

# LA METALOGRAFÍA CUANTITATIVA EN LA INVESTIGACIÓN DE ALEACIONES FERROSAS Y NO FERROSAS

\* Ing. Eusebio Dionicio Padilla, Ing. Víctor Vega Guillén, Ing. Edgardo Tabuchi Matsumoto, Ing. Gustavo Vela Prado, Ing. Oswaldo Gonzales Reynoso.

## RESUMEN

El estudio “La metalografía cuantitativa en la investigación de aleaciones ferrosas y no ferrosas”, ha determinado la medida promedio de tamaño de grano incluyendo un procedimiento planimétrico de Jeffries en los materiales: acero al carbono SAE 1010 y acero inoxidable AISI 316. Asimismo la cámara digital incorporada al microscopio metalográfico ha posibilitado la aplicación del análisis por imágenes para el estudio de la microestructura de los materiales.

Palabras clave: Metalografía cuantitativa, análisis de imagen, tamaño de grano

## ABSTRACT

The study «Quantitative metallography in the research on ferrous and non-ferrous alloys», has determined the average measure of grain size, including a planimetric procedure of Jeffries, in the materials: carbon steel SAE1010 and stainless steel AISI 316. Also, the acquisition of a digital camera and the incorporation of the metallographic microscope has facilitated the application of image analysis to the study of materials microstructure.

Key words: Quantitative metallography, image analysis, grain size.

## I. INTRODUCCIÓN

Se sabe que existe cierta relación entre la tenacidad de los aceros y el tamaño de grano.

Siempre se han preferido los aceros de grano fino, porque las herramientas y piezas fabricados con esos aceros, tiene mayor tenacidad que los fabricados con acero de grano grueso.

Los trabajos de REALIMUR, la empresa sueca Lidholnes AKTIEBOLAGET, RAGNAR ARPI, Mc QUAID y EHN.B.E SHEPHERD de la INGER-SOLL RAND Company ayudaron a explicar el comportamiento de determinadas aleaciones de aceros y la decisiva influencia del tamaño del grano en la calidad de las piezas o herramientas de acero.

J. Ruiz Fernández y R. Nananso Olmedo de CENIM investigaron un método de comparación de evaluación cuantitativa de constituyentes microscópicos con una escala de patrones.

A. R. Marmai, O. J. Gallo y P. Bravino de Mármol de CONICET estudiaron una metodología de control de calidad de soldaduras de fundición nodular mediante el análisis micrográfico cuantitativo estereológico.

J. M. García de Miguel de CENIM estudia y da a conocer la tecnología del análisis de imágenes en las estructuras sólidas.

## **II. JUSTIFICACIÓN**

- Investigar nuevos conocimientos en la metalografía cuántica.
- La aplicación de la tecnología de análisis de imágenes mediante analizadores automáticos en las mediciones de fases y tamaño de grano.
- Repotenciar los microscopios metalográficos de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica aplicando nuevos conocimientos y aplicaciones específicas.
- La implementación de patrones, accesorios, instrumentos, etc., que hagan viable el análisis por imágenes de la estructura en materiales en general.

## **III. OBJETIVOS**

- Disponer de la información básica que haga posible la implementación del análisis por imágenes en los microscópicos metalográficos.
- Adquisición de un software y hardware que haga posible el análisis por imágenes para el estudio de las microestructuras de los materiales.
- La divulgación del conocimiento y aplicaciones específicas mediante la implementación de cursos de metalografía cuántica en el mercado.

## **IV. MATERIAL, EQUIPOS Y MÉTODOS**

### **Material**

Para el presente estudio de investigación se ha empleado acero al carbono, y acero inoxidable, en los que, por su naturaleza, los granos son definidos a fin de aplicar la metodología existente.

### **Equipos**

El equipo empleado para la investigación ha sido el microscopio metalográfico marca ZEISS, con cámara fotográfica incorporada para obtener la microestructura hasta mil aumentos.

### **Métodos**

En metalografía a menudo es necesario establecer cuantitativamente valores diferentes tales como:

1. El número de partículas o poros por unidad de volumen (las partículas se usan aquí en el sentido de partículas sueltas o unidades separadas de un constituyente en la matriz; granos y tamaños de grano se refieren a los cristales de la matriz y su tamaño).
2. El tamaño de las figuras presentes en la probeta.
3. El tamaño del grano del material.
4. La fracción de volumen de las fases presentes en una probeta.

Generalmente, los cálculos de la fracción de volumen a partir de las mediciones cuantitativas sobre una superficie de un material opaco solamente puede, proporcionar valores aproximados. No obstante, este método es empleado casi sin excepción.

