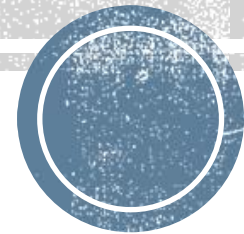


# **Preparación de probetas ceramográficas y cortes delgados para el estudio microestructural**

Ingeniería de Materiales, 2020

Ing. Teresa Antequera



# Ceramografía

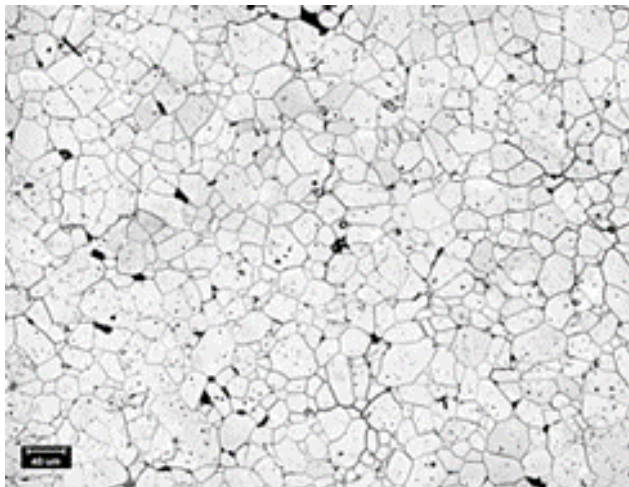
**La ceramografía es el arte y la ciencia de preparación, examen y evaluación de microestructuras cerámicas**

- La microestructura es el nivel de estructura ligeramente mayor que la longitud de onda de la luz visible, entre aproximadamente una y 100  $\mu\text{m}$ , que incluye la mayoría de los granos, fases secundarias, límites de grano, poros, hendiduras de microgrietas y microdureza.
- La mayoría de las propiedades mecánicas, ópticas, térmicas, eléctricas y magnéticas se ven afectadas significativamente por la microestructura.
- El método de fabricación y las condiciones del proceso generalmente están indicados por la microestructura.
- La causa raíz de muchas fallas cerámicas es evidente en la microestructura.

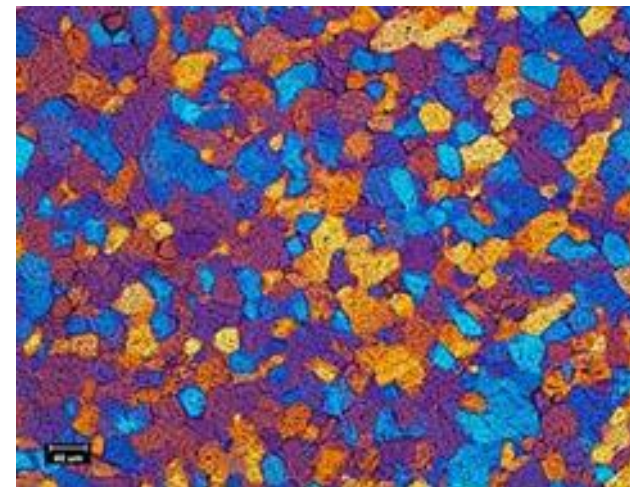


La ceramografía es parte del campo más amplio de la materialografía, que incluye todas las técnicas microscópicas de análisis de materiales, como la metalografía, la petrografía y la plastografía.

- ❖ La ceramografía generalmente se reserva para cerámicas de alto rendimiento para aplicaciones industriales, como 85-99.9% de alúmina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), circonia ( $\text{ZrO}_2$ ), carburo de silicio ( $\text{SiC}$ ), nitruro de silicio ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) y compuestos de matriz cerámica. Raramente se usa en cerámicas de cerámica blanca como sanitarios, azulejos y vajilla.



