre otras deformaciones. Las imperfecciones ya descritas en un cojinete de rodadura causan vibraciones que se transmiten a través de los elementos mecánicos, produciendo efectos indeseados en una máquina, como el desgaste anticipado y la fatiga por vibración de un eje de transmisión.

Otra consecuencia del fretting es la falla del mismo elemento en contacto rodante por fatiga mecánica, por propagación de la fisura superficial. Esta falla puede ocurrir por sobrecarga mecánica, por fatiga o por corrosión.



# FIGURA 2.18. IMAGEN SEM DE UNA SUPERFICIE DE FALLA POR ABRASIÓN

# Termofluencia

También conocida como fluencia lenta y *creep* (en inglés). Como su nombre lo indica, es una falla dúctil (fluencia) afectada directamente por alta temperatura. A nivel macroscópico, la superficie de fractura tiene clara apariencia de desgarre dúctil. Una vez que se observa la superficie a nivel microscópico, se pueden observar una gran cantidad de microvacíos. Mientras la carga sea aplicada por mayor tiempo, en presencia de alta temperatura, mayor será la cantidad de deformación que se presente.

La termofluencia empieza a ocurrir cuando la temperatura de trabajo del material alcanza un valor aproximadamente igual a la mitad de la temperatura de recristalización del material; o de austenización (en el caso de los aceros).



FIGURA 2.19. FRACTOGRAFÍA DE UNA SUPERFICIE DE FALLA POR TERMOFLUENCIA

La imagen anterior corresponde a un acero que falló por termofluencia. Es una imagen SEM de gran aumento. Se pueden observar claramente las cavidades en el grano del material. A su vez, se deben notar ciertos aspectos muy importantes. Primeramente, es muy fácil deducir que la falla fue dúctil. La apariencia "líquida" o arrugada de la superficie del metal y la formación de agujeros alargados en la superficie, típicas de un material que ha pasado primero por fluencia, son determinantes para las características fractográficas antes descritas. Además, se pueden observar claramente los granos con un contorno curvo, con los límites de grano muy claros.

La fractura del material, a su vez, puede darse por nucleación de forma dúctil, por formación de microvacíos por termofluencia, y propagarse de forma frágil. En la imagen mostrada a continuación, se puede observar una superficie de fractura típica de termofluencia. Del lado izquierdo se observan los microvacíos, originados por termofluencia. Una vez que el esfuerzo es superior a la resistencia del material, se produce una grieta que se propaga de forma frágil. Obsérvense las líneas de clivaje en el lado derecho de la fractografía.



FIGURA 2.20. SUPERFICIE DE FALLA POR TERMOFLUENCIA Y

## CLIVAJE

## Cavitación

Este mecanismo de falla consiste en el impacto de pequeñas partículas de un fluido a altas velocidades sobre la superficie de un metal. Esta falla es normalmente el resultado de la cavitación. La cavitación en el flujo de un fluido se origina cuando éste sufre una caída de presión a un valor inferior a su presión de saturación, tal que se forman pequeñas burbujas de vapor. El movimiento continuo del fluido transporta las burbujas de vapor a regiones de mayor presión. Esto ocasiona que colapsen. Este colapso es tan violento que origina fuerzas que desgastan los álabes de las turbinas, los conductos de refrigeración en motores de combustión interna o las paredes internas de una tubería que transporte algún fluido.



FIGURA 2.21. ILUSTRACIÓN DEL PROCESO DE CAVITACIÓN EN LA SUPERFICIE DE UN METAL

El resultado es una falla por impacto, que en muchos casos dependen de la superficie del metal, de la deformación plástica que presente y de la cantidad de endurecimiento por trabajo mecánico que tenga la superficie.

Las características fractográficas a de este tipo de fallas usualmente muestran una superficie de falla llena de poros y de superficies muy irregulares. En metales duros, luego del ataque se forman grietas que pueden ser origen de fallas por fatiga. En metales más dúctiles se observan ondulaciones, crestas y valles de formas muy suaves.



FIGURA 2.22. SUPERFICIE DE FALLA POR IMPACTO DE UN ACERO DURO

En la imagen se muestra el resultado de un ensayo de ataque por impacto sobre una probeta de acero. Obsérvense las ondulaciones y los huecos formados. Se aprecian regiones de falla dúctil y de falla frágil en la superficie analizada.

## Defectos metalúrgicos internos

Este mecanismo de falla es propio del proceso primario de producción de un metal. Entre los principales defectos se tienen:

- Formación de poros por encogimiento durante la solidificación inadecuada del metal
- Burbujas atrapadas (hidrógeno, vapor de agua, aire, etc.) debido a las características de enfriamiento defectuoso
- Acumulación de impurezas no metálicas (escoria)
- En materiales sinterizados, falta de cohesión en granos por falta de presión y temperatura

Como se explicó en secciones anteriores, toda esta acumulación de defectos internos tiene como resultado la falla por fatiga del material,

causada principalmente por la presencia de poros ocasionados y a la concentración de esfuerzos térmicos.

# **CAPÍTULO 3**

# 3. PREPARACIÓN DE ESPECÍMENES PARA ANÁLISIS DE FALLAS

Para conocer las causas de falla de un material, es necesario llevar a cabo un estudio completo del mismo. No sólo se requiere observar las características de la fractura en sí. También es muy necesario conocer el estado del material antes de la falla, y sobre todo sus propiedades microestructurales, que brindan información importante acerca de las propiedades mecánicas del mismo. Además, se debe conocer qué sustancias o elementos se encuentran presentes en ese material, las cuales pueden contribuir en cierto modo a formar parte de un ambiente nocivo.

El objetivo del presente capítulo es mostrar el procedimiento de preparación de muestras para fractografía, metalografía y análisis químico para los diez elementos objetos de estudio del presente proyecto. El procedimiento experimental de preparación de muestras se llevó a cabo en el Laboratorio de Materiales de la Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción, FIMCP, de la Escuela Superior Politécnica del Litoral, ESPOL; al igual que en el Laboratorio de Microscopía Electrónica de Barrido del Centro de Investigaciones Geológicas de Guayaquil, CIGG, entidad perteneciente a la estatal petrolera PETROPRODUCCIÓN.

#### 3.1. Procedimiento General

En primer lugar, se contemplará el manejo de la muestra que será sujeto de análisis en el SEM. La muestra, una vez cortada y extraída del elemento, debe ser protegida en el momento de su transporte. El material protector, usualmente tela de algodón que no produzca pelusas, o papel periódico, debe estar completamente limpio, libre de grasas, aceites, polvos y debe estar completamente seco. Al manipular la muestra con las manos lo mejor es usar guantes quirúrgicos para prevenir marcarla con huellas dactilares. De ser posible, el traslado de la muestra debe realizarse en un

recipiente al vacío, para evitar reacciones que pudieran alterar la superficie de fractura. Esto último no es un requisito en el caso de estudio del presente proyecto, pero si es recomendable para estudios precisos de un elemento que ha fallado.

Una vez con la muestra en el laboratorio, lo primero que se debe hacer es limpiar la superficie a ser analizada. Se debe tener presente que es muy probable que la muestra tenga productos de corrosión o de combustión, los cuales deben ser analizados antes de limpiar la totalidad de la muestra. Es por eso que se debe tener particular cuidado a la hora de emplear algún líquido disolvente o removedor de corrosión.

Particularmente, en el presente caso de estudio, la capa de herrumbre de los elementos ha sido producida por el tiempo que han permanecido almacenados en condiciones no controladas, por lo que debe ser removida en su totalidad. Dicha capa de corrosión entregará información relevante que permitirá determinar causas o mecanismos de falla.

Para un completo análisis de falla de un material, se debe contar con por lo menos dos muestras del mismo elemento, dado que existen dos tipos de superficie y preparación superficial, como se verá en el transcurso del presente apartado. El análisis completo de fallas de un material está compuesto por: Análisis Fractográfico, Análisis Metalográfico y Análisis de Rayos X, también llamado Análisis EDS. El análisis fractográfico requiere de una muestra única, puesto que no se requiere pulido metalográfico ni ataque químico microscópico. Lo que se desea observar ya está listo para ser analizado. Para el caso del análisis metalográfico se debe tener la segunda muestra, debidamente preparada para observar microestructura, con los procedimientos que se describirán en el transcurso del presente capítulo. En el caso del análisis EDS, éste realizado indistintamente en ambas puede ser muestras. dependiendo de la información que se desee obtener. Por ejemplo, si se desea conocer la composición química del elemento, se desea obtener un espectro que indique los picos característicos de los elementos presentes en el material, o un mapeo de caracterización de los elementos, de acuerdo a la distribución en la superficie observada, se debe realizar el análisis EDS en la muestra pulida para metalografía. La razón es muy simple. La topografía superficial de la muestra afecta la detección, puesto una superficie irregular, como la del espécimen para análisis fractográfico, provocaría una señal difusa debido a que los rayos X emitidos viajarían en todas las direcciones. En cambio, la muestra para metalografía tiene la ventaja de tener un pulido fino, por lo que no existirían problemas con la detección de los rayos X por parte del instrumento por la regularidad de su superficie.

Si se desean conocer los elementos que están presentes en el instante de la falla de un material, el análisis EDS se debería llevar a cabo en la superficie de fractura del material. Por ejemplo, la falla en una tubería que transporta un hidrocarburo. Si se hace un análisis EDS de la zona de fractura, se puede determinar la presencia de, por ejemplo, corrosión bacteriana, incrustaciones de azufre o de calcio en los poros del metal.

Una importante aplicación del presente estudio, enfocado directamente al análisis de fallas de sistemas de almacenaje y transporte de hidrocarburos, es el estudio de la vida remanente de los mismos. De acuerdo a las condiciones de operación y de las condiciones ambientales, se deben considerar espesores de material, capas, tipos y procedimientos de pintura específicos para la aplicación mencionada del recipiente, tubería, etc.

### 3.2. Características del espécimen

Para que un espécimen pueda ser estudiando en el SEM, debe tener las siguientes características básicas:

- El tamaño del espécimen debe ser tal que quepa dentro de la cámara de espécimen del SEM sin interferir con los detectores o los lentes, ni debe tocar las paredes internas de la cámara
- La muestra debe soportar el vacío al que se somete el interior del SEM, sin destruirse durante el análisis
- La muestra debe soportar el bombardeo de electrones sin quemarse



FIGURA 3.1. INTERIOR DE LA CÁMARA DE ESPÉCIMEN

En lo que respecta a no sufrir daños por el vacío y por el bombardeo de electrones, son temas que en el estudio microscópico de metales no son trascendentes, ya que los metales sí resisten ambas condiciones. Únicamente, debe tenerse cuidado con que el espécimen no absorba carga. Esto se logra eliminando o recubriendo todo material no conductivo que se encuentre en su estructura interna. Si no se puede efectuar el mencionado recubrimiento, la única diferencia en la imagen será que las regiones conductivas se observarán muy brillantes. La solución en ese caso es reducir el alto voltaje del haz de electrones.
#### 3.3. Preparación de especímenes metálicos

Una gran ventaja del SEM es que muchos especímenes pueden ser examinados con casi ninguna preparación superficial. Para las observaciones topográficas de la superficie de un material, como por ejemplo la fractografía de un espécimen metálico, la única preparación superficial requerida para ser observado en el SEM es la limpieza de óxidos, grasas o aceites, para evitar que se produzca contaminación por hidrocarburos en el interior de la cámara de espécimen o de la columna del SEM.

Las técnicas para la limpieza de la superficie del espécimen incluye el uso de disolventes y desengrasantes (detergentes), pulido mecánico (que incluye la limpieza constante del espécimen entre fases de pulido), y ataque químico. Estas técnicas deben ser llevadas con el menor daño posible sobre el elemento.

### 3.3.1. Estudio de la topografía superficial

Este procedimiento se utiliza para la observación de las características fractográficas de un elemento mecánico. Es el procedimiento que menor cantidad de preparación superficial

requiere, ya que no se desea perder los detalles topográficos de la superficie de fractura. De este modo, es posible recopilar información para el posterior análisis de falla.

En este procedimiento se debe tener sumo cuidado en el traslado y manejo del espécimen. Se debe evitar todo contaminante externo que produzca algún cambio antes del análisis, y la consecuente pérdida de información importante. De ser posible, el espécimen no debe tener contacto con el ambiente, esto es: polvo, aire y humedad.

La preparación de muestras para el presente estudio se inicia con la limpieza inicial de los elementos mecánicos a estudiar. Se debe eliminar el polvo, el lodo, la grasa o aceite y la humedad. Esto se lo puede realizar con un pedazo de tela seca o con waype. También se puede emplear gasolina para eliminar toda sustancia grasosa. No se requiere que el elemento quede por completo limpio, puesto que únicamente se extraerán muestras de una zona de estudio, no de todo el elemento. Desde aquí se debe tener cuidado de no dañar la superficie de fractura a ser observada. Para el presente estudio, lo primero que se realizó fue seleccionar la superficie de falla que se va a estudiar, marcándola con tiza o con corrector líquido. De esta forma, al momento de limpiar o trasladar el elemento, se tiene sumo cuidado de que la superficie marcada no tenga contacto alguno y se previene que se golpee o se raye.

El siguiente paso es el corte para extraer la muestra del elemento. Para este efecto, se pueden tener dos opciones: el corte manual, y el corte con máquinas. El corte manual se lo lleva a cabo con sierra, y es útil cuando el material es de baja dureza. En cambio, el corte con máquina es la alternativa adecuada cuando los elementos a seccionar son tratados térmicamente o si se trata de aceros aleados de durezas medias y altas.

El corte por máquina, se divide en dos fases: Corte primario y corte secundario. En el corte primario se extrae la sección del material que contenga la superficie de fractura a estudiar. Para este fin se emplea amoladora con disco de corte de óxido de aluminio. La pieza resultante debe tener 50 mm de largo y 20 – 25 mm de ancho. El espesor debe ser de aproximadamente 10 mm. Estas dimensiones deben cumplirse de esta forma por dos razones: Primeramente, el siguiente paso en el corte requiere esas dimensiones de las piezas, para ser fácilmente manejables en la máquina de corte; y segundo, para que el elemento entre a la cámara de espécimen del SEM, es necesario que tenga un volumen aproximado de 1 cm<sup>3</sup>, por lo que la opción más práctica es un cubo con aristas de 1 cm. Especímenes de mayor tamaño son menos manejables.

El corte con amoladora es impreciso e inclusive perjudicial para el material. Se debe tener en cuenta que la superficie de fractura a ser observada no debe presentar daños ni rayones, y peor aún daños microestructurales por alta temperatura, por lo que el paso del disco de corte debe ser a una distancia prudente de la superficie de fractura que será observada.

La siguiente fase en el corte con máquina es el corte secundario. Esta fase es llevada a cabo en laboratorio. La herramienta de corte es un disco de óxido de silicio de 9 pulgadas de diámetro y 1.6 mm de espesor. La máquina

proporciona un chorro de refrigerante para evitar daño microestructural.

Como resultado, se obtendrán muestras sin alteraciones microestructurales y del tamaño esperado para ser montadas en el SEM.



### FIGURA 3.2. ESTADO DE ALGUNAS MUESTRAS PREVIO AL DECAPADO

Una vez finalizado el corte de las muestras se procede a la limpieza de los especímenes que serán observados en el SEM. Este procedimiento es el más importante de toda la preparación de las muestras, ya que se debe evitar la contaminación de la cámara de espécimen del SEM con sustancias extrañas y perjudiciales para el instrumento. El óxido presente en una muestra puede ensuciar el interior de la cámara y perjudicar la detección de los instrumentos. De igual forma, la presencia de un líquido en el interior de la cámara puede producir evaporación, puesto que el haz de electrones calienta el punto que toca en la muestra. La formación de vapores produce la contaminación de la cámara del espécimen y de la columna del SEM. La muestra debe quedar completamente libre de humedad para prevenir la corrosión de la misma mientras esté almacenada previo a ser colocada en el SEM. La presencia de óxidos no solo es perjudicial para el SEM sino que presentaría información no deseada y hasta pérdida de detalles. Por esto tampoco es recomendable tener almacenada las muestras por mucho tiempo. Finalmente, la superficie a ser observada debe quedar libre de todo agente externo que pueda llegar a proporcionar información no deseada que puede confundir al observador, como pelusas, polvo, etc., alterando la interpretación de los resultados de lo que en realidad ha ocurrido con el elemento mecánico.