### **FRACCIÓN DE VOLUMEN**

Una de las más simples y más útiles mediciones es el conteo de puntos (descrito en ASTM E562) usado para estimar las fracciones, volumen de los constituyentes micro estructurales. Aun cuando se puede emplear otros procedimientos, el conteo de puntos es el más eficiente, es decir da la mejor seguridad con el mínimo esfuerzo. Para efectuar esta prueba se emplea una rejilla transparente de plástico con un número de puntos sistemáticamente (usualmente se emplean cruzados, donde el "punto" es la intersección de los brazos) espaciados, típicamente de 9, 16, 25, 49, 64 y 100, que se coloca sobre una micrografía y en una pantalla de proyección o insertada como una retícula en el ocular. Se cuenta el número de puntos que yacen a lo largo de la fase o constituyente de interés y se divide por el número total de puntos de la rejilla. El número de puntos que yacen sobre una frontera, límite o contorno se cuenta como medio punto. Este procedimiento se repite sin predisposición en un número de campos seleccionados, es decir, sin mirar la pantalla.

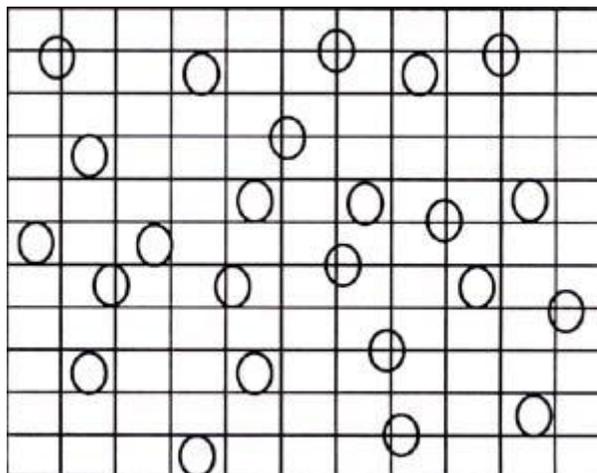
La fracción punto  $P_p$  está dada por:

$$P_p = P_a / P_T \dots\dots (1)$$

donde  $P_a$  es el número de puntos de la rejilla que yacen o descansan dentro de la partícula, figura o forma de interés, más la mitad del número de puntos de la rejilla que descansan en los límites, bordes o frontera de la partícula y  $P_T$  es el número total de puntos de la rejilla. Los estudios han mostrado que la fracción punto es igual a la fracción área  $A_A$  y a la fracción volumen  $V_V$  de las partículas de la segunda fase.

$$P_p = A_A = V_V \dots\dots\dots (2)$$

Veamos un ejemplo:



**Área total = 678,6mm<sup>2</sup>**  
**Facción del área = 678,6/12100 = 0,056 = 5,6%**

Se extiende un modelo de rejilla cuadrado con 100 intersecciones sobre este campo; cuatro intersecciones están dentro de las partículas y 4 en la interfase.

Número de topes =  $4 + 1/2 (4) = 6$

Facción del área =  $6/100 = 0,06 = 6\%$

En el área de medición hay 24 partículas de 6 mm, como el área es 12100 mm<sup>2</sup>

Número de partículas por unidad de área =  $NA = 24/12100 = 0,00198$

Área promedio de la partícula:

$A = \text{Facción volumen } (V_v) / NA$

$A = 0,06/0,00198 = 30,25\text{mm}^2$

Que está muy cerca al área de la partícula que es de 28,27 mm<sup>2</sup>

## **MÉTODOS DE COMPARACIÓN**

Como una regla, el método más rápido para investigaciones de rutina es comparar la superficie de la probeta o micrografías de ella con series de cartas estándar.

Para establecer el tamaño del grano (su sección 5.41) las cartas estándares han sido publicadas por ASTM (American Society for Testing and Materials); ISO (International Organization for Standardization) y la Swedish Standards Institution (SIS Standards). Para la determinación de inclusiones, los estándares han sido publicados por la Swedish Ironmaster's Association (Subsección 5.31). También, cartas estándares de la ASTM están disponibles para la determinación de porosidad en carburos sinterizados y para la clasificación de estructuras de grafito en hierro fundido gris.

Usando la comparación de métodos se ha mostrado que es importante que la comparación sea hecha rápidamente y que cada sección sea estudiada en el mismo intervalo de tiempo.

Contando con un número de microscopios se deben dar facilidades para insertar estándares adecuados que sean reproducidas simultáneamente con el objeto, de una rápida y fácil comparación.