Alúmina al 99% atacada térmicamente



Sección delgada de Alúmina al 99%



# Preparación de especímenes ceramográficos

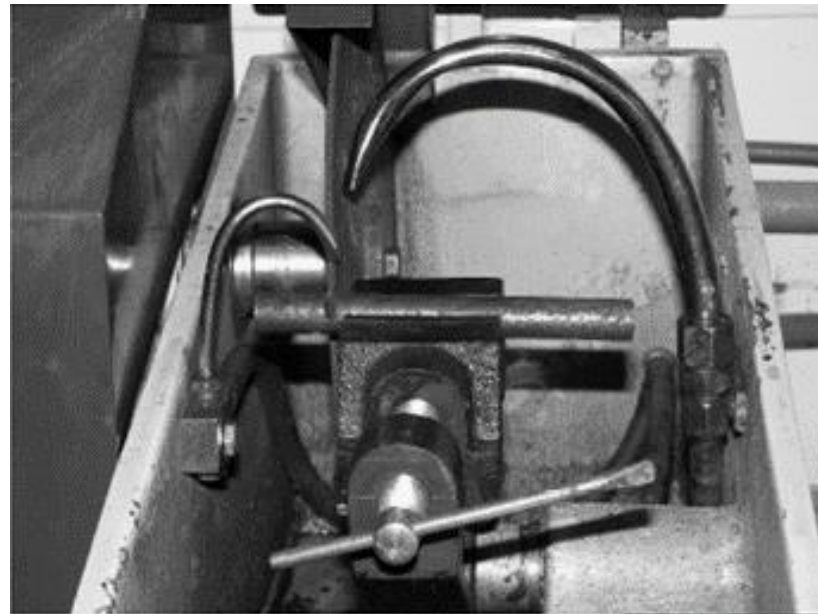
La preparación de muestras de cerámica para el análisis microestructural consta de cinco pasos generales:

- Corte
- Montaje o Encapsulado
- Desbaste
- Pulido
- Ataque



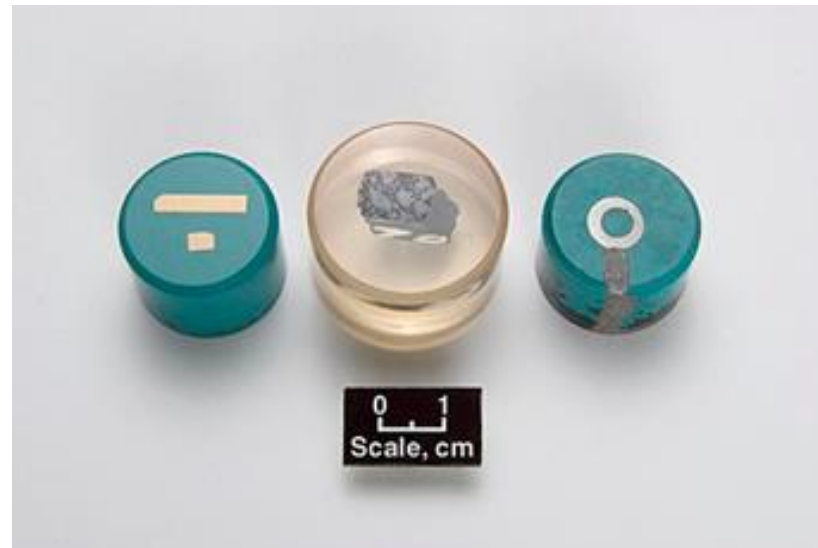
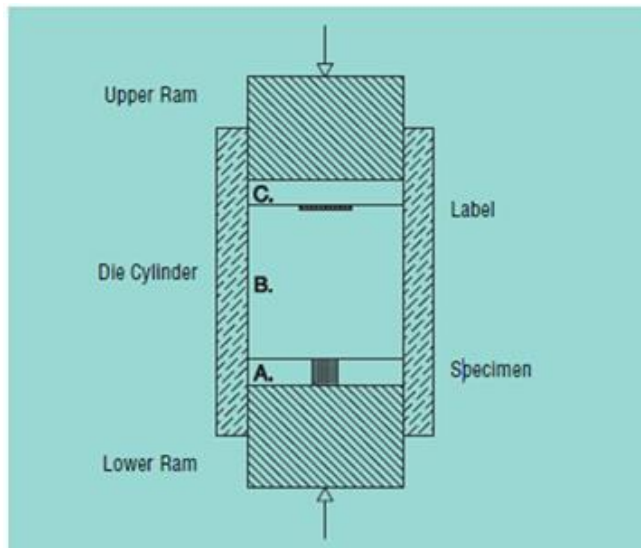
# Corte