El primer paso en la limpieza de especímenes para análisis en el SEM es el decapado químico. La remoción de la corrosión es de suma importancia en la observación de un espécimen. Siguiendo las instrucciones del Apéndice D, el reactivo generalmente utilizado para limpiar una superficie de un acero o de una aleación con propiedades similares, es el Ácido Clorhídrico (HCI). El HCI tiene la propiedad de reaccionar con la capa de óxido de hierro formada en la superficie de la muestra. De esta forma, no es necesario pulir para extraer la herrumbre. Las ecuaciones balanceadas que describen el proceso de decapado de un acero con HCI son:

ECUACIÓN 3.1

6 HCl (ac) + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (s)  $\rightarrow$  2 FeCl<sub>3</sub> (ac)+ 3 H<sub>2</sub>O (l)

ECUACIÓN 3.2

Fe (s) + 2 HCl (ac)  $\rightarrow$  FeCl<sub>2</sub> (ac) + H<sub>2</sub>(g)

En la ecuación 3.1 se describe la reacción entre el ácido y la capa de herrumbre presente en el metal. El HCI reacciona directamente con el  $Fe_2O_3$  para formar una solución color amarillenta verdosa. Esta solución es el Cloruro Férrico

FeCl<sub>3</sub>, soluble en agua, la cual se empieza a formar tan pronto la pieza corroída hace contacto con el ácido. La capacidad de consumir la herrumbre viene dada por la concentración del HCI. Si el ácido tiene alta concentración, la reacción es rápida y sin precipitados de herrumbre en el fondo del recipiente. En cambio, si la concentración es menor, como en este caso, se precipita el exceso de herrumbre que no tiene ácido con qué reaccionar.

En la reacción, el reactivo limitante es el  $Fe_2O_3$ . Una vez que todo el óxido es removido de la superficie del metal, o es consumido por el ácido, la reacción del ácido – metal, descrita en la ecuación 1 se detiene.

En la ecuación 3.2 se describe la reacción posterior entre el remanente de ácido en la solución y el metal blanco. En este caso, se forma Cloruro Ferroso e Hidrógeno gaseoso, en forma de burbujas. Una vez que el ácido empieza a reaccionar con el Hierro propiamente dicho, se debe extraer la muestra del ácido, puesto que no se desea perder el hierro. Es por esta razón que continuamente se debe tener control de lo que sucede en la reacción, para evitar un

decapado excesivo que implica la pérdida de la superficie original que se desea estudiar.

Esa también es una razón para que la solución ácida sea de baja concentración. En esta preparación se empleó una solución de HCI al 38% diluido en agua destilada, obteniéndose así una solución ácida al 7%. Para lograr ese efecto, se diluyeron 220 ml de HCI al 38% en 1000 ml de agua. Esto hace que la reacción sea lenta y apreciable, y así se evita la pérdida de material.

El proceso se debe realizar en el interior de un extractor, puesto que el ácido produce vapores corrosivos y que afectan la respiración. Por ser materiales similares, se pueden limpiar de todas las muestras en el mismo recipiente.



FIGURA 3.3. PROCESO DE DECAPADO QUÍMICO DE LAS MUESTRAS

Una vez que se observa la superficie del metal de un color gris claro y sobre todo sin herrumbre, como se podrá apreciar más adelante, se retira la muestra del ácido.

Finalizado el decapado de la muestra, la misma debe ser limpiada. La solución obtenida de la reacción entre el ácido y el óxido es corrosiva en presencia de aire, por lo que se debe asegurar que el espécimen esté completamente libre de ésta para poder almacenarlo. Para remover todo vestigio de la solución, se debe lavar la muestra con detergente y abundante agua. Un cepillo de dientes es la herramienta perfecta para remover por completo el reactivo. No raya la superficie de fractura y asegura su limpieza, por más irregular que ésta sea. Una vez disuelto el detergente y limpiado con agua, se enjuaga en etanol, para acelerar el secado.

Se debe acotar que el HCl y el FeCl<sub>3</sub> no son solubles en etanol. Se debe asegurar su completa remoción con agua y detergente. En el caso de que al verter el etanol aún exista un remanente de las dos sustancias antes mencionadas en la superficie del metal, la solución no se diluirá en el mismo y el etanol se evaporará. Con esto, el remanente permanecerá en la superficie del metal, reaccionando y oxidándolo.



FIGURA 3.4. MUESTRAS EN RECIPIENTE SECO

Previo a ser observadas en el SEM, las muestras deben almacenarse en un recipiente seco, como se ilustra en la figura anterior. Este recipiente debe permanecer cerrado y de ser posible se deberían colocar bolsitas de Silica Gel para que la humedad no dañe las muestras.

El siguiente paso en la preparación de especímenes para análisis fractográfico es la colocación de la muestra en la clavija portaespécimen. Esto se realiza cuando la pieza está completamente lista para ser observada. La fijación se realiza mediante un cemento conductivo, conocido como CCC (Conductive Carbon Cement) o por medio de un adhesivo también conductivo.

En el presente proyecto se empleó el CCC. El CCC es un pegamento eléctricamente conductivo para montar especímenes en el SEM. El espécimen es adherido a la clavija portaespécimen con este cemento, y una vez que se encuentra adherido, puede ser observado en el SEM sin dificultades. El CCC contiene únicamente Hidrógeno, Carbono y Oxígeno, y no deja residuos al secarse. Esto hace que, en el caso de que se requiera el análisis de Rayos X de

una muestra, no se produzcan picos espectrales característicos de otros elementos. Si el análisis se lleva a cabo mediante EDS, únicamente mostrará el espectro de Rayos X continuos. Si todo el espécimen es cubierto con el cemento, no se producirán Rayos X, interfiriendo con los resultados esperados.

El CCC se aplica con una pequeña espátula. Para especímenes grandes, se coloca una capa gruesa de CCC. Si se van a observar polvos o muestras muy livianas en el SEM, lo recomendable es colocar las muestras sobre una lámina de cobre, se adhiere la lámina a la clavija portaespécimen y, en caso de ser no conductivo, se baña la muestra en oro para poder observarla.



FIGURA 3.5. CEMENTO CONDUCTIVO

Una vez seco el CCC, el único residuo es carbón, el que mantiene adherida la muestra al portaespécimen. El secado del cemento se lleva a cabo simplemente por la evaporación de un solvente orgánico de la mezcla, que le da la propiedad líquida al aplicarse. Dependiendo del espesor de la película de CCC, el tiempo de secado oscila entre unos pocos segundos (película fina) hasta 30 minutos (película gruesa). Instrumentos y herramientas contaminados con CCC son fácilmente limpiados con solventes como el xileno o el tolueno.



FIGURA 3.6. REMOVEDOR DE CCC



FIGURA 3.7. MUESTRA COLOCADA EN LA CLAVIJA



FIGURA 3.8. MUESTRA UBICADA EN EL STAGE DEL SEM

### 3.3.2. Estudio de la microestructura y análisis microquímico

La metalografía es el estudio de las características microestructurales de un metal a partir de la observación de la estructura cristalina del mismo, obtenida mediante imágenes tomadas con un microscopio. En el presente proyecto se realiza el estudio metalográfico con dos propósitos. En primer lugar, se desean conocer las propiedades microestructurales de los materiales de los elementos que han fallado, con el fin de correlacionar características visuales con las fractográficas y las propiedades que están en los libros, de tal forma que se puede tener una visión completa del elemento y del material. En segundo lugar, se busca ilustrar la diferencia entre la presentación de las imágenes de un microscopio óptico y un SEM y contrastar las calidades de imagen y los niveles de detalle obtenidos.

La preparación de probetas metalográficas para ser observadas en el SEM es realizada de la misma forma que la preparación de las mismas para ser observadas en el microscopio óptico. Inmediatamente después de pulir y limpiar el espécimen, se procede al siguiente paso, que es el ataque químico, o *etching*. El ataque químico tiene como objetivo mostrar las fases presentes en la microestructura del espécimen. Para el análisis metalográfico en aceros, se emplea Nital, 97% etanol y 3% ácido nítrico (ver Apéndice C). El Nital reacciona con los carburos presentes en la aleación, revelándolos con una coloración en particular. Al mismo tiempo, el Nital suaviza la superficie de la muestra, eliminando un 60% de los rayones propios del pulido.

En el caso de la presente Tesis, el ataque químico es un paso opcional, sobre todo en los materiales con alto contenido de carbono, como las fundiciones. El SEM, en modo de detección BSED, permite observar las fases presentes por contraste de conductividad, por lo que el color es irrelevante.

Una vez listo el espécimen para el análisis, el procedimiento es idéntico al del estudio de la topografía superficial, descrito en el apartado anterior. Las muestras secas y limpias se las adhiere a las clavijas con el CCC y se las coloca en el SEM. En lo que respecta a observación, las imágenes de electrones retrodispersados (BSE) obtenidas de un espécimen que fue atacado químicamente son más claras y de mejor resolución que las imágenes BSE de un espécimen sin ataque químico. Aún así, sin necesidad de un ataque químico, la imagen BSE de un espécimen metálico entrega detalles visibles de fases microestructurales por diferencia de número atómico.

### 3.3.3. Análisis de Rayos X

Una de las grandes ventajas del SEM es la versatilidad de la interpretación de señales. Como se expuso en anteriores apartados, el hecho de hacer impactar electrones acelerados en un elemento, provoca diferentes señales que son leídas por detectores, siendo uno de ellos, el detector EDS.

La detección de Rayos X puede ser cualitativa o cuantitativa. En el caso de la presente Tesis se desean obtener caracterizaciones superficiales de los elementos mecánicos objetos de estudio. Es por eso que la mejor forma de realizarlo es por medio de un estudio cualitativo. Al igual que la metalografía de un material, el objetivo es tener una caracterización elemental de la superficie de la muestra. La caracterización elemental de una superficie es el proceso en el que se determinan los elementos químicos presentes en la misma. Es por eso que para tener un detalle exacto de la presencia de elementos químicos en una muestra, se debe tener una superficie perfectamente pulida y limpia, puesto que los rayos X característicos de la muestra deben ser fácilmente detectados por el instrumento. Si la superficie es irregular, los rayos X emitidos no van a llegar al detector de forma uniforme, por lo que no habría una lectura correcta.

Lo descrito en el párrafo anterior no significa que a una superficie irregular no se le puede realizar análisis microquímico por medio de la detección de Rayos X. En el caso de superficies de fractura en las cuales existe la presencia de elementos extraños, una buena práctica de ingeniería sería analizar qué elementos están presentes, de tal forma que se puede conocer posibles formas de corrosión que podrían haber contribuido a la fractura.

En sí, el procedimiento de preparación de las muestras para el análisis microquímico con EDS es idéntico a la preparación metalográfica. Lo único que se debe tener en cuenta es que no se requiere el ataque químico para este tipo de análisis, puesto que los detalles que se esperan no son visuales, sino propios del material. No se necesita revelar información, puesto que la emisión particular de rayos X de cada elemento es la encargada de mostrar los detalles esperados.

### 3.3.4. Estudio a nivel macroscópico

El primer paso para un adecuado estudio fractográfico debe ser el estudio a nivel macroscópico. El estudio a nivel macroscópico puede ser también denominado macrofractografía. Es la observación a simple vista los detalles de una superficie de fractura, y con un poco de conocimiento de mecánica de la fractura se puede predecir tipo de falla, dirección de propagación o simplemente decir si se trata de fractura frágil o dúctil.

Para tener mejor observación a nivel macroscópico de una superficie, es necesario llevar a cabo un proceso similar a la

preparación de muestras fractográficas para ser observadas en el SEM. Las soluciones de ataque químico y tiempos de ataque, están incluidas en el Apéndice D. Este procedimiento es similar al decapado.

Las regiones a observar se seleccionan por presentar las marcas características de los tipos de fractura, descritos en el capítulo anterior. Las superficies de fractura no son elegidas al azar. Se debe elegir la superficie o superficies de fractura que muestren información relevante que puedan llevar a concluir las causas de falla de un material.

En el caso de las muestras elegidas para el análisis de superficies de fractura, se inicia por estudiar la superficie del elemento roto. Se observa detalladamente dónde pudo originarse la fractura, o la región que provea de mayor cantidad de detalles, mayor cantidad de marcas características o mayor variación del tipo de marcas. Por ejemplo, puede existir una misma superficie que cuente con marcas de playa y al mismo tiempo rosetas de clivaje y zonas de fractura transgranular. De ahí es posible determinar varios tipos de fractura al mismo tiempo, punto de origen,

dirección de propagación e inclusive causas de falla. Todo esto a nivel macroscópico.

En el caso de la totalidad de las muestras que se estudian en la presente Tesis, la preparación para observación macroscópica y microscópica de las superficies de fractura es exactamente igual, puesto que lo único que se desea eliminar es corrosión. En ambos casos se emplea ácido clorhídrico diluido en agua destilada, obteniendo una superficie limpia y preparada para los dos tipos de observaciones.

La muestra seleccionada fue primeramente analizada de forma visual, resaltando las marcas características y los detalles que proveen la información que servirá para determinar las causas de falla. Al observarlas en el SEM, se podrán confirmar las hipótesis e inclusive añadir más información.

## **CAPÍTULO 4**

# 4. TRABAJO EXPERIMENTAL: ANÁLISIS METALOGRÁFICO Y FRACTOGRÁFICO EN ELEMENTOS DE MOTORES

### 4.1. Cigüeñales

Para poder estudiar una falla típica en cigüeñales, se tiene un elemento fracturado en varias secciones. Por motivos de estudio, se ha tomado la sección del contrapeso, que es de mayor tamaño, y por tener la mayor cantidad de características propias de la falla, como ilustra la figura 4.1. Para poder realizar las hipótesis respectivas, de la zona de fractura se extrajeron dos muestras. La primera será útil para el análisis metalográfico y de rayos X. La segunda muestra será empleada para el estudio de la fractografía.



FIGURA 4.1. CIGÜEÑAL FRACTURADO

### Metalografía



FIGURA 4.2. METALOGRAFÍA DEL CIGÜEÑAL, 100X

En la imagen se puede observar el patrón típico de un acero de bajo carbono, a pesar de que no es posible obtener diferencia entre fases por coloración. De todas formas, de esta imagen se puede rescatar la evidente matriz ferrítica, más conductiva, y los pequeños granos de cementita.



FIGURA 4.3. METALOGRAFÍA DEL CIGÜEÑAL, 500X

A medida que se amplifica la imagen, se pueden observar mayor cantidad de detalles. En la figura anterior, es fácil notar que el ataque químico ha revelado dos fases principales: una de forma arrugada que da la impresión de tener unos granos de forma ligeramente alargada y puntiaguda, y otra que en la imagen aparece como una superficie suave, únicamente delimitada por los granos puntiagudos.

Aparentemente dichos granos puntiagudos representan la martensita, aunque no es posible determinarlo con certeza puesto que el SEM no proporciona diferencia en la coloración. De todas formas es muy probable, puesto que todo cigüeñal de acero debe ser tratado térmicamente para mejorar sus propiedades mecánicas.

Por otro lado, la fase más uniforme se puede predecir que se trata de ferrita. Esta uniformidad es propia de toda fase de características dúctiles. La homogeneidad de esa superficie es propia de los granos de mayor tamaño. Además, al tener igual intensidad de color, se puede decir que estas fases tienen las mismas propiedades conductivas.

Se pueden apreciar mejor los granos de cementita. Todas estas características son esperadas puesto que podría tratarse de un acero aleado al Cr, Ni y/o Mo, de bajo carbono. Esta hipótesis será corroborada mediante el análisis EDS.



FIGURA 4.4. METALOGRAFÍA DEL CIGÜEÑAL, 2000X

El acercamiento observado en la imagen anterior confirma la hipótesis de ambas fases principales: matriz ferrítica con granos de martensita, perlita lamelar y posiblemente austenita retenida. Aparte, no es posible determinar visualmente la presencia de otros elementos aleantes, por diferencia de conductividad. Se puede observar una mancha de lo que aparentemente puede ser una impureza. Con todo esto se puede estimar que se trata de un acero de bajo carbono, tratado térmicamente. La composición elemental de la muestra se describe cualitativamente en la siguiente imagen.



FIGURA 4.5. ESPECTRO ELEMENTAL – CIGÜEÑAL

Del resultado del análisis EDS se puede inferir que el material del cigüeñal es un acero de bajo carbono, con presencia muy pobre de elementos aleantes. Las lecturas principales son de hierro, silicio y carbono. El Cr y el Ni están tabulados, pero no representan un contenido importante como para determinar un acero aleado.

Cabe anotar que el EDS tiene una capacidad de lectura de un mínimo de 1% de un elemento químico, por lo que para el caso de aceros, las cantidades exactas de elementos aleantes, que muchas veces son menores al 1%, pueden no ser interpretadas

correctamente. Es por esta razón que no se incluye en el presente estudio una tabulación de los porcentajes en peso de cada elemento en la muestra.