## **TAMAÑO DE GRANO**

Una de las mediciones micro estructurales cuantitativas más comunes es aquella del tamaño de grano de metales y aleaciones. Numerosos procedimientos han sido desarrollados para estimar el tamaño de grano, estos procedimientos están sintetizados en detalle en ASTM E112

Algunos tipos de tamaño de grano son medidos, tamaño de grano de la ferrita, tamaño de grano de la austenita y tamaño de grano de la austenita previa. Cada tipo presenta problemas particulares asociados con la revelación de estos bordes de manera que puede obtenerse un rango exacto.

## **MÉTODOS**

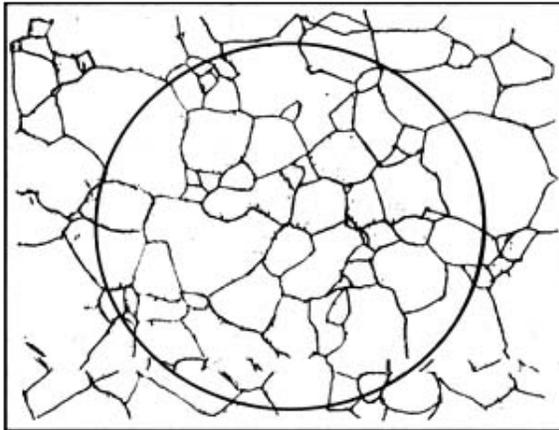
### **MÉTODOS PLANIMÉTRICOS**

El más antiguo procedimiento para medir el tamaño de grano de los metales es el método planimétrico. Un círculo de tamaño conocido (generalmente 19.8 mm f, 5000 mm<sup>2</sup> de área) es extendido sobre una microfotografía o usado como un patrón sobre una pantalla de proyección. Se cuenta el número de granos que están completamente dentro del círculo n<sub>1</sub> y el número de granos que interceptan el círculo n<sub>2</sub>. para un conteo exacto los granos deben ser marcados cuando son contados lo que hace lento este método. La Fig. 1 ilustra el método planimétrico.

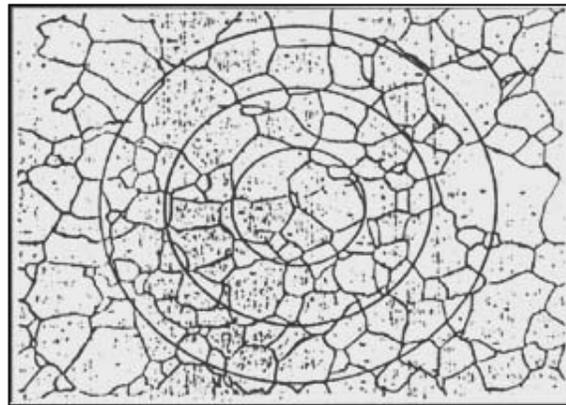
## MÉTODOS DE INTERCEPCIÓN

El método de intercepción es más rápido que el método planimétrico debido a que la microfotografía o patrón no requiere marcas para obtener un conteo exacto. La ASTM E112 recomienda el uso de un patrón consistente en 3 círculos concéntricos con una longitud total de la línea de 500 mm (patrón disponible de la ASTM).

La Fig. 2 ilustra el método de intercepción para una aleación de una sola fase.



**FIGURA 1.** Ejemplo de la medición del tamaño de grano por el método planimétrico (Jeffries). Micrografía de un acero al manganeso austenítico recocido a 1040°C, envejecido a 620°C para decorar los contornos de grano con perlita fina. El círculo tiene un diámetro de 79.8 mm para un área de 5000 mm<sup>2</sup>, se hace un conteo para determinar el número de granos completamente dentro del círculo y el número que interceptan al círculo. El multiplicador Jeffries para 100 es 2 a IX es (2)  $(44 + 25/2) = 113$ , el tamaño de grano ASTM es  $(3,322 \log 113) - 2.95 = 3.87$  redondeando a 3.9 a 4).



**FIGURA 2.** Ejemplo de la medición de tamaño de grano, usando el método de intercepción de Heyn. Los 3 círculos concéntricos tienen diámetros de 79.5 x 47.8 y 31.8 mm para una línea de longitud total de 500 mm. La ampliación de esta microfotografía es 500 X de aquí que la real es 1 mm. Un conteo del número de intercepciones de contornos de grano (límite de grano) (algunos no son bien delineados por el reactivo vital, problema común, especialmente si se usan dispositivos automatizados) revela 60 intercepciones de contornos de grano y 7 intercepciones de uniones triples. Luego:  $P = 7 (1.5) + 60 = 70.5$  y  $PL = 70.5/1 \text{ mm}$ . Por consiguiente  $L-3 = 1/PL = 0.0142 \text{ mm}$ . El número de tamaño de grano ASTM puede ser calculado usando la ecuación (17);  $G = (-6.6557 \log 0.0142) - 3,298 = 8.98$  (alrededor de 9).