La mayoría de las cerámicas son extremadamente duras y deben ser cortadas en húmedo con un disco de corte abrasivo circular incrustado con partículas de diamante. Una cortadora de metalografía equipada con un disco de corte de diamante de baja densidad suele ser adecuado. El disco debe refrigerarse mediante pulverización continua con líquido.



# Montaje o Encapsulamiento

Para facilitar la preparación adicional, la muestra cortada generalmente está montada o encapsulada en un disco de plástico, de 25, 30 o 35 mm de diámetro. Una resina sólida termoendurecible, activada por calor y compresión, por ej. epoxi relleno de minerales, es el mejor para la mayoría de las aplicaciones. Se puede usar una resina moldeable (líquida) como epoxi, acrílico o poliéster sin relleno para cerámicas refractarias porosas o dispositivos microelectrónicos. Se usan también resinas moldeables con colorantes fluorescentes que ayudan en la microscopía de fluorescencia. Las muestras izquierda y derecha en la Figura de la derecha fueron incrustadas en epoxi lleno de minerales. El refractario del centro de dicha figura en la está montado en acrílico moldeable transparente.





## Desbaste

El desbaste es la abrasión de la superficie de interés por partículas abrasivas, generalmente diamante, que se unen al papel o un disco de metal. El desbaste borra las marcas del disco de corte, suaviza la superficie y elimina el material a la profundidad deseada. Una secuencia de desbaste típico para la cerámica es un minuto en un disco de diamante aglomerado con 240 grit que gira a 240 rpm y se lubrica con agua corriente, seguido de un tratamiento similar en un disco de 400 grit. La muestra se lava en un baño ultrasónico después de cada paso u otro dispositivo de limpieza.



# Pulido

El pulido es la abrasión mediante abrasivos libres que están suspendidos en un lubricante y pueden rodar o deslizarse entre la muestra y el papel soporte. El pulido borra las marcas del desbaste y suaviza el espécimen a un acabado tipo espejo. El pulido en una platina metálica desnuda se llama lapeado. Una secuencia típica de pulido para cerámica es de 5 a 10 minutos cada una con pasta de diamante de 15, 6 y 1  $\mu\text{m}$  o suspensión sobre paño que gira a 240 rpm. La muestra se lava nuevamente en un baño ultrasónico u otro dispositivo después de cada paso.