### Fractografía

La fractografía de este elemento inicia con la observación de la superficie de falla. Hay innumerables detalles apreciables a simple vista. Superficies características de varios tipos de fractura y líneas de propagación de fractura en todas direcciones, como se puede apreciar en la siguiente figura.



FIGURA 4.6. SUPERFICIE FRACTURADA DEL CIGÜEÑAL

En esta superficie, a simple vista, se pueden detectar tres marcas importantes: (1) Una superficie brillante de alta reflectividad de luz, rodeando el agujero de paso de aceite; (2) marcas de playa en casi toda la cara externa de la superficie de fractura; y finalmente (3), una superficie de características arenosas, muy opacas, junto a las marcas de playa, en la cara interior de la superficie de fractura. Estas tres superficies entregan casi toda la información necesaria para predecir las causas de falla.

De las dos imágenes que se han observado, se puede establecer que se ha desprendido un muñón del cigüeñal, y que por ende, el elemento se ha fraccionado en por lo menos dos partes, como también puede observarse en las imágenes. Esta hipótesis es válida puesto que se observa el agujero de aceite, encargado de lubricar y refrigerar el contacto entre partes en movimiento. Por el ángulo entre los dos contrapesos visibles, se puede decir que se trata de un motor de seis cilindros en línea. Por la posición de ese muñón, se podría decir que se trata del codo de biela.

Si se juntan todas las características antes mencionadas, se puede tener una primera observación importante: La falla fue, en efecto, catastrófica. Con el motor en operación, se produjo una rotura brusca, que pudo haber traído consecuencias como la rotura de otros elementos, como la biela e inclusive el desprendimiento de fragmentos del block.

Para establecer un orden de ocurrencia de la falla del cigüeñal, se debe enfocar en las marcas características antes descritas. En el caso de la región (1), el agujero de paso de aceite en el cigüeñal involuntariamente contribuye a que la fisura nuclee en ese punto, aunque éste no represente la causa en sí de la falla. Esto se puede determinar por la característica de la zona alrededor del agujero, la misma que tiene una superficie brillante, indicativo de una fractura brusca, instantánea. Este rompimiento brusco produjo fractura frágil transcristalina.

La región (2), es el efecto de tener un concentrador de esfuerzos en un punto. El cigüeñal, por tratarse de un material frágil, tiene una resistencia a la fatiga mucho menor a la de un material dúctil, por lo que el concentrador de esfuerzos antes descrito y las cargas cíclicas a las que está sometido, propiciaron una fractura de características frágiles. Se pueden observar claramente las marcas de playa acompañadas de líneas Chevron en distintas direcciones. Como se puede observar en la figura 4.6, hay varias regiones en que se puede apreciar el esfuerzo cíclico sobre el metal. Las líneas Chevron son evidentes a nivel macroscópico, alrededor de la zona que se considera nucleación de la falla. Esto se da puesto que la mayoría de la microestructura del material es de alta dureza. A nivel microscópico es diferente, puesto que de acuerdo a las características de los granos, se tendrán características fractográficas diferentes. Es por esta razón que no se puede aún descartar la hipótesis del concentrador de esfuerzo y propagación frágil.

La región (3) corresponde al comportamiento del metal ante una eventual sobrecarga mecánica, dada por la pérdida de sección resistente del material al esfuerzo aplicado, provocando que la carga resultante sobre la sección resistente restante sea mayor, sobrepasando los límites de elasticidad del material, provocando la fractura.

A nivel macroscópico no se pueden observar detalles significativos, por lo que recién en este punto se procede al análisis fractográfico con el SEM, para poder obtener las marcas microscópicas

121

características, que son las que proporcionan la información necesaria para poder llegar a una conclusión.



FIGURA 4.7. FRACTOGRAFÍA DEL CIGÜEÑAL, 100X

En la imagen anterior se pueden observar marcas de fractura dúctil en ciertos granos de gran tamaño en la superficie de falla. Se dice que son macas de fractura dúctil puesto que se pueden observar microvacíos, casi uniformes en las superficies de esos granos, que evidencian huellas de deformación plástica. En estas huellas se puede observar una cierta dirección en el desgarre del material. La forma de los granos, alargada por la fractura, da claros indicios de propagación de fisura por coalescencia de microvacíos, y se produce finalmente el desgarre del material. Un mejor acercamiento a estas zonas se tiene en la siguiente imagen del SEM.



FIGURA 4.8. FRACTOGRAFÍA DEL CIGÜEÑAL, 1000X

En la imagen anterior se pueden apreciar claramente los hoyuelos antes descritos y la zona alrededor con características de transición entre la fractura dúctil y la fractura frágil, apariencia dada por las formas de rosetas de cuasi-clivaje. Se debe recordar que este elemento fue tratado térmicamente, de ahí la presencia de la microestructura martensítica. Para conocer detalles de la fractura frágil en la superficie de falla, se realizará un acercamiento a las regiones donde no se observa deformación plástica alguna.



FIGURA 4.9. FRACTOGRAFÍA DEL CIGÜEÑAL, 2000X

En la imagen anterior se puede apreciar muy claramente las fases restantes, que ya se conoce están presentes en este material. La zona resaltada con el número 1 tiene propiedades menos conductivas que sus alrededores, por lo que se puede inferir que se trata de la formación de algún carburo. Las fisuras superficiales en estos granos dan indicios de posteriores fracturas transcristalinas, observables en detalle a nivel microscópico.



FIGURA 4.10. FRACTOGRAFÍA DEL CIGÜEÑAL, 5000X

La superficie 2 es presumiblemente la martensita. Se observan formas puntiagudas, y un grano muy pequeño, en comparación con los granos de ferrita, evidenciados por las características de fractura dúctil en el material. Al ser tratado térmicamente, el grano no logra
reformarse por completo, por lo que queda de apariencia brusca y alargada, como se observa en la figura anterior. Nótense los carburos formados y fisurados.

En las imágenes anteriores se puede observar un punto muy brillante. Como la luminosidad de un punto en las imágenes de SEM está dada por la conductividad de un material, este punto puede tratarse de una incrustación de un metal más pesado, como el Níquel. Realizando un acercamiento se puede observar claramente la forma de la incrustación, y que es parte del material.



FIGURA 4.11. FRACTOGRAFÍA DEL CIGÜEÑAL, 17071X

En resumen, las características fractográficas revelan una fractura de tipo mixta: dúctil y frágil, con diferentes mecanismos de falla. La propagación se dio de forma dúctil, con regiones de transición entre fractura dúctil (microvacíos) y fractura frágil (propagación intercristalina), hasta la formación de rosetas de cuasi-clivaje (transición dúctil-frágil). Estas características son determinadas principalmente por las propiedades mecánicas del material y por la brusquedad de la falla.

### 4.2. Pistones



FIGURA 4.12. PISTÓN FRACTURADO

Para el presente estudio, se dispone de un pistón perteneciente a un motor de gran tamaño. La figura 4.12 muestra el pistón tal como fue extraído de la falla.

Lo primero en notarse es que el material del pistón es ferroso, puesto que se observa gran presencia de herrumbre. Nótese además que no está el anillo de aceite. Se observan las marcas de la inyección de combustible como quemaduras en la superficie del émbolo. Se puede decir que se trata de un motor de alta compresión puesto que la superficie del émbolo es casi plana. De esta forma, se supone que el material del pistón debe tener buena resistencia a altas temperaturas y presiones.



FIGURA 4.13. CONTORNO DEL PISTÓN

En la imagen anterior se puede observar que la forma macroscópica de la fractura es frágil. Se asume esto por presentarse una superficie con filos cortantes y deformación plástica nula.

### Metalografía

Para conocer el material del pistón, es necesario realizar el análisis metalográfico del material.



FIGURA 4.14. METALOGRAFÍA DEL PISTÓN, 100X

La imagen presenta de forma general la microestructura del material del pistón. Se trata de una fundición nodular, esferoidal o dúctil. Los círculos oscuros representan el grafito, el cual, al enfriarse la colada, toma forma de esferoides o nódulos, gracias a la adición de Magnesio. La superficie clara representa la matriz, que puede ser ferrita pura o inclusive perlita, dependiendo de si ha sido o no tratado térmicamente.

El hierro nodular es perfectamente maquinable. Los nódulos de grafito le dan la propiedad de ser autolubricante y alta resistencia a la abrasión. De esta forma, no existe adherencia de viruta a la herramienta de corte. De igual forma, tiene una elevada resistencia a la tracción, asemejándose a muchos aceros, a diferencia de que la fundición nodular es hasta un 10% más liviana que el acero. Su elevada resistencia a la corrosión lo coloca como un metal de excelente comportamiento en elementos críticos motores de combustión interna.

La fundición nodular permite ser tratada térmicamente, por lo que es necesario conocer qué fases son afectadas, así como las consecuencias en el tamaño de nódulo de grafito luego del tratamiento.



FIGURA 4.15. METALOGRAFÍA DEL PISTÓN, 500X



FIGURA 4.16. METALOGRAFÍA DEL PISTÓN, 1000X



15 μm

## FIGURA 4.17. MICROESTRUCTURA DE FUNDICIÓN NODULAR

ELEMENTO	CONTENIDO [%]
CARBONO	3.07
SILICIO	2.89
MANGANESO	0.06
AZUFRE	0.015

# TABLA 4.1. COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LA FUNDICIÓN

## NODULAR DE LA FIGURA 4.17

En la figura 4.14, se puede contabilizar un aproximado de 1600 nódulos por milímetro cuadrado, dando como resultado un diámetro medio de nódulo de entre 10 y 15 µm en toda la muestra, como puede verse en la figura 4.16, con mayor magnificación. Si se compara esa estructura con la imagen 4.17, obtenida del Manual de Metalografía y Microestructura de ASM, se puede tener un aproximado del contenido de carbono del material del pistón.

De esta composición química se pueden rescatar dos datos importantes. Primero, el contenido de carbono, que, junto con el tratamiento térmico, va de la mano con el tamaño de nódulo del material. Segundo, el contenido de manganeso, que es el elemento aleante que determina el tipo de matriz que se desea obtener. El manganeso tiene gran afinidad por el carbono y el azufre, por ende, tiene gran facilidad de formar carburos y sulfuros. La formación de carburos de hierro acelera la reacción eutectoide, haciendo posible la formación de la fase perlita en la microestructura de un metal ferroso.

En el caso de la imagen anterior, se puede observar la matriz casi enteramente ferrítica (F), a excepción de una cuantas marcas de perlita (P), cementita (C) y ledeburita (L), fases que se presentan

133

comúnmente en aceros o fundiciones que han sido sometidas a un tratamiento térmico. En el caso de la muestra del presente proyecto, se observa una matriz uniforme, sin huellas de fragilidad, por la no presencia de marcas puntiagudas o aciculares. Se puede presumir que se trata de una fundición nodular de contenido de carbono cercano al 3%, por el tamaño de los nódulos. Por la aplicación del material para requerimientos de alta resistencia al desgaste, se puede suponer que ha sido tratado térmicamente, obteniéndose una matriz mayormente perlítica, de tal forma que permite el temple y el revenido del material para obtener buena resistencia al desgaste y tenacidad.

En la siguiente figura se muestra el resultado del análisis EDS del material del pistón. Es necesario acotar que para poder obtener lectura del instrumento, fue necesario realizar el análisis EDS en modo bajo vacío, puesto que el grafito absorbía la carga y el material se comportaba como no conductivo. Al absorber carga, no hay comportamiento elástico del haz electrones, por lo que el detector no muestra suficientes CPS (conteos por segundo). Al trabajar en bajo vacío, el haz de electrones y los electrones emitidos por la muestra ionizan el gas en la cámara, neutralizando la carga electrostática de la superficie de la muestra. Así, se puede

tener las lecturas de los rayos X característicos de los elementos presentes.

Nótense los picos característicos de carbono y silicio en la región analizada. La formación de los nódulos y la casi nula presencia de carburos se logran en parte gracias al silicio, que ayuda a la grafitización, o nodulización, del carbono libre en la solución sólida.

De igual manera, obsérvese el pico a la izquierda del pico grande de Fe. Pese a no estar marcado en el gráfico, podría representar al Manganeso, el cual podría estar en sulfuros y carburos disueltos.



FIGURA 4.18. ESPECTRO ELEMENTAL – PISTÓN

La primera impresión de la superficie de falla del pistón es de aparente fractura frágil. A nivel macroscópico se pueden observar filos y puntas pronunciadas en el elemento fracturado, dando indicios de poca o nula deformación plástica, como se puede observar en las siguientes imágenes.



FIGURA 4.19. ZONA FRACTURADA DEL PISTÓN

Las zonas marcadas presentan marcas características de diferentes tipos de fractura. Se puede observar una superficie brillante, con varios extremos puntiagudos, como si una capa de material se hubiera desprendido bruscamente de aquella zona. De igual forma, se puede apreciar una zona plana, dando indicios de fractura frágil a nivel macroscópico.



FIGURA 4.20. INTERIOR DEL PISTÓN

En la figura anterior se aprecia el contorno fracturado del elemento permite formar la hipótesis de la fragilidad de la fractura, lo cual resulta lógico puesto que la fundición nodular, pese a tener características microscópicas dúctiles, a nivel macroscópico tiene un porcentaje de elongación cercano al 5%, por lo que no se podría esperar deformación plástica significativa. Además, se puede observar que el alojamiento del bulón fue completamente arrancado, dejando una superficie brillante, indicativa de fractura frágil. A partir de esta observación se puede decir que la fractura ocurrió de forma brusca.



FIGURA 4.21. FRACTOGRAFÍA DEL PISTÓN, 45X

La imagen anterior permite observar la superficie de falla. A este nivel de acercamiento se empiezan a observar las primeras diferencias. Se puede apreciar una superficie plana, de características rugosas, y uniforme en toda su extensión. Se pueden observar los nódulos de grafito, como pequeños puntos negros en la superficie de falla.



FIGURA 4.22. FRACTOGRAFÍA DEL PISTÓN, DETALLE DE FISURA, 100X

En la imagen anterior se puede observar una fisura alrededor de la cual no existen indicios de propagación. Las marcas son uniformes en toda la superficie, y únicamente se ven interrumpidas por la fisura. Esto descartaría cualquier hipótesis de fatiga o esfuerzo cíclico en esta parte del elemento. Esta fisura puede ser considerada secundaria.

A breves rasgos, se pueden observar dos detalles importantes. En primer lugar, la presencia de microvacíos en la superficie de falla, característica típica de fractura dúctil. Estas regiones son observables en la matriz. Y en segundo lugar, el hecho de observar los nódulos de grafito en la superficie, y sendos nódulos arrancados de su alojamiento, da pistas acerca de un tipo de fractura mixta.



FIGURA 4.23. MARCAS DE CUASI-CLIVAJE EN EL PISTON,

AUMENTO: 1000X

La imagen anterior muestra un mayor acercamiento a la superficie de fractura, descrita como intercristalina. Se puede observar con claridad la presencia de rosetas de cuasi-clivaje y algunos microvacíos.

En un concepto microscópico, la superficie de fractura es dúctil. La matriz presenta deformación plástica. En un concepto macroscópico, la fractura es indudablemente frágil, observada en la poca deformación plástica de la superficie de falla. La fragilidad de la falla viene dada por la presencia del grafito, que al desgarrarse y soltarse de la matriz, le da fragilidad al material.

### 4.3. Camisas

En el presente estudio, se han observado cuatro diferentes camisas, de distintas dimensiones. A medida que se realizan los análisis, se podrán ir comprendiendo los mecanismos de falla.

### Metalografía

Las siguientes imágenes describen las muestras metalográficas de las cuatro camisas que se estudiaron, con aumento de 100X y 500x

141

para poder comparar los tamaños de grano, tipos y similitudes entre las microestructuras con las presentadas en el Manual de Metalografía y Microestructura de ASM.



FIGURA 4.24. METALOGRAFÍA DE LA CAMISA 1, 100X



FIGURA 4.25. METALOGRAFÍA DE LA CAMISA CAMISA 1, 500X



FIGURA 4.26. METALOGRAFÍA DE LA CAMISA CAMISA 2, 100X



FIGURA 4.27. METALOGRAFÍA DE LA CAMISA CAMISA 2, 500X

Hasta aquí se puede evidenciar que ambas camisas son del mismo material. Las microestructuras, los tamaños de grano a los mismos aumentos y las longitudes de las hojuelas son muy parecidos. La población de hojuelas en la sección observada y la forma de las mismas no muestran diferencia alguna, puesto que la disposición es idéntica. La diferencia de colores no representa diferencia en material, sino diferentes parámetros de observación en el SEM, como variaciones de contraste y brillo.