## ESTRUCTURA DE GRANO DE 2 FASES

El tamaño de grano de una fase particular en una estructura de 2 fases requiere la determinación de la fracción volumen de la fase de interés, es decir por el conteo de puntos. La fase menor (segunda fase) es de puntos contados y la fracción volumen de la fase mayor (fase matriz) se determina por diferencia.

A continuación se aplica sin predisposición una rejilla de prueba circular a la micro estructura, se cuenta el número de granos de la fase de interés interceptada por la línea de prueba  $N_a$ . La longitud de intercepción media lineal de los granos alfa  $L_{3\alpha}$  se determina por:

$$L_{3\alpha} = (V_v) (L/M) / N_a \dots\dots\dots (3)$$

Donde L es la longitud de la línea y M es la amplificación. El tamaño de grano ASTM puede ser determinado de las tablas en ASTM E o por el uso de la ecuación (17) de la norma ASTM.

El método se ilustra en la figura 3.

### ANÁLISIS DE IMAGEN

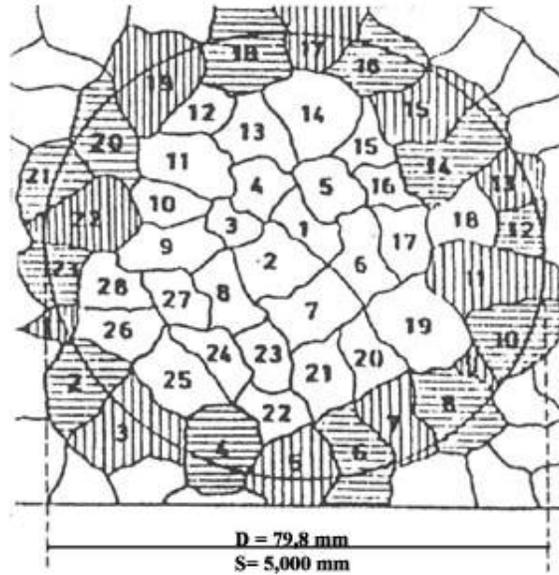
Las mediciones descritas en esta breve revisión y otras mediciones no discutidas pueden ser hechas con el uso de analizadores automáticos de imagen. Estos artefactos confían principalmente en el nivel gris de la imagen presentada en el monitor de la televisión para detectar las características deseadas. En algunos casos, la condición de complejas imágenes pueden ser utilizadas para ayudar a la separación. Sin embargo, algunas estructuras no pueden ser separadas completamente y para estas estructuras los dispositivos de trazado digital semiautomático pueden ser utilizados para mejorar la velocidad de medición.



**FIGURA 3. Ejemplo de la determinación de tamaño de grano en una aleación de 2 fases usando el conteo de puntos y el de intercepciones.**

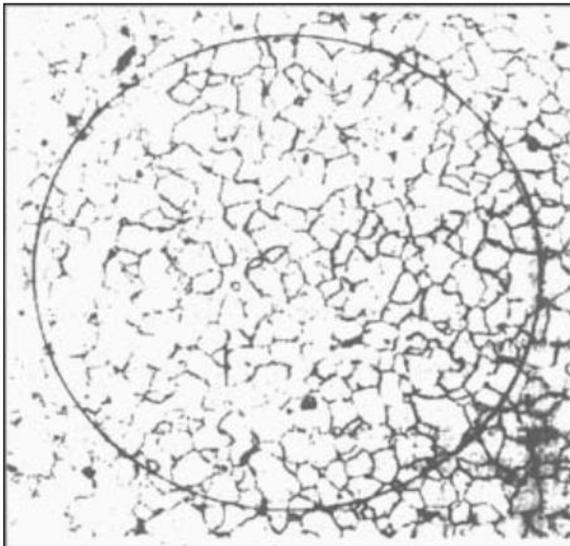
### V. RESULTADOS

Para el cálculo del tamaño de grano de los materiales que se investigan, se ha empleado el método planimétrico del Jeffries, cuyo recuento se presenta en la fig. 4.