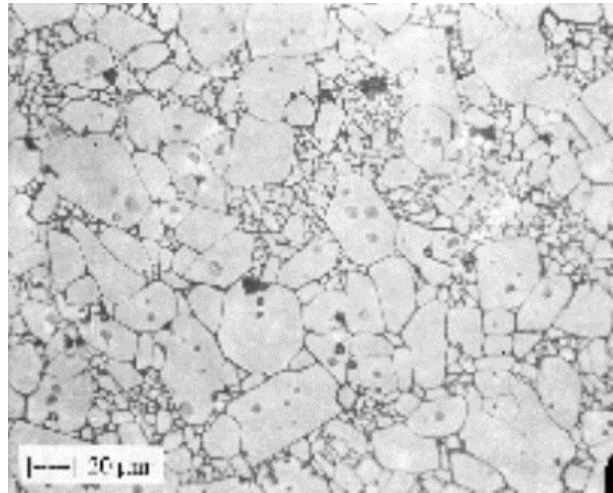


# Ataque

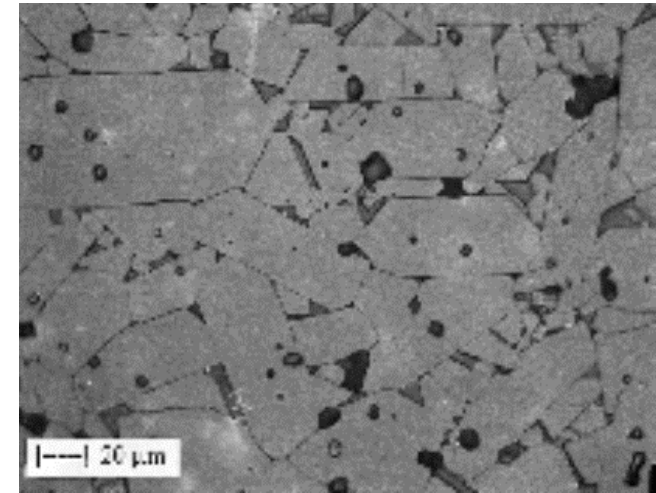
El ataque revela y delimita los límites de grano y otras características microestructurales que no son evidentes en la superficie pulida. Los dos tipos más comunes de ataque en ceramografía son la corrosión química selectiva y un tratamiento térmico de alivio.

## Tipos de ataque

- ✓ Térmico
- ✓ Químico
- ✓ Electrolítico
- ✓ Por sales fundidas
- ✓ Teñido térmico
- ✓ Otros



Alúmina al 99,5%, prensada isostáticamente en frío y atacada térmicamente



Alúmina al 98% atacada químicamente

Ej: la alúmina se puede atacar químicamente por inmersión en ácido fosfórico concentrado hirviendo durante 30-60 segundos, o atacar térmicamente en un horno durante 20-40 min a 1500 °C (2732 °F) en aire. El montaje o encapsulado en plástico debe eliminarse antes del ataque térmico.