FIGURA 4.28. METALOGRAFÍA DE LA CAMISA CAMISA 3, 100X



FIGURA 4.29. METALOGRAFÍA DE LA CAMISA CAMISA 3, 500X

En las imágenes anteriores se puede apreciar un tamaño de grano mayor, en comparación a las dos primeras camisas. Las hojuelas oscuras son más largas y rectas que los dos casos anteriores. Posiblemente, la diferencia en tamaño y forma de grano viene dada por un tratamiento térmico, pero esa información se la podrá conocer con mayor certeza al analizar la fractura de estos elementos.



FIGURA 4.30. METALOGRAFÍA DE LA CAMISA CAMISA 4, 100X



FIGURA 4.31. METALOGRAFÍA DE LA CAMISA CAMISA 4, 500X

Sin lugar a dudas el material de las cuatro camisas es fundición gris. La microestructura típica de una fundición gris es de hojuelas de grafito caracterizadas por su forma alargada e irregular, orientadas en grupos; y todo en una matriz ferrítica/perlítica.

Las camisas 1, 2 y 4 aparentemente fueron tratadas térmicamente. La fundición gris permite ser tratada térmicamente de igual forma que un acero principalmente por el constituyente de su matriz, una fase de ferrita o perlita a temperatura ambiente. También gracias a la resistencia del grafito a los cambios de temperatura significativos. Esta resistencia a la temperatura permite que el grafito no pierda sus propiedades después del tratamiento térmico. Las hojuelas o láminas de grafito de la fundición gris varían su forma, ya sea curvándose, encogiéndose o juntándose, formando pequeños grupos que tienen apariencia de nódulos amorfos, para ajustarse a los límites de grano. Al templarse el material, los granos se encogen, permitiendo que el grafito se disperse más al existir mayor cantidad de límites de grano.

Una observación más profunda de las hojuelas de grafito, permite apreciar las formas muy finas de las mismas, sobre todo en la camisa 3. De igual forma, en los ejemplares de menor tamaño de grano, se observa que las ramificaciones de hojuelas tienden a cruzarse entre sí. Esto se conoce como distribución interdendrítica. Esto se presenta cuando el contenido de Silicio y de Carbono es mayor. De esta forma, el agente grafitizante, el Silicio, permite que mayor cantidad de carbono pase a formar hojuelas de grafito.

Una razón para que se pueda tener una matriz en su mayoría ferrítica es la presencia de Silicio en la aleación. El Si, aparte de facilitar la formación del grafito, previene la formación de carburos. De esta forma, el carbono que se encuentra libre se asocia entre sí formando una estructura estable como lo es el grafito.



FIGURA 4.32. ESPECTRO ELEMENTAL – CAMISAS 1, 2 Y 4

En el análisis EDS se puede observar la presencia importante de Silicio. De ahí se puede decir con certeza que la matriz es mayormente ferrita. El relativamente bajo contenido de carbono, sumado al silicio, permite que todo el carbono se convierta en grafito. Es decir, muy poca probabilidad de hallar cementita, o alguna fase de mayor contenido de carbono. De igual forma hay un ligero contenido de Fósforo, que se puede considerar una impureza.



FIGURA 4.33. ESPECTRO ELEMENTAL – CAMISA 3

En la imagen anterior se puede apreciar claramente el alto contenido de carbono y de silicio en la muestra. Si se revisan las imágenes de la metalografía la camisa 3, se puede observar la formación de hojuelas muy largas y de mayor tamaño que los otros ejemplares. Teniendo como antecedente la interpretación del análisis EDS, se podría atribuir la microestructura característica de esta muestra a la composición química del material, mas no a un posible tratamiento térmico.

En el estudio de la fractografía de las camisas de motores de combustión interna, es fácil darse cuenta de que las características de las fallas son muy similares, puesto que las camisas son de igual tipo, camisas húmedas, y del mismo material.



FIGURA 4.34. FISURA VISIBLE CAMISA 1

En la foto anterior se puede observar muy claramente una línea de fractura longitudinal en toda la camisa. Esta fractura tiene su origen en los poros de la parte superior, como se detalla en la siguiente imagen.



FIGURA 4.35. FORMA DE PROPAGACIÓN DE FRACTURA EN LAS CAMISAS 1 Y 2

Asimismo, la fractura se propaga de forma longitudinal en toda la camisa, hasta alcanzar el extremo inferior, en donde se reduce el espesor del elemento. La camisa no se parte por estar confinada al interior del cilindro. La falla en las camisas es detectada una vez que se nota un consumo excesivo de aceite del motor, y por la presencia del lubricante en el radiador. Los fluidos de refrigeración y de lubricación se mezclan, provocando deficiencias en ambos sistemas.



FIGURA 4.36. FRACTURA COMPLETA CAMISA 1

Los poros que se observan en la siguiente imagen se originaron por cavitación. Al encontrarse la superficie de la camisa en contacto con el fluido refrigerante, y éste al experimentar cambios bruscos de temperatura y de presión, se producen los efectos de la cavitación en la superficie de la camisa. Al desprenderse el material y formarse poros, el continuo esfuerzo longitudinal al que se somete la camisa origina la fractura por propagación de poros.



FIGURA 4.37. PRESENCIA DE POROS EN LA CAMISA 3

La camisa 4 tiene características de fractura muy diferentes a los otros tres. La región de fractura tiene clara apariencia frágil a nivel macroscópico, posiblemente debida a una sobrecarga mecánica instantánea, como puede ser el impacto producido por la falla de un elemento en contacto con la misma.



FIGURA 4.38. ZONA DE FRACTURA CAMISA 4

La fractura en este elemento se produjo en el PMI (Punto Muerto Inferior) de la carrera del pistón. En la imagen se ve la camisa orientada de forma contraria a cómo va ensamblada en el interior del motor.



FIGURA 4.39. ACERCAMIENTO A LA FRACTURA, CAMISA 4

Aquí cabe acotar que el pistón que se estudió previamente en el presente capítulo, encaja perfectamente en esta camisa, por lo que las fallas de ambos elementos podrían estar relacionadas, por quizás pertenecer al mismo motor.

El siguiente paso es el estudio de las superficies de falla de cada camisa. Para esto, se extrajeron muestras de las zonas que presentan mayor cantidad de detalles e información relevante, para poder ser analizadas con el SEM y sus herramientas.

La superficie de falla de los ejemplares 1 y 2 tienen dos características visibles importantes, dadas por las dos fases

constituyentes de sus microestructuras: la ferrita y el grafito. Estas características son la ductilidad de la ferrita y la obvia fragilidad del grafito, ambas presentes en la superficie de falla.



FIGURA 4.40. FRACTOGRAFIA CAMISA 1, 400X

En la imagen anterior se puede observar la diferencia fractográfica entre las dos fases. La ferrita muestra claramente la formación de rosetas de cuasiclivaje en su superficie de fractura. Esta formación se produce por la aparente ductilidad que presenta esta fase al momento de fracturarse. Se puede decir aparente porque dada la presencia del grafito, a nivel macroscópico es muy limitada la deformación plástica del material.



FIGURA 4.41. FRACTOGRAFIA CAMISA 1, 1063X

Al acercarse más, se ve la fractura frágil en el grafito. Se observa una fractura a través de un plano cristalográfico, con cero deformaciones plásticas. Alrededor de la hojuela de grafito se observan hebras de ferrita, como pequeñas hilachas formadas por el desgarre del material justo en el límite entre la región dúctil y frágil. A un aumento de 10000x es muy fácil observar esto. La excelente imagen a continuación muestra la transición de fases del material, y permite observar ambos tipos de fractura en este elemento.



FIGURA 4.42. FRACTOGRAFIA CAMISA 1, 10000X

Anteriormente ya se explicó que los ejemplares 1 y 2 son iguales, en lo que respecta a materiales y características macroscópicas de falla. La única diferencia radica en que el ejemplar 1 fue el que se fracturó, mientras que le ejemplar 2 únicamente mostraba los poros en su superficie producidos por la cavitación del fluido refrigerante.



FIGURA 4.43. FRACTOGRAFIA CAMISA 2, 47X

La imagen anterior detalla la forma de un poro ocasionado por cavitación, y su posterior corrosión. Este tipo de poros son los que originan una falla como la ocurrida en la camisa 1. Se puede observar el desprendimiento del material, en forma de huecos, provocados por burbujas de vapor de varios tamaños.



FIGURA 4.44. FRACTOGRAFIA CAMISA 2, 180X

En la imagen anterior, se puede observar una superficie de fractura con evidente deformación plástica. Se han formado microhuecos, originados por el desprendimiento brusco y paulatino de material de la superficie del elemento. Esto y las condiciones de trabajo, contribuyen a la propagación del poro y la posterior fisura del elemento, como se observó en la camisa 1.


FIGURA 4.45. FRACTOGRAFIA CAMISA 2, 1600X

Luego de la deformación plástica, el material es muy proclive a la corrosión. Un metal empieza a corroerse donde se deformó plásticamente, y a eso se debe añadir el ambiente húmedo y caliente en el cual trabaja este elemento. Se puede observar la formación de una capa frágil de óxido sobre los microvacíos, que puede ser identificada en la imagen anterior como la superficie de coloración oscura y con ligeras fisuras en su superficie.



FIGURA 4.46. FRACTOGRAFIA CAMISA 2, 3000X

De igual manera, al continuar explorando esta superficie de falla, se puede observar una región en la que se presentan innumerables dendritas, muy pequeñas, como se ve en la figura 4.46. Se descarta que estas hojuelas sean de grafito, puesto que el brillo de la imagen indica que éstas deben ser de un material más conductivo, como lo es el hierro de la matriz ferrítica.

Un acercamiento permite observar gran cantidad de las mismas hojuelas brillantes. Estas hojuelas son producto un micro-temple del material, debido al mismo efecto del contacto de la superficie del elemento con el fluido refrigerante. El mismo fluido, a menor temperatura, enfrió súbitamente el material, produciendo un punto de martensita, de una dimensión aproximada de 50 µm de diámetro.



FIGURA 4.47. FRACTOGRAFIA CAMISA 2, 10599X

Las siguientes imágenes detallan porosidades producidas en la superficie externa de la camisa, provocadas por cavitación, las mismas que pueden observarse inclusive a simple vista.



FIGURA 4.48. FRACTOGRAFIA CAMISA 3, 47X



FIGURA 4.49. FRACTOGRAFIA CAMISA 3, 186X

Se observa claramente que al desprenderse el material, en la cavidad dejada hay gran cantidad de grafito. La fragilidad de esta fase permite que el material se desprenda con facilidad. De ahí que este elemento es particularmente más frágil que los antes estudiados, pese a observarse muy claramente huellas de cierta deformación plástica en las regiones de ferrita, observada como rosetas de cuasi-clivaje, propias de esta matriz dúctil.



FIGURA 4.50. FRACTOGRAFIA CAMISA 3, 1000X

Al observar la imagen anterior, no hay dudas que la matriz es enteramente ferrítica. En contraste con superficies de falla observadas anteriormente, en las cuales también existía ferrita, ésta tiene la particularidad de evidenciar deformación plástica casi en su totalidad. De igual forma, se observa la fragilidad de la fractura del grafito. Un acercamiento permite observar mayor detalle de estos límites de grano.



FIGURA 4.51. FRACTOGRAFIA CAMISA 3, 4000X

En la imagen anterior se pueden observar las características de fractura de los límites de fase entre la ferrita dúctil y el grafito. El material se desgarra de forma semi-dúctil, evidenciado en las rosetas observadas en la superficie. Una vez que la propagación de la falla llega al límite de grano, el material se arranca súbitamente, por encontrarse con un micro-concentrador de esfuerzo. De esta forma, se evidencian nuevamente las marcas de desgarre, como deshilachado, en la fase metálica del material.

El caso de la camisa 4 se observa a continuación.



FIGURA 4.52. FRACTOGRAFIA CAMISA 4, 49X

La zona de fractura macroscópica es frágil. Se puede notar la continuidad de la falla en un solo plano. Un acercamiento muestra características muy similares a las camisas 1 y 2. La diferencia es la mayor fragilidad con la que falló el grafito, y la menor deformación plástica en los granos de la matriz. No se observan las hilachas de ferrita que se presentaban en los casos anteriores. La fractura en general puede considerarse 100% frágil.



FIGURA 4.53. FRACTOGRAFIA CAMISA 4, 2000X

En general, las características de falla de las cuatro camisas son muy similares, en lo que respecta a fragilidad macroscópica y cierta ductilidad a nivel microscópico. Tres de ellas fallaron por cavitación, y la cuarta falló por impacto externo de otro elemento, ya que la forma de la fractura macroscópica no tiene nada que ver con la dirección del esfuerzo al que está sometida la camisa en las condiciones normales de trabajo.

#### 4.4. Bielas

Para la presente Tesis, se cuenta con una biela con cepos empernables en diagonal y de sección "I". La biela se muestra en la siguiente imagen.



FIGURA 4.54. BIELA OBJETO DE ESTUDIO

A breves rasgos, es más probable que se trate de un acero, puesto que se puede observar muy claramente, en la imagen anterior, que hay un nivel moderado de corrosión, uniforme en toda la superficie exterior de la biela.

Además, al extraer la muestra, se confirmó que se trata de un material muy ferromagnético, puesto que toda la limalla permaneció adherida al perno al ser cortado el material, como se observa en la siguiente figura.



FIGURA 4.55. BIELA DE MATERIAL FERROMAGNETICO

La primera observación metalográfica se realizará a un aumento de 100X, de tal forma que sea fácilmente comparable en el Manual de Metalografía y Microestructura de ASM.



FIGURA 4.56. METALOGRAFÍA BIELA, 100X

Se podría confirmar la hipótesis de que se trata de un acero, puesto que se observa en la microestructura una matriz constante en conductividad, sin presencia de marcas de baja conductividad, como el grafito en las fundiciones. Para poder confirmar si existe la presencia de alguna otra fase, o si existe la presencia de algún carburo, se experimenta realizando un aumento mayor, de 1000X. De esta forma, se puede confirmar si este elemento presenta tratamiento térmico alguno, puesto que no hay visibilidad de granos a 100X.



FIGURA 4.57. METALOGRAFÍA BIELA, 1000X

Se pueden observar pequeños granos de una fase menos conductiva que la matriz. Es muy claro también que esta muestra es de un acero que fue tratado térmicamente. Es muy probable que haya sido templado y revenido para obtener tenacidad, conservando la alta resistencia. La siguiente imagen, tomada del

Manual de Metalografía y Microestructura de ASM, presenta una microestructura idéntica.



Fig. 6 Microstructure of a 0.06% C steel with various morphologies of cementite. (a) Massive carbides. (b) Medium-sized carbides. (c) Small, dispersed carbides. 4% picral etch. 1000×

### FIGURA 4.58. METALOGRAFÍA DE UN ACERO AL 0.06% DE C

La anterior imagen representa la microestructura de un acero al 0.06% de carbono, casi 100% ferrita. Si se compara la microestructura de la biela, es fácil observar gran parecido con la imagen (c), la cual presenta carburos dispersos en la microestructura. Este carburo es cementita. Estos carburos son observables dada su menor conductividad, por la mayor presencia de carbono. En la figura 4.56 no es posible observar los límites de grano puesto que éstos están constituidos principalmente de perlita, cuya conductividad es casi idéntica a la de la ferrita.

La biela objeto de estudio no muestra fracturas que puedan ser consideradas para el estudio de algún patrón de falla. Es por eso que el estudio se limitará a sendas huellas de apariencia dúctil en la superficie del elemento, como la de la figura 4.59; las cuales pudieron haber sido causadas por golpes.



FIGURA 4.59. MARCA DE GOLPE EN LA BIELA

En la siguiente imagen se puede observar la región del golpe sobre la biela. Nótese la forma suave de la muesca, sin puntas ni filos pronunciados, ni siquiera a nivel microscópico. Inclusive a este bajo aumento es posible observar microvacíos, de gran tamaño, sugiriendo un tipo de falla dúctil.