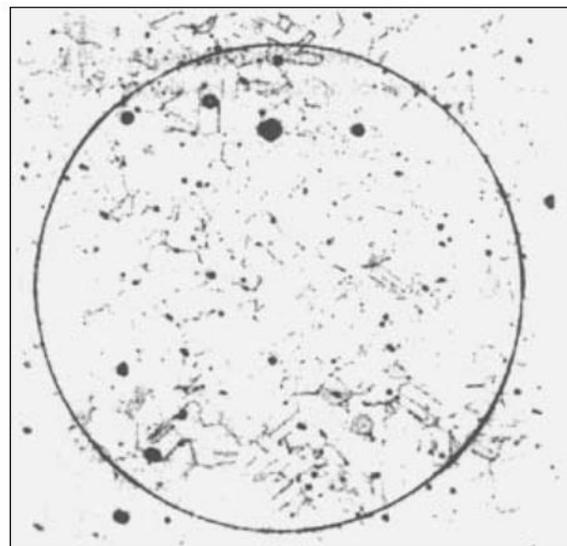


**FIGURA 4. Recuento convencional del número de granos observados**

Los materiales que se ensayan aparecen en las fig. 5 y 6



**FIGURA 5. Acero SAE 1010 (100X)**



**FIGURA 6. Acero inoxidable AISI 316 (100 X)**

### **CÁLCULOS:**

ACERO SAE 1010 (100x)

$$NA = f (N_{\text{interior}} + N_{\text{interceptado}} / 2 )$$

$f = \text{factor multiplicador de Jeffries} = 2$

$$N_A = 2(272 + 63/2) = 607$$

$$G = 3,321918 \cdot \log N_A - 2,954$$

$$G = 6,29$$

Redondeando a 6.3 ó 6.5 se obtiene el tamaño de grano 6.5

ACERO INOXIDABLE AISI 316 (100x)

$$N_A = f (N_{\text{interior}} + N_{\text{interceptado}} / 2)$$

$$N_A = 2(212 + 65/2) = 489$$

$$G = 3,321918 \cdot \log N_A - 2,954$$

$$G = 5,98$$

Redondeando a 6.00

Tamaño de grano 6.00

## VI. DISCUSIÓN

1.El método planimétrico de Jeffries se emplea preferentemente para granos equiaxiales, como es el caso de las microestructuras completamente recocidas, pero puede utilizarse cuando los granos no son equiaxiales sobre el vidrio deslustrado del microscopio o sobre una micrografía. Se limita preferentemente por una circunferencia de 79,8 mm de diámetro, un área de 5000 mm<sup>2</sup> admitiéndose también, un contorno cuadrado de 70,7 mm.

2.La medición del tamaño de grano relaciona, en el material, el número de granos por unidad de área, el diámetro promedio y la intercepción promedio.

3.El conteo de los granos es manual, siendo tedioso; un sistema cerrado mediante el uso de una cámara digital incorporada al microscopio metalográfico y un software de aplicación posibilitaría un método rápido y confiable para la medición.

## VII. CONCLUSIONES

1.El estudio de investigación sobre los materiales: acero al carbono SAE 1010 y acero inoxidable AISI 316 ha demostrado que es factible la determinación del tamaño de grano mediante el microscopio metalográfico.

2.La aplicación del método planimétrico de Jeffries es un método confiable, y para el presente estudio su aplicación ha sido manual.

3.La investigación ha demostrado que, a nivel de conocimiento, existen sistemas que incorporados al microscopio metalográfico hacen factible no sólo determinar el tamaño de grano sino la determinación de fases, el estudio de decarburización, espesor del recubrimiento y medición del tamaño y distribución de nódulos en hierro fundido nodular.

4.En la presente investigación se ha implementado la primera parte de un proyecto integral:

La adquisición de una cámara digital y accesorios para ser incorporada al microscopio metalográfico. Su empleo en vídeo, servirá para la enseñanza y para dar cursos en metalografía y ciencias de los materiales. En una segunda parte se deberá adquirir los softwares aplicados con el hardware respectivo.

## **BIBLIOGRAFÍA**

1. A. P. Guliar. *Metalografía*. Tomo I y II, Editorial MIR, Moscú, 1978.
2. ASTM Technical Publication 839. *Practical applications of quantitative metallography international metallographic society*, 1982.
3. J. Ruiz / R Naranjo. "Un método de comparación para el análisis metalográfico cuantitativo". En: Rev. Metal Cenim Vol. 7 Num. 4, 1971.
4. J. M. García de Miguel. "El análisis de las imágenes". En: Rev. Metal Cenim, Vol. 10, N° 4, 1974.
5. ASTM E. 112 Standard *test methods for determining average grain size*, 1996
6. LEICA Material Workstation. *Application Solution for Material Science*, 1997.