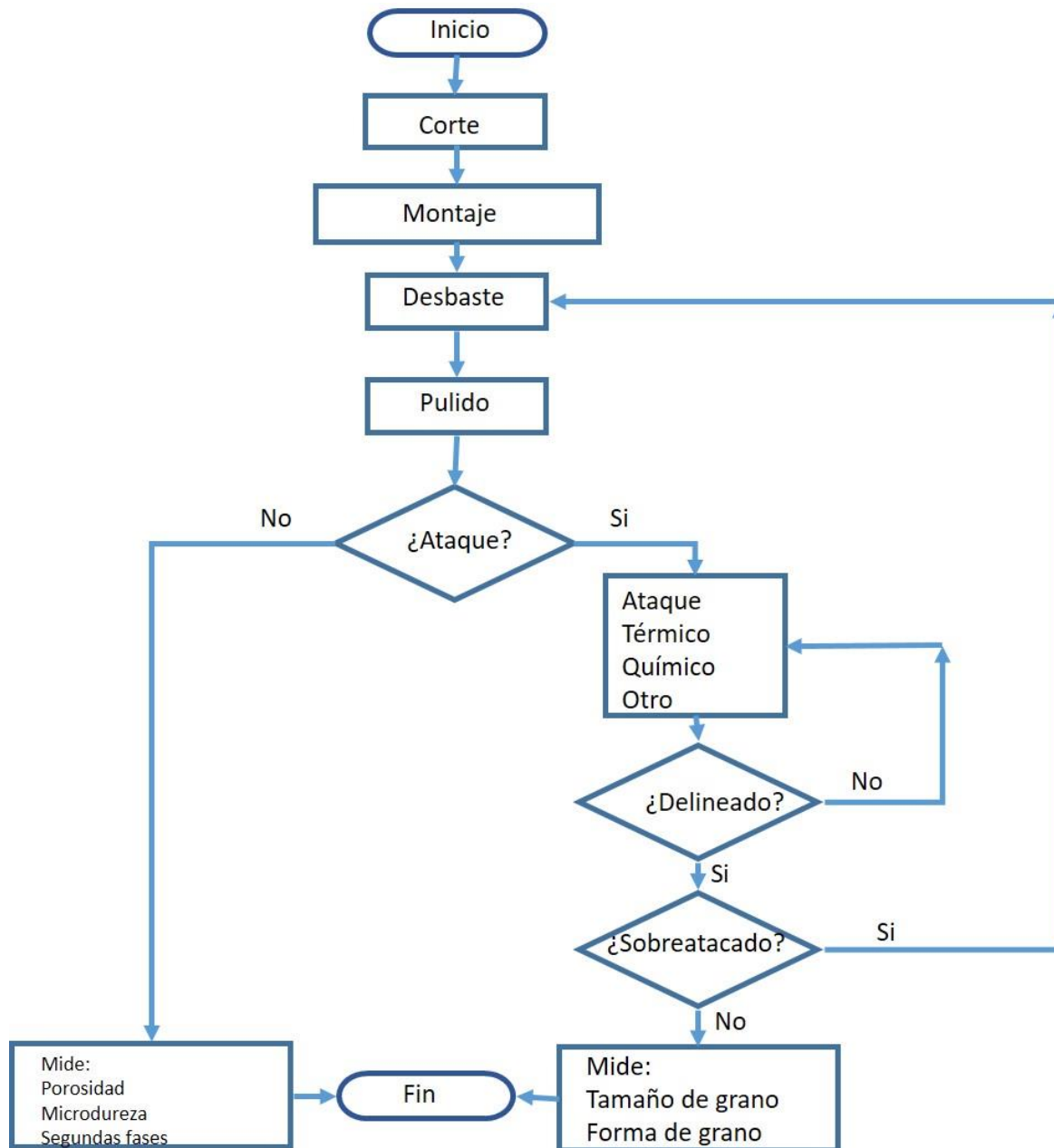


Diagrama de flujo de preparación ceramográfica y análisis.



# Cortes delgados o láminas delgadas

Alternativamente, la cerámica no cúbica se puede preparar como secciones delgadas, también conocidas como secciones petrográficas, para su examen por microscopía de luz transmitida polarizada.

En esta técnica, el espécimen:

1. se corta a ~ 1 mm de espesor e impregna
2. se pega a un portaobjetos de microscopio
3. Se desbasta o corta a un grosor cercano a 30  $\mu\text{m}$ .
4. Se pega un cubreobjetos o se coloca laca sobre la superficie expuesta

Los adhesivos, como la resina epoxídica o de bálsamo de Canadá, deben tener aproximadamente el mismo índice de refracción ( $n \approx 1.54$ ) que el vidrio.

La mayoría de las cerámicas tienen un coeficiente de absorción muy pequeño ( $\alpha \approx 0.5 \text{ cm}^{-1}$  para alúmina) y se pueden ver con luz transmitida.