FIGURA 4.60. ACERCAMIENTO AL GOLPE EN LA BIELA, 85X



FIGURA 4.61. FRACTOGRAFÍA DE LA BIELA, 206X



FIGURA 4.62. FRACTOGRAFÍA DE LA BIELA, 500X

En las imágenes anteriores se confirma la teoría de fractura dúctil en la biela. Se puede observar la marca de desgarre en la figura 4.61, y al mismo tiempo en toda la superficie se observan microhuecos, típicos de una superficie de fractura dúctil. En el acercamiento a la zona de fracura observado en la figura 4.67 se puede constatar la forma y disposición de los microhuecos. Para poder generalizar, se ha buscado un eje de transmisión, que no proviene de un motor de combustión interna, pero que sí ha fallado por concentración de esfuerzos y propagación de fisura por fatiga y finalmente fractura frágil.



FIGURA 4.63. VISTA GENERAL EJE FRACTURADO

El eje está continuamente sometido a cargas de torsión, además de la carga de flexión debida a su propio peso. El momento torsor que se aplica sobre el eje origina un esfuerzo cortante proporcional y con dirección tangente a la circunferencia de giro del eje (tangencial a la sección transversal del eje, perpendicular al radio). A eso debe sumársele un esfuerzo cortante de menor magnitud debido a la carga de flexión y un esfuerzo de flexión. Hasta ahí se tienen esfuerzos dirigidos en los tres ejes coordenados, únicamente se requiere un concentrador de esfuerzos para que se cumpla la condición de estado triaxial de esfuerzos, que originan una falla.

El chavetero en sí es un concentrador de esfuerzos, ya que consiste en un cambio brusco en la sección transversal del eje, pero no es considerado de tanta importancia ya que en el momento en que el eje se encuentra operando, está colocada la chaveta o seguro contra giro, la cual ocupa el espacio extraído en el chavetero. Pero sí se considera importante el hecho de que existan esas marcas de mecanizado, que ahora se pueden llamar entalladuras, como las que se observan en el siguiente acercamiento.



FIGURA 4.64. ZONA DE FRACTURA DEL EJE

Se puede observar además que el eje justamente se fractura en un punto en que hay un pedazo de material arrancado. Es muy probable que este defecto haya ocurrido antes de la fractura, ya que al realizarse las tareas de mantenimiento de los ejes, los operadores tienen la mala costumbre de extraer las chavetas con cinceles y combos, es decir, a punta de golpes, lo cual debilita el material. Primero, si no es golpeado adecuadamente, es muy probable que el cincel golpee el material del eje y no la chaveta, lo cual puede haber ocurrido en este caso. Siendo así, aquel agujero y el pedazo de material arrancado consisten en un concentrador de esfuerzo importante debido a sus dimensiones.



FIGURA 4.65. HUELLA DE DESGASTE POR FRICCIÓN

Nótese que esta huella de desgaste no se encuentra sobre el chavetero, por lo que es una condición de concentración de esfuerzo que debe añadírsele a lo previamente establecido. Todo cambio en la sección transversal de un elemento mecánico giratorio se considera un concentrador de esfuerzo, por lo que hasta el momento ya puede formarse la idea de que la falla pudo haberse dado por fatiga.

## Metalografía



FIGURA 4.66. METALOGRAFÍA EJE, 100X

Para tener una idea de qué material se está observando, se compara con la siguiente imagen obtenida del Manual de Metalografía y Microestructura de ASM. La misma corresponde a un acero de bajo carbono cuya superficie no ha sido atacada químicamente.



Fig. 30 A decarburized UNS G10100 steel sheet showing (a) comet tails from improper polishing and (b) the true microstructure. A comet tail is produced when inclusions (manganese sulfides) are pulled from the surface of the specimen. As-polished. 100×

FIGURA 4.67. COMPARACIÓN CON HANDBOOK

De la información que provee la ilustración, se tiene la hipótesis de que se trata de un acero AISE SAE 1010. Es un acero al carbono con un contenido aproximado de 0.10% de C.

Lo primero que es fácil observar en las imágenes del SEM, es la similitud en la disposición de los granos de lo que aparentemente es cementita, muy dispersa y en poca cantidad. La matriz es claramente ferrosa.



FIGURA 4.68. METALOGRAFÍA EJE, 500X



FIGURA 4.69. METALOGRAFÍA EJE, 2000X

En las dos imágenes anteriores se puede observar la forma de los granos de cementita. Tienen forma regular, y son muy pequeños, miden apenas 20 µm en promedio. Además, en el acercamiento realizado en la figura 4.74, se puede observar la forma del grano de la matriz. Sin lugar a dudas se trata de una matriz constituida de tres fases: ferrita, perlita lamelar y martensita. La ferrita se observa como las superficies lisas en la matriz. Nótese la apariencia rugosa y acicular de los otros granos. En estos granos la martensita y la perlita se pierden. Se las diferencia por la forma típica de líneas paralelas de la perlita lamelar, como se muestra en la figura 4.74, y la forma arrugada y acicular de la martensita, casi no apreciable, puesto que es muy escaso y poco probable, por ser no deseada, en elementos de acero de bajo contenido de carbono. De todas maneras es de esperar que se encuentre martensita en la microestructura, puesto que hay abundante perlita, y tras ser templado y revenido, algunos granos del material permanecen en estructura martensítica.



Fig. 40 Microstructure of a dual-phase steel showing islands of martensite and pearlite in a ferrite matrix. An island of pearlite is circled in (a) and shown at high magnification in (b). 4% picral etch. (a) 1000×. (b) A surface replica at 4970×

### FIGURA 4.70. SIMILITUD CON MICROESTRUCTURA DEL EJE



Fig. 2 Microstructure of plain carbon UNS G10150 steel showing equiaxed ferrite grains with pearlite islands. 4% picral + 2% nital etch. Original magnification 200×

### FIGURA 4.71. MICROESTRUCTURA DE ACERO AISI SAE 1015

Para tener una idea de cómo sería la microestructura de este material, se tienen las figuras 4.75 y 4.76 tomadas del Manual de Metalografía y Microestructura de ASM. Las mismas representan microestructuras de aceros de bajo carbono, con matriz rica en perlita y con presencia de cementita. El espectro elemental obtenido para este elemento se describe en el siguiente gráfico.



FIGURA 4.72. ESPECTRO ELEMENTAL – EJE

La principal observación de la caracterización química del material del eje es la abundancia del hierro, observada en sus picos característicos. El carbono está presente en muy bajo porcentaje. Como ya se vio, el contenido oscila entre el 0.10% y 0.15%, por lo que no es cuantificado correctamente por el EDS. No hay más picos notables, por lo que puede establecerse con seguridad que se trata de un acero con 0.10-0.15% de Carbono.

Observando la superficie de fractura del elemento, se pueden notar simple vista las huellas de una falla por fatiga. En las cercanías del alojamiento del seguro contra giro se puede observar una región brillante, como se muestra en la siguiente figura.



FIGURA 4.73. VISTA DE LA ZONA DE FRACTURA

Esta zona falló de forma más abrupta que el resto del elemento. La fractura en esa región tiene características transcristalinas.

Igualmente, se puede observar la dirección de propagación de las marcas de playa, de izquierda a derecha en la imagen, hasta terminar en una zona rugosa, de desgarre, en la parte derecha de la superficie detallada en la imagen. En esta zona, la sección transversal del elemento, ya reducida por la propagación de la falla, no resiste más el esfuerzo de trabajo, y el elemento falla por sobrecarga, provocando el desgarre de los granos y la propagación frágil. Algunas zonas no fallan en el mismo plano de propagación de las marcas de playa, y tienen características diferentes, como lo que se mencionó al inicio. Estas zonas pueden ser menos resistentes al esfuerzo de trabajo y fallan de forma más brusca que otras, produciéndose esa diferencia entre zonas rugosas y zonas brillantes.

En la siguiente secuencia de imágenes, se observan las características de la superficie de fractura del eje de transmisión. Para analizar en el SEM, se ha seleccionado una superficie que tiene gran cantidad de detalles, principalmente dos tipos de marcas que resaltan a nivel microscópico: marcas de fatiga y de desgarre frágil.



FIGURA 4.74. MARCAS DE PLAYA, 46X

En la imagen anterior se pueden observar a bajo aumento las marcas de playa, mostrando la propagación de la falla por fatiga del eje. Estas marcas nacen en un concentrador de esfuerzo, como las marcas de desgaste mostradas en figura 4.65 y se propagan por la sección transversal del elemento, reduciendo la resistencia del mismo por reducción de área resistente. De ahí que el elemento falla por sobrecarga mecánica, originada por una fisura externa, concentrador de esfuerzos, y se propaga por fatiga.



FIGURA 4.75. ZONA DE DESGARRE, 46X

Una vez que el material empieza a ceder, se produce un cambio en el tipo de propagación. Ahora el material empieza a desgarrarse, en este caso de forma intergranular. Nótense la superficie ondulada, rugosa sobre las marcas de playa. En este punto ya se puede reconocer la fisura, la separación del material en dos planos diferentes (las dos superficies de fractura).



FIGURA 4.76. FRACTOGRAFÍA DEL EJE, 500X

Un ligero acercamiento a la zona rugosa, empieza a mostrar gran cantidad de detalles. Se empiezan a notar las diferentes formas en que han fallado los granos del material. Por tener abundante ferrita, se observan granos que tienen características de fractura dúctil, como microvacíos en la región A, y marcas de transición dúctilfrágil, como rosetas de cuasiclivaje en la región B.



FIGURA 4.77. FRACTOGRAFÍA DEL EJE, 5000X

La imagen anterior corresponde a una región con alta presencia de ferrita, la misma que tiene una singular marca de perlita. Es muy claro observar los microhuecos y las crestas muy suaves en la superficie de fractura. La perlita está casi escondida, pero es fácil reconocerla por sus líneas características. La región marcada con la letra A corresponde a la perlita presente en el material del eje de transmisión. Es notorio que posterior a la fractura, la perlita se conserva idéntica, no se deforma de la misma forma que la ferrita.

## 4.6. Engranajes

Los siguientes casos de estudio corresponden a dos engranajes que muestran fracturas en sus dientes. En la siguiente imagen se muestra el engranaje 1, un engranaje de tipo helicoidal, con las fracturas en tres de sus dientes.



FIGURA 4.78. VISTA GENERAL DEL ENGRANAJE 1

La siguiente imagen corresponde a una vista frontal del engranaje 2, de diente recto, fracturado en varias partes, del cual se rescató la porción mostrada, por presentar gran cantidad de marcas características.



FIGURA 4.79. VISTA GENERAL DEL ENGRANAJE 2

# Metalografía

Los respectivos estudios metalográficos de los engranajes antes mostrados se realizan siguiendo los mismos parámetros empleados en el estudio de los elementos anteriores, a excepción del modo de detección en el SEM.

En la siguiente imagen se ilustra la superficie pulida de la muestra del engranaje 1, como se observa en el SEM.



FIGURA 4.80. IMAGEN DualBSD A 1000X

El cigüeñal, el pistón, las camisas, la biela y el eje de transmisión fueron observados en modo DualBSD, es decir, como se explica en el capítulo 1, empleando un modo en que la imagen obtenida es una combinación de la detección de SE y BSE. Esto permite no sólo observar contraste de número atómico por diferencias en conductividad, sino también una combinación con el detalle de la superficie. En la figura anterior es muy poco observable la diferencia entre matriz y fases, inclusive a gran aumento. No se observan límites de grano, y es difícil decir si los puntos negros corresponden a impurezas o si se trata de escoria, fases, carburos, etc. Es por esta razón, que el análisis metalográfico de los engranajes se realiza empleando la totalidad de la detección de BSE.



FIGURA 4.81. METALOGRAFÍA ENGRANAJE 1, 100X

La imagen anterior muestra la microestructura del material del engranaje 1, empleando el modo de detección de BSE. La primera impresión se tiene es el gran parecido que tiene con la microestructura del eje de transmisión ya estudiado. Se podría decir que se trata de un acero de similares características, en lo que a composición química se refiere.



FIGURA 4.82. METALOGRAFÍA ENGRANAJE 1, 500X

A un mayor aumento, son más evidentes los granos de cementita en la matriz aparentemente ferrítica. Se puede afirmar que el material del engranaje 1 es un acero de bajo carbono, o un acero forjado.


FIGURA 4.83. METALOGRAFÍA ENGRANAJE 2, 100X

La imagen anterior describe la microestructura del ejemplar 2. De igual manera, se observan los granos de cementita, algunos más grandes que la muestra anterior. El contenido de carbono de este elemento es ligeramente mayor que el anterior. No es posible observar los límites de grano, las líneas de perlita o la formación de martensita puesto que, por más que se haya atacado químicamente con Nital al 2%, no se pueden apreciar diferencias en color, por ser imagen electrónica, ni alto relieve, como el observado en el cigüeñal y en el eje, por ser imagen BSE.



FIGURA 4.84. METALOGRAFÍA ENGRANAJE 2, 500X

La forma un tanto irregular de los granos de cementita, algunos granos alargados, dan pista de un tratamiento térmico. La posible descarburización del acero por la alta temperatura pueden contribuir a la formación de células más pequeñas de cementita, distribuidas uniformemente en el material. Al revenirse el material, el mismo no alcanza la temperatura adecuada para que los carburos se disuelvan en la matriz, y los mismos permanecen como pequeños puntos en la microestructura. La matriz se ahora es más tenaz, y la

presencia de la cementita le da cierta dureza, pero prevalece la tenacidad.

Lo que sí no se podría explicar con exactitud a partir de la observación metalográfica, es la presencia de varios granos oscuros de gran tamaño en las microestructuras. Se podría decir que se trata de pequeñas inclusiones de escoria lo cual, seguido de las características antes mencionadas, puede dar indicios de que el material es hierro forjado. Nótese que ambos elementos presentan muy pocas marcas de corrosión en sus superficies, y el ejemplar 1 hasta presenta una coloración negra muy característica. Esto indica que ambos ejemplares pasaron por un tratamiento superficial.

La diferencia entre el contenido de carbono de estas dos muestras es mínima. Ambos elementos son aceros de bajo carbono, como lo muestra el espectro elemental.



FIGURA 4.85. ESPECTRO ELEMENTAL – ENGRANAJES

De esta forma se establece como material de los engranajes, un acero forjado de bajo carbono, con un máximo aproximado de 0.2% de carbono, tratado térmicamente, para conservar la tenacidad del núcleo del diente, y obviamente con tratamiento superficial previo al tratamiento térmico.

## Fractografía

En el estudio del mecanismo de falla de los engranajes, se debe recordar el tipo de carga a la que están sometidos, para poder tener una idea de los posibles orígenes de fisuras y su posible dirección de propagación.

La carga principal que provocaría una falla en un engranaje es el impacto lateral sobre el diente, es decir, una carga tangencial a la circunferencia del engranaje. De esta forma, se espera observar una superficie de falla con marcas de propagación de la fisura en dirección transversal al diente.

La siguiente figura muestra a nivel macroscópico la zona de fractura elegida para el estudio del engranaje 1. Se puede observar una superficie que presenta cierta deformación plástica. Una protuberancia en el centro de la superficie de fractura indica una falla muy similar al tipo copa-cono.



FIGURA 4.86. VISTA DE DIENTE FRACTURADO

En la vista de la imagen anterior la principal interrogante es dónde se inició la fractura. Aparentemente no existen concentradores de esfuerzo externos. No existen marcas de playa que puedan dar indicios de fatiga y tampoco es posible observar superficie brillantes que den pauta de fractura frágil transcristalina.



FIGURA 4.87. FRACTOGRAFÍA ENGRANAJE 1, 32X

La imagen anterior describe un acercamiento a la superficie del diente roto antes mostrada. Se pueden apreciar principalmente dos fisuras internas. Empieza a tomar forma la idea de las incrustaciones de escoria del hierro forjado, las cuales resultan ser fallas metalúrgicas internas del material. Ante una carga cíclica como la que recibe un engranaje, es muy probable que estas fisuras se hayan iniciado en células de escoria, como las observadas en el análisis metalográfico.



FIGURA 4.88. FRACTOGRAFÍA ENGRANAJE 1, 104X

Las marcas onduladas muestran la dirección de propagación de la fractura, transversal al diente. Nótese cómo se juntan hasta desaparecer a medida que se acercan a la siguiente fisura. Muy cerca de las fisuras se observa una superficie de desgarre dúctil,

con microhuecos y a este aumento, una relativa suavidad en la superficie. Quedaría confirmada el tipo de falla dúctil de este elemento.



FIGURA 4.89. FRACTOGRAFÍA ENGRANAJE 1, 2018X

Un acercamiento final confirma la formación de la fisura, de aproximadamente 10 µm de ancho, y el desgarre del material a través de microhuecos de aproximadamente 10 µm de diámetro. Pese a tener un grano aparentemente fino, la falla es dúctil, por lo que se puede decir con certeza que la matriz es ferrita.

En el caso del engranaje 2, visto de forma general, se puede decir que ha sido mecanizado en toda su superficie.



FIGURA 4.90. VISTA GENERAL DE LA FRACTURA DEL ENGRANAJE 2

A simple vista, es fácil observar dos características principales en esta superficie de falla. En primer lugar, la fractura se dio en un solo plano. En segundo lugar, se observa una combinación de líneas Chevron, como delta de río, y líneas de clivaje, como regiones de fractura intercristalina. Todas estas marcas se originan alrededor de la esquina de la superficie de falla.



FIGURA 4.91. FRACTOGRAFÍA ENGRANAJE 2, 38X

La imagen anterior muestra diferentes planos de corte en la superficie, dando indicios de clivaje. Nótense las crestas de estas superficies. Éstas presentan ligera deformación plástica, ya que no tienen puntas o filos. La fractura se lleva a cabo en una sola dirección, por lo que hay un solo plano de clivaje. El desgarre del material se produjo en dirección hacia la parte superior de la imagen.



FIGURA 4.92. FRACTOGRAFÍA ENGRANAJE 2, 2000X

Es muy claro observar el encuentro de dos planos de clivaje en este punto. La fisura indica la diferenciación entre dos planos, y la zona de apariencia suave, evidentemente diferente al resto de la superficie, puede dar indicios de una incrustación de escoria en ese punto. Esta incrustación es muy pequeña, así como la fisura, pero son fragilizantes del material, puesto que esta fisura se propaga. El contorno de la fisura muestra desgarre dúctil a nivel microscópico.



FIGURA 4.93. ACERCAMIENTO A INCRUSTACIÓN, 10217X

De nuevo es fácil observar que en una misma superficie de fractura pueden haber innumerables marcas características, hasta cierto punto contradictorias. Se debe tener muy claro que el material debe ser considerado un todo. El hecho de que a nivel microscópico, a escala de décimas de µm, se observe fractura dúctil no quiere decir que el elemento global falla de forma dúctil. En el caso del ejemplar 2 de los engranajes, las observaciones macroscópicas son determinantes en establecer la fragilidad como mecanismo de falla preponderante.

# **CAPÍTULO 5**

## 1. ANÁLISIS DE RESULTADOS

El presente capítulo tiene como objetivo reunir las observaciones experimentales y los análisis propuestos en el capítulo anterior y dejar establecidas las causas de falla de cada elemento estudiado.

En las siguientes tablas se resumen las observaciones y conclusiones del análisis de falla de los elementos estudiados.

## CARACTERÍSTICAS DETERMINANTES

- A nivel macroscópico se evidencia brusquedad en la falla del cigüeñal. La superficie de fractura tiene un solo plano, con abundantes líneas Chevron, superficies de fractura transcristalina y marcas de fatiga en la cercanía del agujero de paso de aceite. Todo esto en conjunto muestra muy poca deformación plástica.
- 2. A nivel microscópico, hay superficies de fractura dúctil en la matriz del material. También se tienen zonas de fractura mixta, con rosetas de cuasi-clivaje entre la matriz y las zonas endurecidas. El tratamiento térmico del material se evidencia en la microestructura, pero de todas maneras el sobreesfuerzo fue muy superior a la resistencia del conjunto.

## CONCLUSIÓN

 La nucleación de la fractura se da por concentración de esfuerzos en el agujero de paso de aceite. La fractura transcristalina en esa zona es clave para determinar el inicio de la falla en ese punto.

- La causa de falla principal del cigüeñal es la fatiga. En los alrededores de la superficie reflectiva cercana al concentrador de esfuerzos hay propagación de falla por fatiga. Una vez que la sección transversal del contrapeso está debilitada, no resiste más el alto torque del motor y se rompe por sobrecarga mecánica.
- El mecanismo de falla es la propagación de la fisura por fatiga, y la rotura final por sobrecarga. No hay orígenes externos que puedan analizarse en este caso.
- El tipo de fractura es frágil. Pese a observarse superficies microscópicas con características de falla dúctil, la violencia de la falla y las marcas macroscópicas permiten concluir la fragilidad.

## CARACTERÍSTICAS DETERMINANTES

- El pistón tiene huellas de una fractura violenta por todos lados. La cara externa, que va en contacto con la camisa y los anillos de desgaste, se fracturó dejando puntas y filos cortantes, con superficies lisas mostrando regiones con fractura en un solo plano. En el alojamiento del bulón, se tiene la mayor cantidad de marcas de fractura transcristalina.
- 2. A nivel microscópico, las imágenes SEM de la superficie de fractura evidencian deformación plástica microscópica en la matriz del material. De igual manera, por la brusquedad de la falla, hay desgarres en los alrededores de los nódulos de grafito. Muchos nódulos fueron arrancados por la violencia de la falla.

#### CONCLUSIÓN

 La nucleación de la fractura ocurre en dos regiones. La primera ocurre en la cara interna del pistón, en la parte en contacto con la camisa, donde hay apenas 6 mm de espesor de material. La superficie de fractura tiene dirección inclinada hacia el exterior del pistón, y se tienen fisuras microscópicas originadas en la cara interna. La segunda región es la que está en contacto con la biela. El material fue arrancado tan violentamente que el plano de fractura atravesó los granos.

- La causa de falla del elemento es la sobrecarga mecánica.
  La falla general del motor produjo un sobreesfuerzo en el conjunto cigüeñal-biela-pistón, y este mecanismo falló en su parte más débil.
- El mecanismo de falla del pistón es la propagación casi instantánea de la fractura. Al igual que el cigüeñal, la falla general no se produce por otras razones externas, más que la propia falla del motor.
- El tipo de fractura es frágil, dada la brusquedad del impacto.
  En todas las superficies de falla no se evidencia deformación plástica.

## CARACTERÍSTICAS DETERMINANTES

- 1. Ambas camisas son idénticas. Es por eso que se las analiza al mismo tiempo. A nivel macroscópico se pueden notar las principales marcas características de falla. En primer lugar, la camisa 1 tiene una fisura que abarca toda su longitud, y que al mismo tiempo penetra la pared del elemento. Siguiendo la línea de la fractura, es como unir pequeños puntos con un lápiz. Cada punto es un poro muy profundo en la cara externa de la camisa. De igual manera en la camisa 2. Lo particular de este elemento es la profundidad de los poros, y a pesar de eso no se formó fisura alguna.
- 2. A nivel microscópico hay abundancia de marcas de fractura mixta. Las rosetas de cuasiclivaje están repartidas en toda la matriz del material, así como las superficies lisas en las hojuelas de grafito. Las hojuelas de grafito fragilizan al material, cuando el elemento soporta una carga de tensión, y desde los límites entre el grafito y la matriz, se produce la fractura. Esto se puede notar en las marcas de desgarre de

la matriz en el límite con el grafito. La apariencia del contorno de los poros muestran el tipo de abrasión del material.

## CONCLUSIÓN

 Ambas camisas fallaron por cavitación. Las marcas de abrasión en la superficie externa de la camisa indican arranque de material por medio de un mecanismo que deja una superficie con hoyuelos y desbastada de forma localizada. Es muy probable que el refrigerante de este motor haya sido agua, y que haya existido alguna falencia en la refrigeración, puesto que la temperatura de operación pudo haber llegado a ser mucho mayor a la temperatura de ebullición. La falla de este motor es por deficiencias en la refrigeración.

## > CARACTERÍSTICAS DETERMINANTES

- La cara externa de la camisa tiene abundantes poros, evidentemente ocasionados por cavitación. Estos poros no pasan de ser superficiales, de entre uno y dos milímetros de profundidad, y un máximo de 10 milímetros de diámetro.
- 2. Al arrancarse el material de la cara externa del elemento, quedan visibles las hojuelas del grafito de la fundición gris. Alrededor de estas hojuelas, a nivel microscópico existen líneas de desgarre muy pequeñas, justo en el límite entre la matriz y las hojuelas. La superficie de falla del grafito tiene apariencia plana, como si las hojuelas se partieron súbitamente.

### CONCLUSIÓN

 No se presenta fractura alguna del elemento, pero sí se evidencia desprendimiento de material. La gran cantidad de poros resultan en concentradores de esfuerzo, que de haber seguido operando la camisa, pudieron haber sido puntos de nucleación de fisuras.

- El causa de falla más probable en este elemento, en un futuro, es la fatiga por concentración de esfuerzos debido al exceso de poros en la cara externa de la camisa.
- El mecanismo de falla es la erosión de la superficie de la camisa por cavitación. Los poros están presentes en una zona que está en contacto con un fluido que se encuentra a alta presión y temperatura. Al propagarse los poros se formaría una fisura longitudinal en la camisa.
- En la superficie de falla, existen zonas de desgarre mixto dúctil-frágil en la matriz y frágil en las hojuelas de grafito. Por esta razón el tipo de fractura es mixta.

## CARACTERÍSTICAS DETERMINANTES

- 1. La apariencia de la camisa es de una falla por impacto de otro elemento. No hay huellas de propagación, únicamente de rotura del material. Posiblemente, la camisa falló al deformarse el block por la falla del motor. Otro elemento del motor impactó la camisa en su punto muerto inferior, puesto que la falla es en la parte inferior de la misma. A eso se debería la forma de la rotura, casi simétrica y muy violenta.
- A nivel microscópico no hay mucho que resaltar, únicamente la superficie con características de falla intercristalina, dada la formación de los granos del material, y gran fragilidad en las superficies rotas de las hojuelas de grafito.

## CONCLUSIÓN

 La nucleación de la fractura es muy difícil de predecir. El impacto sobre la camisa causó dos regiones de fractura frágil, donde no se puede observar un punto de iniciación.

- La causa de falla del elemento es la sobrecarga mecánica. El impacto sobre la camisa provocó la rotura instantánea, sin deformación plástica.
- El mecanismo de falla, al igual que el pistón, es la propagación instantánea de la fractura. Tampoco existen razones externas, más que la propia falla del motor.
- El tipo de fractura es frágil, por la violencia del impacto. En toda la superficie de falla no existe deformación plástica.

## > CARACTERÍSTICAS DETERMINANTES

- Pese a no ser un elemento que falló, el golpe mostrado en la biela indica que el motor del que formaba parte tuvo algún tipo de falla brusca. De todos modos, la huella dejada por el impacto no tiene puntas ni filos. La apariencia es suave.
- A nivel microscópico, la superficie del impacto y posterior desgarre del material, presenta evidencia de microhuecos.

## CONCLUSIÓN

- La nucleación de la fractura se da por el impacto de otro elemento, de tal forma que se desprende parte del material, formando una rebaba. Se inició una fisura importante.
- La causa de falla del elemento es la sobrecarga mecánica.
  La magnitud del impacto deformó plásticamente el elemento, inclusive hubo pérdida de material

- El mecanismo de falla es el impacto de un elemento sobre la superficie de la biela, arrancando material y provocando una fisura.
- El tipo de fractura es dúctil. Pese a la brusquedad del impacto, la fisura evidencia deformación plástica y a nivel microscópico se evidencian características superficiales de fractura dúctil.

#### > CARACTERÍSTICAS DETERMINANTES

- La zona de fractura a nivel macroscópico muestra claras marcas de playa en aproximadamente el 40% de su superficie, cercana a un conjunto de poros superficiales, causados por abrasión, y en la cercanía del alojamiento del seguro contra giro, que presenta marcas progresivas de maquinado por fresa y huellas de material arrancado, aparentemente por golpes al momento de extraer la cuña.
- 2. Siguiendo a las marcas de playa, hay una zona de transición, observable a nivel macroscópico, y con mayor detalle a nivel microscópico, en la cual se evidencia el desgarre del material hacia una zona de apariencia granulada, cuya rugosidad tiene una cierta orientación, que aparentemente indica la dirección en que se propaga la fractura.
- La falla ocurre en un solo plano, sin deformación plástica macroscópica, aunque sí deformación ligera ductilidad a nivel microscópico, dadas las propiedades del metal.

## CONCLUSIÓN

- La nucleación de la fractura ocurre por concentración de esfuerzos provocados por la abrasión de la superficie externa del eje de transmisión, así como por las fallas superficiales en el alojamiento del seguro contra giro.
- El causa de falla es la fatiga del material, propagándose de esta forma ante la aplicación de la carga (arranques del mecanismo, cambios de velocidad, etc.).
- El mecanismo de falla es la propagación de una fisura interna, lo cual provoca la pérdida de sección transversal resistente y el debilitamiento del elemento.
- El tipo de fractura es frágil, dada la falta de deformación plástica en la superficie de falla.

## > <u>CARACTERÍSTICAS DETERMINANTES</u>

- A nivel macroscópico la superficie de fractura muestra deformación plástica. En la parte central del diente, donde el material es más dúctil, hay una formación de copa-cono, con algunas crestas y valles a su alrededor.
- A nivel microscópico la superficie de fractura tiene marcas onduladas de propagación de fractura. La falla del elemento fue lenta, por lo que dio oportunidad al material a deformarse.
- 3. A mayor aumento se ven los microhuecos típicos de las fallas dúctiles, dadas las características de la matriz de la microestructura. Al mismo tiempo hay fisuras muy pequeñas, originadas en las incrustaciones del material. Alrededor de las fisuras la zona de fractura los microhuecos son mucho más pequeños que el resto de la superficie de fractura.

## CONCLUSIÓN

- La nucleación de la fractura se da por propagación de fisuras microscópicas en el núcleo del diente, originadas en las incrustaciones propias del material.
- La causa de falla del elemento es la sobrecarga mecánica.
  Dada la reducción de la resistencia del diente, al aplicarse la carga, el esfuerzo es mayor que ésta, por lo que el diente se fractura.
- El mecanismo de falla viene dado por los defectos metalúrgicos internos del material, ya que las fisuras que originan la falla se formaron en aquellas incrustaciones que debilitaron el material.
- El tipo de fractura es dúctil, dadas las características macroscópicas y microscópicas de la superficie de fractura, en la cual se evidencia deformación plástica.

## CARACTERÍSTICAS DETERMINANTES

- A nivel macroscópico la superficie de fractura muestra un solo plano de fractura, es decir, cero deformación plástica macroscópica, por brusquedad de ocurrencia de la falla. Igualmente, hay abundantes de zonas de fractura transcristalina y de líneas Chevron, ambas marcas típicas de clivaje.
- A nivel microscópico la superficie de fractura muestra una sola dirección de clivaje. Los extremos de los planos de clivaje tienen superficies suaves, dada la ductilidad de la matriz del material.
- A mayor aumento se pueden ver las incrustaciones en el material, y los posibles orígenes de las fisuras microscópicas.
   Recién a 2000X es posible notar cierta ductilidad en el material, pero de todos modos predomina la falta de deformación plástica a nivel macroscópico.

## CONCLUSIÓN

- La nucleación de la fractura se da por propagación de fisuras microscópicas en el material del elemento, originadas en las incrustaciones propias del material. La presencia de un agujero de paso de aceite contribuye a la reducción de la resistencia, por concentración de esfuerzos, y acelera el proceso de propagación de las marcas Chevron.
- La causa de falla del elemento es la sobrecarga mecánica. Al propagarse una fisura interna, se pierde la resistencia del elemento, y un sobreesfuerzo rompe el material.
- El mecanismo de falla es la propagación de defectos metalúrgicos en el material, que originan fisuras internas
- El tipo de fractura es frágil, dada la ausencia de deformación plástica, las marcas de clivaje y la brusquedad con se dio la falla.

Pese a no ser el objetivo de la Tesis, cabe recalcar que es muy probable que el cigüeñal, el pistón y la camisa 4 pertenezcan al mismo motor, como se mencionó en el capítulo 4. Las características de la falla, así como las dimensiones de los elementos, contribuyen a la postulación de esta hipótesis.

La fractura se inicia en algún punto de contacto entre partes en movimiento. Hay dos posibles orígenes: la unión entre la biela y el pistón, o la unión entre la biela y el cigüeñal. No es posible determinar esta incidencia puesto que no se tiene la superficie rota de un muñón o de un codo del cigüeñal. Pero si se tiene la rotura del pistón en su nexo con la biela. La razón por la que se partió de esa forma puede ser la falta de lubricación. Una deficiencia del aceite que proporciona la película de lubricante entre la biela y el bulón, o entre la biela y el muñón, pudo haber producido que ambas partes en contacto se fundan por la elevadísima fricción. Así, no hay movimiento relativo, se pegan, produciendo un movimiento alterado, el cual causa el colapso del motor. El resto es una cadena de acontecimientos. El cigüeñal está restringido únicamente al giro como eje de manivelas, el pistón al movimiento lineal, y la camisa está confinada en el cilindro, por lo que tiene que soportar todo el sobreesfuerzo. La falla pudo darse cuando el pistón se encontraba en el punto muerto inferior, dadas las características de rotura de la camisa. Así, al romperse el pistón, la inercia del mecanismo lo empujó violentamente hacia arriba, fracturando la camisa, y fracturando el pistón al éste impactar con el resto del mecanismo.