Corte



Impregnación



Desbaste



Pegado de cubreobjeto o laqueado



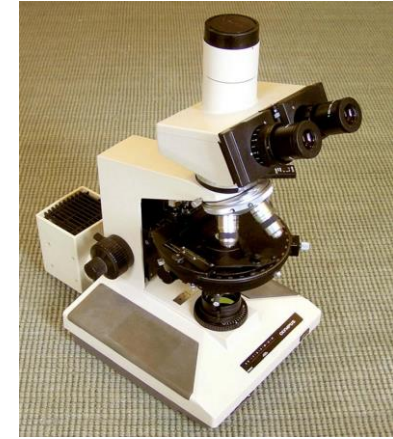
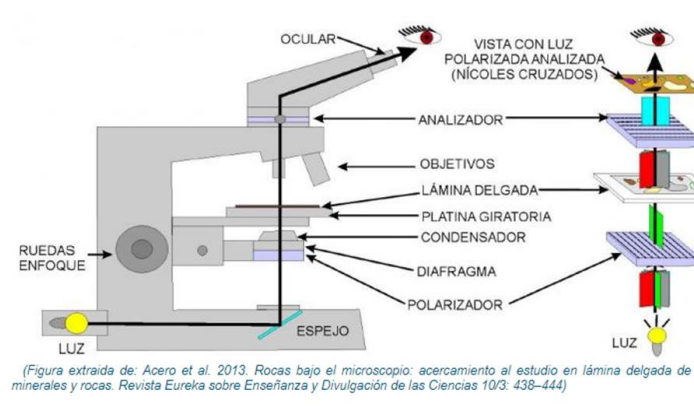
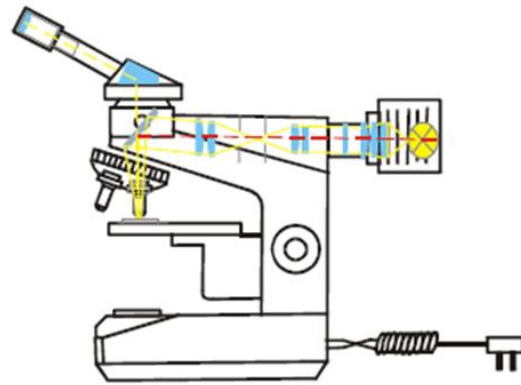
Cortes delgados



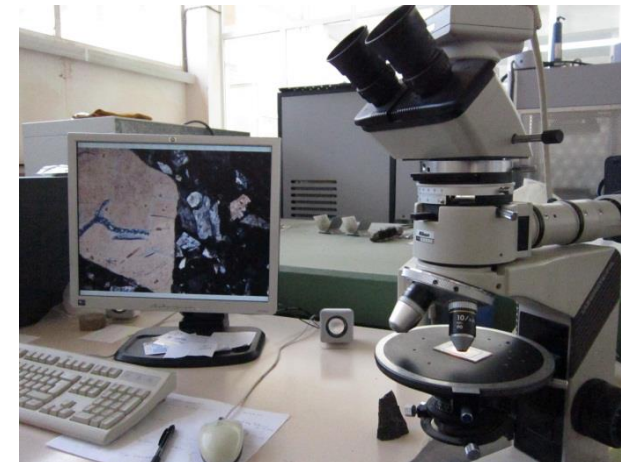
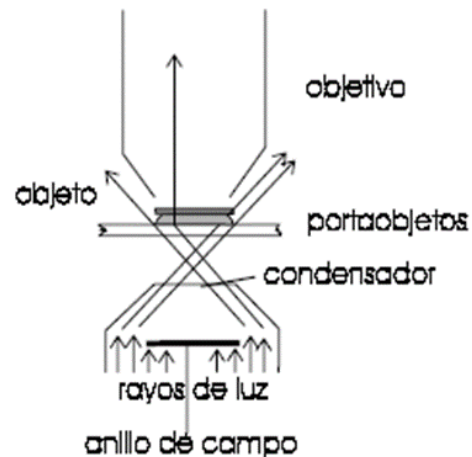


# Análisis ceramográfico

- ❖ Las microestructuras de cerámica se analizan con mayor frecuencia mediante microscopía de luz visible reflejada en campo claro.



- ❖ La luz polarizada transmitida se usa con secciones delgadas, donde el contraste entre los granos proviene de la birrefringencia.