## **CAPÍTULO 6**

## 6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

#### Conclusiones

La presente Tesis de Grado, pionera en el estudio de los materiales empleando el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM, por sus siglas en inglés) y todas sus herramientas, representa el primer paso en la elaboración de un procedimiento experimental, que abarca la recolección de muestras, preparación, observación y el análisis de datos obtenidos, para estudiar la microestructura de un material, para así determinar y estudiar las causas que llevaron a un elemento mecánico a fallar. De esta forma, se abre un campo de estudio, que presenta ilimitadas posibilidades de conocimiento e investigación, ya que el Centro Ecuatoriano de Investigación y Desarrollo en Nanotecnología (CIDNA) de la Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la Producción (FIMCP) de la ESPOL, y el Centro de Investigaciones Geológicas de Guayaquil (CIGG) de PETROPRODUCCIÓN, cuentan con esta importante herramienta.

La posibilidad de combinar las señales obtenidas por los detectores de SE y de BSE para formar una imagen con apariencia tridimensional, DualBSD, resultó ser muy útil en la observación metalográfica del cigüeñal y de los engranajes, puesto que todas las fases ricas en hierro tienen exactamente la misma conductividad y composición química, y no son diferenciables en modo BSED. El modo DualBSD permitió destacar la martensita y la perlita entre una matriz ferrítica, sin diferenciación por coloración; pese a que ambas fases presentaban el mismo contraste.

Para un espécimen cuya composición química lo hace absorber radiación en modo alto vacío, la observación y análisis microquímico deben llevarse a cabo en modo bajo vacío. Es el caso del pistón, fabricado en fundición nodular, rica en grafito esferoidal. La muestra absorbió tanto los electrones que prácticamente no se emitieron Rayos X en modo alto vacío. Fue necesario realizar el análisis EDS en modo bajo vacío para hacer posible la observación del espectro elemental, y así evitar imágenes con altos niveles de ruido o un bajo conteo de Rayos X.

#### Recomendaciones

El estudio de la microestructura y de la composición química de un material no debe restringirse únicamente al Microscopio Electrónico de Barrido. El Microscopio Óptico sigue siendo la principal herramienta para la observación metalográfica, puesto que permite la diferenciación de fases y límites de grano por la reacción del metal al ataque químico. De igual manera, el análisis EDS de un material entrega un espectro general de la composición química del metal, de forma cualitativa. Por eso, el análisis químico en el SEM se complementa con el difractómetro de rayos X, que permite inclusive, conocer la forma exacta de un elemento en la composición química. Para obtener los mejores resultados, se recomienda complementar el análisis de un material en el SEM con el LM para metalografía y con el difractómetro de rayos X para la composición química.

Se debe tener sumo cuidado con los tiempos de exposición de las muestras fractográficas al ácido clorhídrico. Demasiada exposición puede provocar la pérdida de detalles de la superficie de fractura, puesto que el ácido reacciona con el hierro. Es por eso que se recomienda para las piezas de fundición y las piezas de acero, mantener en baño ácido un máximo de 20 y 30 minutos, respectivamente.
Para un completo análisis de falla de un elemento mecánico, se recomienda seguir el procedimiento detallado en el flujograma del Apéndice E. Si bien no todos los ensayos mostrados se realizaron en la presente Tesis, porque no eran requeridos, algunos son indispensables para conocer las propiedades mecánicas de los materiales.

Con la disponibilidad del SEM, considero que es de gran importancia el desarrollo de prácticas de laboratorio a nivel académico, con el fin de fomentar la investigación y desarrollo de proyectos en este campo, y abrir muchas más posibilidades de estudio, no solamente para la Ingeniería Mecánica, sino para todas las ramas del conocimiento, en beneficio del desarrollo tecnológico de nuestro país.

APÉNDICES

				14.21	1	0	11220			10000		-										
Helium 2 He	190 <b>1</b>	20.180	argon 18	Ar	39.948	krypton 36	X	83.80	xenon 54	Xe	131.29	radon 86	Rn	222								
	anine 9	18.998	chlorine 17	ບ	35.453	bromine 35	В	79.904	53	_	126.90	astatine 85	At	[210]								
	oxygen	15,999	sultur 16	S	32.065	selenium 34	Se	78.96	tellurium 52	Te	127.60	polonium 84	Ро	[209]				ytterbium 70	Υb	173.04	102	No
	nitrogen 7	14.007	phosphorus 15	٩	30.974	arsenic 33	As	74.922	antimony 51	Sb	121.76	bismuth 83	Bi	208.98				thulium 69	Tm	168.93	101	Md
	e carbon	12.011	silicon 14	Si	28.086	germanium 32	Ge	72.61	50 ≣	Sn	118.71	lead 82	РЬ	207.2	114	Uua	[289]	erbium 68	Ш	167.26	100 fermium	Fm
	oron 5 O	10.811	aluminum 13	A	26.982	gallium 31	Ga	69.723	49	Ч	114.82	thallium 81	F	204.38	2	_		holmium 67	Ч	164.93	einsteinium 99	Еs
			1911			zinc 30	Zn	65.39	cadmium 48	Cd	112.41	mercury 80	Нg	200.59	112	dul	277]	tysprosium 66	2	162.50	98	Ç
						copper 29	Cu	63.546	47	Aq	107.87	plog 79	Au	196.97	111	Juul	[272]	terbium 65	Tb	158.93	97	B¥
						nickel 28	Ī	58.693	palladium 46	Pd	106.42	platinum 78	Ł	195.08	110	Junl	[271]	gadolinium 64	Gd	157.25	ourium 96	Cm
						cobalt 27	ပိ	58.333	45	Rh	102.91	iridium 77	<u>_</u>	192.22	109	Mt	[268]	eurcpium 63	Eu	15'.96	americium 95	Am
						iron 26	Fe	55.845	ruthenium 44	Ru	101.07	osmium 76	Os	190.23	108	R	[269]	samarium 62	Sm	150.36	plutonium 94	Pu
						nanganese 25	Mn	54.938	technetium 43	Чc	[86]	rhenium 75	Re	186.21	107	Bh	[264]	oromethium 61	Pm	[145]	neptunium 93	QN
						chromium r	S	51.996	42	Mo	95.94	tungsten 74	3	183.84	106	Sa	[266]	60	Nd	144.24	uranium 92	D
						vanadium 23	>	50.942	41	qN	92.906	tantalum 73	Ta	180.95	105	Db	[262]	59	Pr	140.91	91	Pa
						titanium 22	μ	47.867	zirconium 40	Zr	91.224	hafnium 72	Hf	178.49	104	Ŗ	[261]	cerium p	Ce	140.12	90	Th
						scandium 21	Sc	44.956	yttrium 39	≻	88.906	Iutetium 71	Lu	174.97	103	5	[262]	anthanum 57	La	138.91	actinium 89	Ac
					1	2						57-70	*		89-102	*		oci so	2010		ries	
	beryllium 4	9.0122	nagnesium 12	Mg	24.305	calcium 20	Ca	40.078	strontium 38	Sr	87.62	barium 56	Ba	137.33	88	Ra	[226]	o opido			nide se	
oden	e in	941	dium n	a	066.	assium 19	×	9.098	a7	g	.468	esium 55	S	2.91	s7	5	23]	o dtac	annia		Actin	

**APÉNDICE A - TABLA PERIÓDICA DE ELEMENTOS** 



# **APÉNDICE B - TABLA DE RAYOS X CARACTERÍSTICOS**

#### **APÉNDICE C - TABLA DE REACTIVOS DE ATAQUE QUÍMICO MICROSCÓPICO PARA HIERROS Y ACEROS**

TABLA 2

Reactivos de ataque para el examen microscópico de hierros y aceros<sup>1</sup>

Reactivo de ataque	Composición 1	Observaciones	Utilización
I. REACTIVOS GENERALI Núm. 1. Acido nítri- co (nital)	HNO, (incoloro)1-5. cc Alcohol etilico o me- tilico (95% o abso- luto)	Aumentando el contenido de HNO,, aumenta la velocidad de ataque y disminuye la selectivi- dad. El reactivo núm. 2 (écido plerico) es eno	LEACIÓN BAJA O MEDIA En aceros al carbono 1.°, ennegrecer la per- lita y producir con- traste entre distintas colonias; 2.°, pone: de manifesto horde
		general, mejor. Al 4°, y con alcohol amllico es útil para observar bor- des de grano y obtener contraste en materiales bajos en carbono. Tiem- po de ataque, desde po- cos segundos a 1 min.	de ferrita; 3.°, dife renciar ferrita de mar tensita. La solución al 1% puede tam bién emplearse par los fines indicado en el reactivo núm. 2
Núm. 2. Acido pleri- co (picral)	Acido plerico 4 g Alcohol etllico o me- tllico (95% o abso- luto)	Las soluciones más dilui- das pueden ser más úti- les en ciertos casos. No pone de manifiesto los bordes de granos de ferrita tan fácilmente como el núm. t. Tiempo de ataque, desde pocos segundos a I min o más.	Para todos los acero al carbono: recocidos normalizados, tem plados, templados revenidos, globuliza dos, <i>austempered</i> . Par todos los aceros d baja aleación.
Núm. 3. Acidos clor- hidrico y pícrico. (Vilella)	HCl	Los mejores resultados se obtienen cuando se re- viene la martensita 15 minutos a 205-245 °C.	Para poner de mani ficsto el tamaño de grano austenítico er aceros templados y revenidos.
Núm. 4. Acido cró- mico {	CrO <sub>3</sub> 10 g H <sub>1</sub> Oioo cc	Se emplea electrolitica- mente. La probeta es el ánodo; el cátodo de acero inoxidable o pla- tino; electrodos aepara- dos 20 a 25 mm; 6 V; tiempo de ataque, de 30 a 90 seg, dependiente de la probeta.	Para estructuras varia- das, excepto bordes de granos de ferrita. Ata- ca a la cementita muy rápidamente; a la austenita, más lenta- mente, y a la ferritu y fosfuro de hierro si acaso muy lenta- mente.
Núm. 5. Teñido por el calor	Solamente el calor	La probeta pulida, seca y limpia, se calienta sobre una plancha caliente. hasta 205-370 °C, con su superficie preparada hacia arriba. El tiempo y la temperatura tienen efectos decisivos. Se	La perlita se colores primero, siguiéndola la ferrita; la cemen- tita se afecta menos, y el fosfuro de hierro, menos todavia. Espe- cialmente útil para fundiciones.

<sup>1</sup> De ASTM Standards, parte I-B, 1946. <sup>9</sup> Mientras no se indique otra cosa, los productos son concentrados. Sólo deben emplearse de calidad para análisis, de alta pureza. · ... · · · ·

Renctivo de ataque	Composición 2	Observaciones	Utilización
21-22 21-22 21-22 21-22 21-22 21-22		puede emplear baño de arena o de metal fun- dido.	
Núm. 6. Ataque po el calor	r Solamente el calor	Se calienta la probeta 10 a 60 min a 815-1205 °C en hidrógeno cuidadosa- mente purificado y evi- tando el contacto con cascarilla u óxidos redu- cibles. Después del ata- que se enfria la probeta en mercurio para evitar su oxidación.	Para poner de mani ficsto el tamaño de grano austenitico er probetas pulídas.
II. REACTIVO	S GENERALES PARA ACEROS A	LEADOS (ACEROS INOXIDABL	ES Y RÁPIDOS)
Núm. 7. Cloruro fé- rrico y ácido clor <sup>a</sup> hídrico	FeCl		Estructura de los ace- ros al níquel austeni- ticos y aceros inoxi- dables.
Núm. 8. Acido nítri- co (nital)	HNO <sub>4</sub> (incoloro) 5-10 cc Alcohol etilico o metilico (95% o más)		Estructura general de los aceros rápidos.
Núm. 9. Acidos cró- mico y clorhidrico.	HCl 25 cc CrO <sub>2</sub> , solución acuo- 38 al 10%	Su actividad es función del contenido de ácido crómico.	Aceros inoxidables 18", de cromo, 8% de ni- quel tratados térmicu- mente. Util para el ataque electrolitico di- luyéndolo con 2 par- tes de alcohol y 2 par- tes de glicerina, em- pleando 6 V durante 20-60 seg.
Núm. 10. Cloruro fé- rrico y ácido nitrico	Solución saturada de FeCl, en HCl, a la que se añade un poco de ácido nítrico.	Se emplea sin diluir.	Estructura de los ace- ros inoxidables.
	A. HNO, 10 cc HCl 20-30 cc Glicerina 30-20 cc	Calentar las probetas en agua antes del ataque. Los mejores resultados se obtienen con repeti- dos ciclos de ataque y pulido. Con tiempo su- ficiente se atacan total- mente las aleaciones aus-	Estructura de aleacio- nes hierro-cromo, ace- ros rápidos y aceros austeníticos. Ataca sa- tisfactoriamente a las aleaciones níquel-cro- mo.
Acidos en glicerina.		nen mejores resultados	•
· · · · ·	B. HNO, 10 cc HF 20 cc Glicerina 20-40 cc	La cantidad de, glicerina puede variarse de acuer- do con el tipo de metal.	Estructura de aleacio- nes altas en silicio del tipo duriron.
-21	C. HNO <sub>3</sub> 10 cc HCl 20 cc Glicerina 20 cc H.O.	Se puede variar la pro- porción de HCl si el reactivo actúa demasiado.	Para atacar aleaciones hierro - cromo - niquel, hierro - cromo-manga- neso y utras aleacio-

Reactivo de ataque	Composición /	Observaciones	Utilizarión
	and the second sec	rápidamente. Los mejo- res resultados se obtienen con ciclos repetidos de ataque y pulido.	nes austeníticas a base de hierro y cromo.
Núm. 12. Acido oxá- lico	Acido oxálico 10 g H.O	Se emplea electrolitica- mente; la probeta es el ánodo; cátodo de acero inoxidable o platino; separación entre ambos, unos 25 mm; 6 V. Los carburos precipitados en los aceros inoxidables se ponen de manifiesto en 10 a 15 seg, y la es- tructura general en pró- ximamente 1 min. Para estudio de carburos se pueden emplear 1,5-3 V, aumentando el tiempo de ataque y mejorando su regulación.	Para aceros inoxidables austeniticos y aleacio- nes altas en niquel. La observación de los carburos y la estruc- tura general depen- den del tiempo de ataque.
Núm. 13. Persulfato amónico	(NH,),S <sub>1</sub> O 10 g H <sub>1</sub> O 90 cc	Se emplea electrolitica- mente en igual forma que el ácido oxálico, pero actúa más lenta- mente, necesitándose más de 15 seg con 6 V.	Ataque de aceros in- oxidables.
Núm. 14. Cloruro cú- prico y ácido clor- hídrico (reactivo Ka- ling)	CuCl <sub>2</sub> 5 g HCl 100 cc Alcohol etilico 100 cc H <sub>2</sub> O 100 cc	Se usa en frio.	Para aceros ferriticos y austeniticos; la ferrita se ataca más fácil- mente, los carburos no se atacan, y la austenita sólo se ataca apreciablemente cuan- do ha comenzado a descomponerse a mar- tensita.
Núm. 15. Mezcla de ácidos y cloruro cú- prico.	HCl	Apliquese con un algo- dón impregnado en el reactivo.	Para alcaciones inoxida- bles y otras altas en niquel o cobalto.
Núm. 16. Acidos ní- trico y acético	HNO	Apliquese mediante un algodón impregnado en el reactivo.	Para aleaciones inoxi- dables y otras altas en niquel o cobalto.
Núm. 17. Acidos ní- trico y fluorhídrico	HNO, 5 cc HF (48%) 1 cc H,O 44 cc	Se emplea en frio du- rante unos 5 min.	Estructura general de accros inoxidables aus- teníticos, evitándose señales de deforma- ción.

Reactivo de ataque	Composición 3	Observaciones	Utilización
Núm, 18. Acidos ni- trico y clorhídrico en alcohol	HNO, 3 cc HCI 10 cc Alcohol meulico100 cc	Se ataca de 2 a 10 min.	Pone de manifiesto el tamaño de grano de los aceros rápidos tem- plados o templados y revenidos.
Núm. 19. Acido clor- hidrico en alcohol {	HCl 10 cc Alcohol 90 cc	Se emplea electrolitica- mente con 6 V duran- te 10 a 30 seg; no man- cha si está exento de agua.	Aceros al cromo y cro- mo-níquel.
Núm. 20. Acidos lác- tico y clorhídrico en alcohol.	Acido láctico 45 cc HCl 10 cc Alcohol 45 cc	Se emplea electrolitica- mente con 6 V durante 10-30 seg; no mancha.	Para aceros al cromo (4 a 30% de cromo) y ferrita en aceros inoxidables austenlti- cos.
Núm. 21. Solución de ferricianuro	Ferricianuro potásico 30 g KOH 30 g H3O 60 cc	Debe ser reciente; se emplea hirviente.	Para diferenciar la fe- rrita y la fase sigma en aleaciones hierro- cromo, hierro-cromo- niquel, hierro-cromo- manganeso y aleacio- nes semejantes. Colo- res: fase sigma azul claro; ferrita amarillo.
Núm. 22. Sulfato cú- prico	CuSO <sub>4</sub> 4 g HCl 20 cc H <sub>1</sub> O 20 cc	Reactivo de Marble.	Estructura de aceros inoxidables.
Núm. 3. Acidos pi- crico y clorhídrico (Vilella)	HCl		Para atacar muchos ace- ros de los tipos hie- rro-cromo, hierro-cro- mo-níquel y hierro- cromo-manganeso.
Núm. 23. Teñido por ( el calor	Calentar solamente en el aire durante 10 a 60 seg y a 595-650°C.	Los carburos permanecen blancos, y la austenita ennegrece menos rápi- damente que la ferrita en superficies atacadas primeramente con un reactivo químico.	Para aceros inoxida- bles austeníticos que contengan ferrita y carburo.
III. SEGR	EGACIONES, ESTRUCTURA PRU	AARIA Y LINEAS DE DEFOR	MACIÓN
Núm. 24. Cloruro cúprico	1. CuCl, J g MgCl, 4 g HCl 1 cc H,O 20 cc Ucohol absoluto100 cc	Disolver las sales en la l menor cantidad posible de agua caliente. Ata- car durante 1 min y repetir si es necesario. Reactivo de Stead.	Para poner de mani- fiesto la segregación del fósforo y otros elementos en solución sólida; el cobre tiende a depositarse en las zonas pobres en fós- foro. La estructura se observa más clara- mente eliminando el cobre después del ataque por un ligero

TABLA 2 (continuación)

ï

.

ŧ

.

.

Reactivo de ataque	Composición *	Observaciones	<b>Utilizació</b> u
m. 24. Cloruro	B. CuCl <sub>2</sub> I g HCl	Se puede emplear en frio; tiempo de ataque, unos 10 seg. Reactivo de Fry.	Pone de manifiesto las líneas de deformación y su estructura y el envejecimiento en el scero.
m. 25. Cloruro fé- ico modificado eactivo de Ober- lífer)	FeCl,		Pone de manificato la segregación de fóaforo y la estructura den- drítica.
m. 26. Cromato alino	CrO, 16 g H <sub>2</sub> O (destilada)145 cc NaOH 80 g	Añadir la sosa lentamente y no emplearlo en cuan- to lleve más de un dia preparado. Se emplea hirviente a 118-120 °C durante 7-20 min.	Pone de manificito la segregación de oxíge- no. Oscurece rápida- mente a la martensi- ta, más lentamente a la ferrita y mucho más lentamente a las zonas altas en oxígeno.
IV. E	STRUCTURA Y PROFUNDIDAD I	CAPA EN ACEROS NITRO	TRADOS
m. 27. Sulfato y	CuSO <sub>4</sub>	Obsérvense exactamente las proporciones. Ata- car por inmersión para impedir confusiones en los bordes.	Pone de manificato la profundidad total, es- tructura y diversas zonas en aceros nitru- rados al cromo-vana- dio y nitralloys.
m. 28. Acidos ní- co y pícrico	Acido picrico (al 4%, reactivo num. 2) 10 p Acido nitrico (al 4%, reactivo num. 1) 1 p	Los mejores resultados se obtienen recociendo la probeta en un baño de plomo a 800 °C an- tes de atacarla.	Profundidad de capa nitrurada y estructura de los <i>nitralloys</i> .
m. 1. Acido ní- co (nital)	HNO' 2 cc Alcohol etilico o me- tilico (95% o abso- lutos)		Estructua y profund dad de capa en le aceros nitrurados.
n. 22. Sulfato cú- co (Reactivo de arble)	CuSO <sub>4</sub>		Profundidad total de capa nitrurada.
V. REACTIVOS	PARA CARBUROS, FOSFUROS,	NITRUROS Y COMPUESTOS	DE VOLFRAMIO
n. 29. Picrato 36- co (neutro)	Picrato sódico 1 g H <sub>1</sub> O	Se emplea hirviente; tiempo de ataque, 20 minutos.	Diferencia fosfuros cementita. El fosf de hierro se ataci la cementita no.
	Resetivo de ataque m. 24. Cloruro prico	Resetive de staque       Composición *         m. 24. Cloruro prico	Resetivo de staque       Composición *       Observaciones         m. 24. Cioruro prico

.

TABLA 2 (continuación)

:	TABLA 2 (c	continuación)	
Reactivo de ataque	Composición *	Observaciones	Utilización
Núm. 30. Acido cró- mico y teñido por el calor	CrO, 1 g H,O 100 cc Seguido de teñido por el calor.	Atacar primero con pi- cral (núm. 2), después t min en ácido crómico y, por fin, teñir por el calor calentando (cara arriba) en una plancha a 500 °C durante I min.	Diferencia entre el 103- furo de hierro y la cementita en el eutéc- tico fosforoso de la fundición; el fosfuro de hierro se oscurece.
Num. 31. Picrato 36- dico alcalino	Acido picrico 2 g NaOH 25 g H <sub>2</sub> O 100 cc	Se emplea hirviente du- rante 5 a 10 min o clectrollticamente a la temperatura ambiente. En el último caso la probeta es el ánodo, y el cátodo es de acero in- oxidable o platino; con 6 V suelen bastar unos 40 seg.	Colorea la cementita, pero no los carburos altos en cromo. En los aceros al volframio el Fe <sub>n</sub> W y el carburo de hierro y volfra- mio (Fe <sub>4</sub> W <sub>3</sub> C) se co- lórean más rápida- mente que la cemen- tita, pero el carburo de volframio no es afectado. Ataca a los sulfuros. Muestra los límites de grano en los aceros hipereutec- toides lentamente en- friados.
Núm. 32. Peróxido de hidrógeno e hi- dróxido sódico	H <sub>1</sub> O <sub>2</sub> 10 cc NaOH (solución acuosa al 10%) 20 cc	Debe ser reciente; tiem- po de ataque. 10-12 min.	Ataca y oscurece al $Fe_n W$ en aleaciones hierro-volframio exen- tas de carbono. Cuan- do existe carbono en- negrece el compuesto FeW, WC (?) en nro- porción al contenido de carburo; el carburo de volframio oscurece.
Núm. 33. Solución { de ferricianuro }	<ol> <li>K.Fe(CN), I-4 g KOH 10 g H,O 100 cc</li> <li>B. K,Fe(CN), 10 g KOH 10 g</li> </ol>	Debe ser reciente; ata- car 15 min en la solu- ción hirviente; 7 g de NaOH pueden sustituir a los 10 de KOH en A o en $B$ . Se puede usar en frio, pero es preferible em- plearlo caliente y debe	Diferencia carburos y nitruros. La cemen- tita se ennegrece, la perlita pardea y los nitruros en masa no se alteran. Ennegrece los carburos que contienen cromo, los carburos y com-
	ri <sub>1</sub> 0100 cc.	ser reciente. Tiempo de ataque, 5 a 10 min. Reactivo de Murakami.	puestos de volframio en los aceros al vol- framio y aceros rápi- dos. A la temperatura ambiente, los carbu- ros ternarios (Fe,W,C o Fe,W,C) en unos pocos segundos, el Fe,W, en varios mi- nutos y fuertemente a la cementita.

Reactive de staque	Composición *	Observaciones	Utilización
Núm. 34. Cianuro ( sódico	NaCN 10 g H <sub>1</sub> O 100 cc	Se emplea electrolitica- mente. La probeta es el ánodo; el cátodo, de un material parecido y separado unos 25 mm; 6 V (no menos de 5). Tiempo de ataque, 5 mi- nutos o más.	Oscurece a los carbu ros sin atacar la auste nita o los límites de grano.
Núm. 4. Acido cró- mico	CrO, 10 g H,O 100 cc	Véase reactivo núm. 4 del grupo I.	Atace muy rápidamen te a los carburos; er los aceros inoxidables muy rápidamente, y le ferrita, si acaso, muy lentamente. Estructu- ras de aceros inoxi- dables.
Núm. 12. Acido oxá- lico	Acidu oxálico 10 g H <sub>2</sub> O100 cc	Véase reactivo núm. 12 del grupo II. Puede convenir el empleo de voltaje reducido para controlar mejor el ata- que.	Pone de manifiesto los carburos en los ace- ros inoxídables.

TABLA 2 (conclusión)

Aceros	Tiempo	Aceros	. 7	<b>Fiempo</b>
	min			min
Al carb	ono			
		3240		45
1010	15	3245		45
1015	15	3250		45
X1015	15	3312		60
1020	15	3325		.: 60
X1020	15	3335		60
		3340		60
1025	30			
X1025		3415		45
1030		3435		45
1035	30	3450		45
1040	30			
X1040	30		Al volframio	.*
				d'
1045	45	71360		45
X1045	45	71660		45
1050	45	7260		45
X1050	45			
1055	45	· · ·	Al silicio-manganeso	
		1		
X1055	45	9255		30
1060	45	9260		30
1065	45			
X1065	45		De fácil mecanización	
1070	45			
		X1314		30
1075	45	X1315		30
1080	45	X1330		30
1085	45	X1335		30
1090	45	X1340		30
1095	45			
	21.2		Al manganeso	
Al cromo-	niquel	-	•	
		T1330	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	30
3115	45	11335		30
3120	45	T1340		30
3125	45	T:345		30
3130	45	T1350		30
3135	45			
			Al niquel	4
3140	45			
X3140	45	2015		30
3145	45			
3150	45	2115		30
				6
3215	45	2315	• • • • • • • • • • • • • • • • • • • •	30
3220		2320		30
3230	45	2330		30
ASM: Metals Hand	dbook, 1939.			

#### APÉNDICE D – TIEMPOS DE ATAQUE QUÍMICO PARA ACEROS EMPLEANDO ÁCIDO CLORHÍDRICO

Aceros	Tiempo	Aceros	Tiempe
Al niqu	el .	Al croi	no-vanadio
		6	
2335		6113	
2340		6120	•••••••
2345		0125	
2350	30	6130	
		6135	•••••••
2515	30	1	
		6140	
Al inglibe	eno	0145	
		.6150	
4130	45	6195	
X4130	45		
4135	45	Hieren	actual inavidables
4140	45	Anterios y	
4150	45	Al cromo	
	1	Al cromo-plouel	
4340	45	The crossed addressed	
4345			
		Aceros de fa	ci! mecanización
4615			
4620	45	Al cromo	
~	7	Al cromo-niquel	
4640	45		
4815	45		
4820		Aceros de	herramientas
Al crom	0	Al carbono y carbono-	vanadio
		Al manganeso, para te	mple en aceite
5120		Al volframio, para es	tampas
5140		Al cromo, para estan	apas
\$150		Altos en carbono y en	cromo
\$2100		Aceros rápidos	



#### **APÉNDICE E – FLUJOGRAMA A SEGUIR EN UN ANÁLISIS DE FALLAS**

# BIBLIOGRAFÍA

#### <u>TEXTOS</u>

GOLDSTEIN, JOSEPH I.; NEWBURY DALE E.; ECHLIN, PATRICK; JOY, DAVID C.; ROMIG, JR., A. D.; LYMAN CHARLES E.; FIORI CHARLES; LIFSHIN ERIC; Scanning Electron Miscroscopy and X-Ray Microanalysis, Second Edition; Plenum Press, New York, 1981

PHILIPS ANALYTICAL ELECTRON OPTICS, APPLICATIONS LABORATORY; Course Manual - Electron Microscopy, 1980

PHILIPS ANALYTICAL ELECTRON OPTICS, APPLICATIONS LABORATORY; Course Manual - SEM - EDX Microanalysis, 1980

POSTEK, MICHAEL T.; HOWARD, KAREN S.; JOHNSON, ARTHUR H.; McMICHAEL, KATHLYN L.; Scanning Electron Microscopy - A student's handbook, Michael T. Postek and Ladd Research Industries, Inc., 1980

THOMPSON-RUSSELL, K. C.; EDIGNTON J. W.; Electron Microscope Specimen Preparation Techniques in Material Science, Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, 1977

GARCÍA, CARLOS, Ph. D.; Curso de Análisis de Fallas de Materiales Metálicos, 1988

AMERICAN SOCIETY FOR MATERIALS, ASM; Handbook of Metalography and Microstructure, Volume 9, 1992

AMERICAN SOCIETY FOR MATERIALS, ASM; Handbook of Failure Analysis and Prevention, Volume11, 1992

AMERICAN SOCIETY FOR MATERIALS, ASM; Handbook of Fractography, Volume12, 1992

AMERICAN SOCIETY FOR MATERIALS, ASM; Handbook of Fatigue and Fracture, Volume19, 1992

#### DOCUMENTOS WEB RECOMENDADOS

• New Hampshire Materials Laboratory Inc.

http://nhml.com/resources\_NHML\_Scanning-Electron-Microscopes.php

• Description of a vacuum system

http://privatewww.essex.ac.uk/~bolat/basicvacuumsystem.html

• Electron Microprobe Notes: Vacuum system

http://www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe/Vacuum-DiffPump.html

• Electron Microprobe Notes: Effects of Electron Bombardment

http://www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe/Interact-Effects.html

• Electron Microprobe Notes: Light Optical Microscope

http://www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe/Imaging-Light.html

• Electron Microprobe Notes: Scintillation detector

http://www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe/WDS-Scintillation.html

• Electron Microprobe Notes: Multi-Channel Analyzer

http://www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe/EDS-MCA.html

• Electron Microprobe Notes: EDS vs. WDS detection

## http://www4.nau.edu/microanalysis/Microprobe/EDS-EDSvsWDS.html

• High Vacuum Diffusion Pump - SPI supplies

## http://www.2spi.com/catalog/vac/santovac-5-diffusion-pump-fluid-technicalpaper.html

Sputtering

# http://www.icmm.csic.es/fis/espa/sputtering.html

 Paper - Aplicaciones de Microscopía Electrónica De Barrido (SEM) Y Análisis de Fractura de una Aleación de Cu – 10 Al

## http://cabierta.uchile.cl/revista/28/articulos/pdf/edu3.pdf

• Oklahoma State University, School of Geology

## http://fp.okstate.edu/catlos/eprobe/Images.htm

• Austrian Academy of Sciences - Fracture

http://www.oeaw.ac.at/esi/english/research/topics/frac/cleavage-frac.html

# http://www.oeaw.ac.at/esi/english/research/materials/met/tungsten.html

• Types/directions of Cleavage Fracture

# http://academic.brooklyn.cuny.edu/geology/grocha/mineral/cleavage.html

• SEM micrographs and TEM image of our sintered SiC fiber

# http://www.nature.com/nature/journal/v391/n6669/fig\_tab/391773a0\_F1.html

• Types of Failure - Fatigue

#### http://www.sv.vt.edu/classes/MSE2094\_NoteBook/97ClassProj/anal/kelly/fatig ue.html

• Failure Analysis – Industrial Case Studies

http://www.tech.plym.ac.uk/sme/Interactive\_Resources/tutorials/FailureAnalys is/Fractography/Fractography\_Resource.htm

http://www.tech.plym.ac.uk/sme/Interactive\_Resources/tutorials/FailureAnalys is/Fractography/Fractography\_Resource1.htm

http://www.tech.plym.ac.uk/sme/Interactive\_Resources/tutorials/FailureAnalys is/Fractography/Fractography\_Resource2.htm

http://www.tech.plym.ac.uk/sme/Interactive\_Resources/tutorials/FailureAnalys is/Fractography/Fractography\_Resource3.htm

http://www.tech.plym.ac.uk/sme/Interactive\_Resources/tutorials/FailureAnalys is/Fractography/Fractography\_Resource4.htm

<u>http://www.tech.plym.ac.uk/sme/Interactive\_Resources/tutorials/FailureAnalys</u> <u>is/Fractography/Fractography\_Resource5.htm</u>