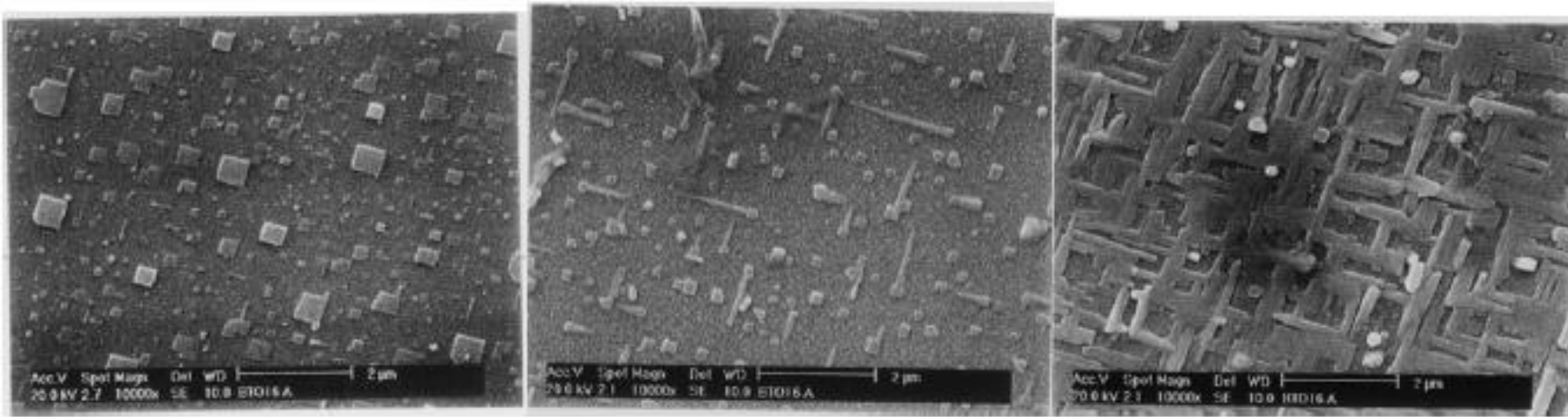


- ❖ Las microestructuras muy finas pueden requerir un mayor aumento y resolución de un microscopio electrónico de barrido (SEM)

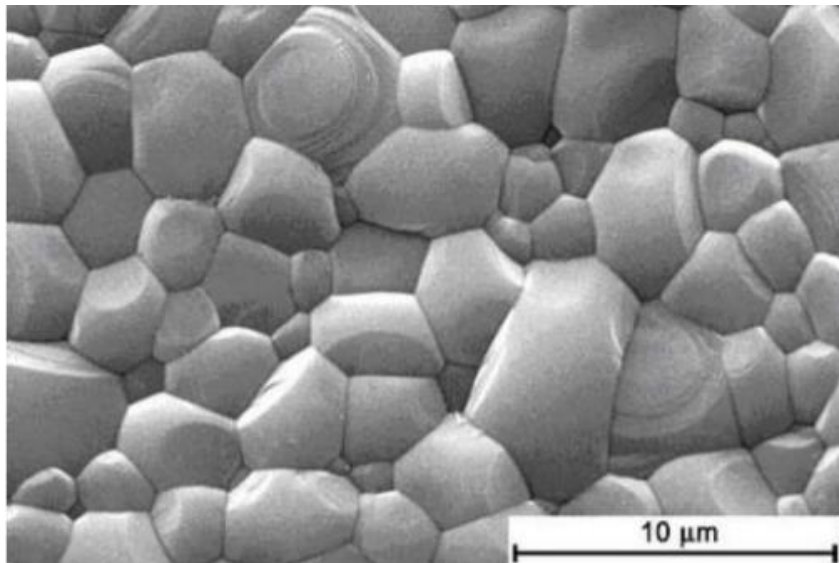
## MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO



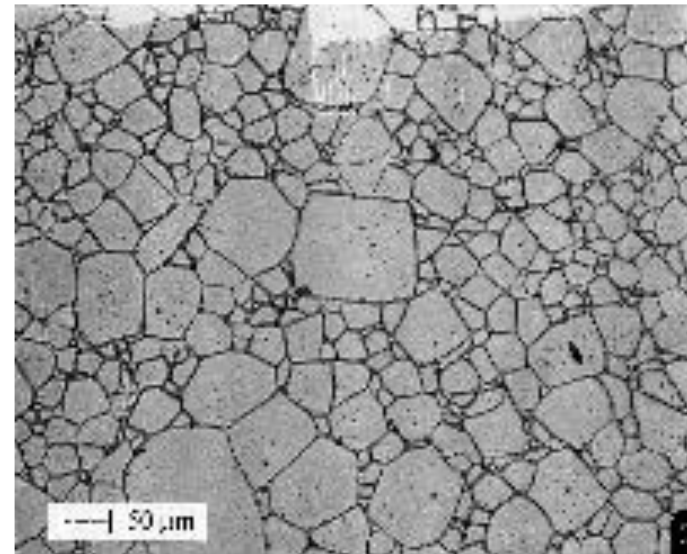




Serie de imágenes SEM mostrando las distintas fases de crecimiento de una lámina delgada de  $\text{Bi}_{12}\text{TiO}_{20}$



Superficie de fractura de un Nitruro de Aluminio

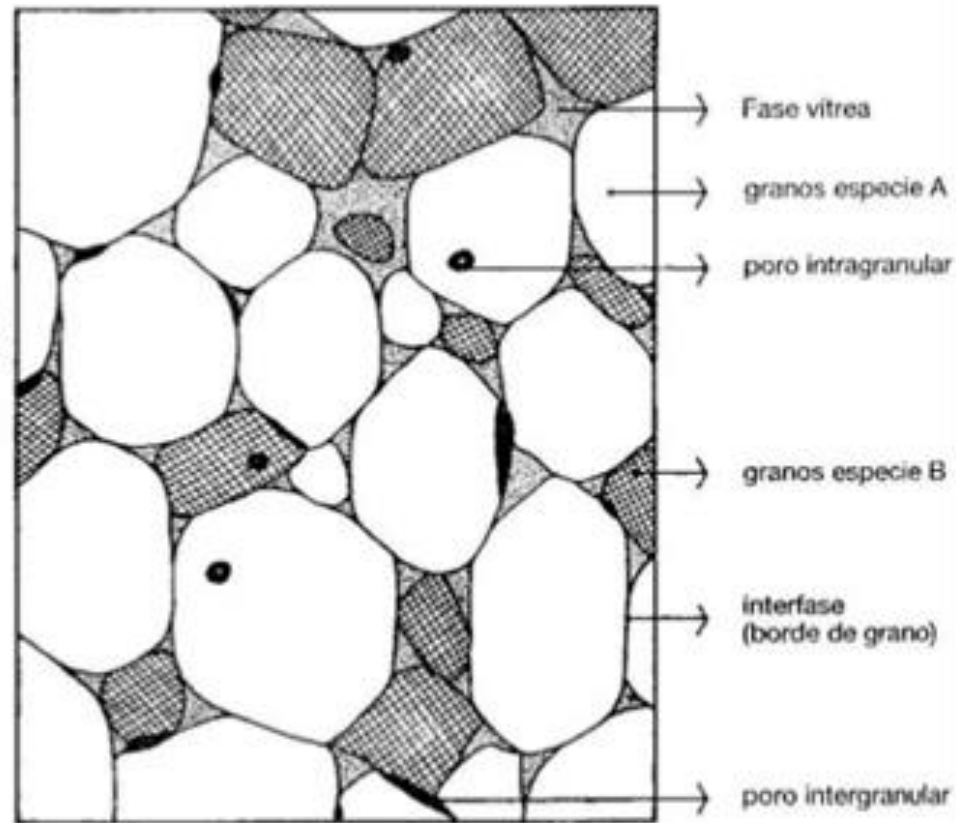


Espinela de Aluminio



Esquema de la microestructura de un material cerámico policristalino.

Fig. 15



Fase A: conjunto de todos los granos de la especie A.  
Fase B: conjunto de todos los granos de la especie B.  
Fase vítrea: conjunto de todas las fases no cristalinas (no corresponde a ninguna especie cristalográfica y su composición no es homogénea).  
Porosidad: conjunto de todas las inclusiones gaseosas (poros).

