

INTRODUCCIÓN
A LA
METALOGRAFÍA CUANTITATIVA

Introducción

La metalografía cuantitativa es una herramienta de muestreo utilizada para cuantificar los aspectos morfológicos de un material, a través de imágenes obtenidas mediante técnicas ópticas (microscopía luz y microscopía electrónica).

La metalografía cuantitativa permite establecer relaciones entre los procesos, la micro-estructura y las propiedades mecánicas de los materiales aportando información necesaria para el establecimiento de modelos matemáticos que permitan el control y optimización de procesos y productos.

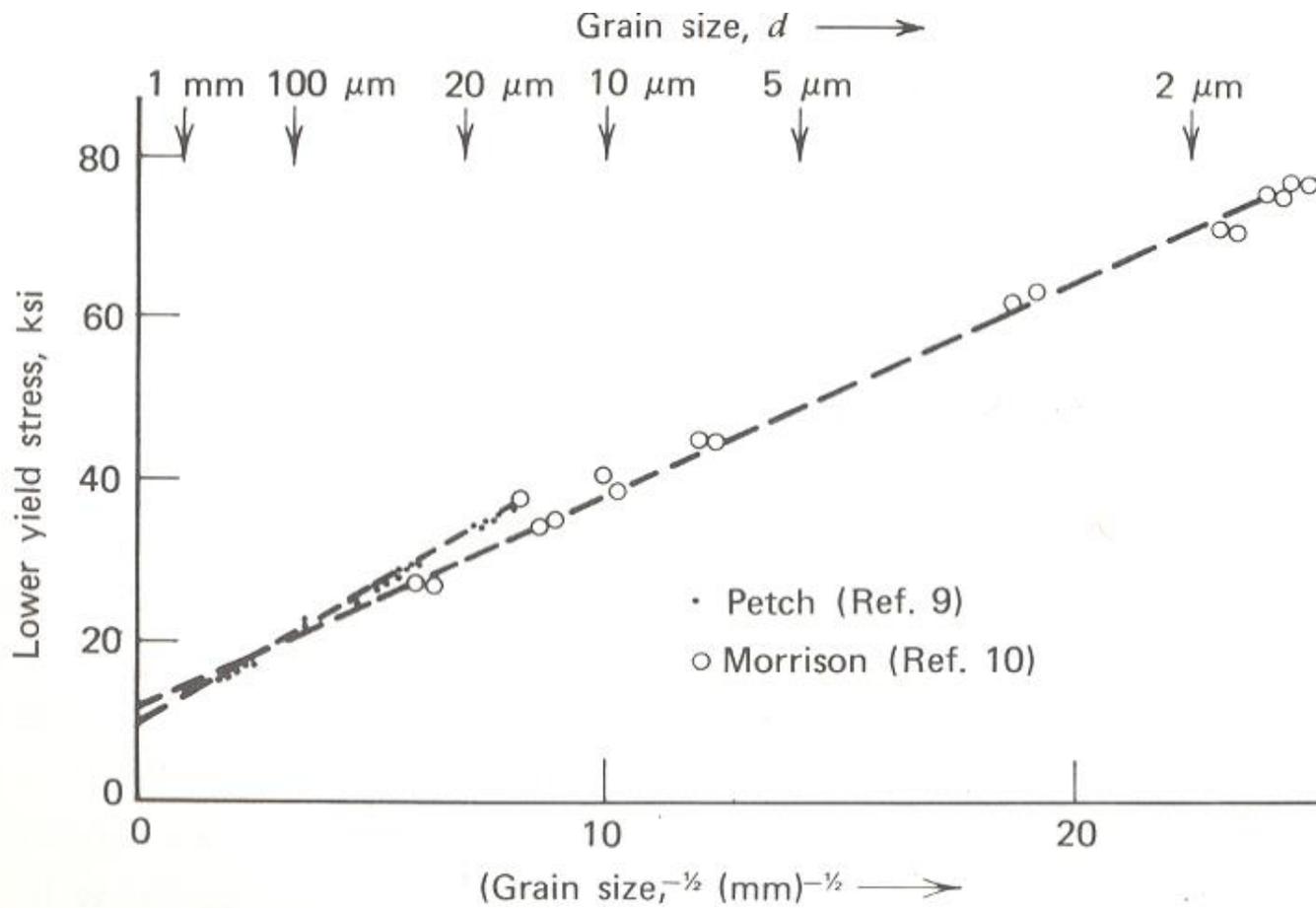


Figura 1 Variación del límite de fluencia en un acero en función del tamaño de grano

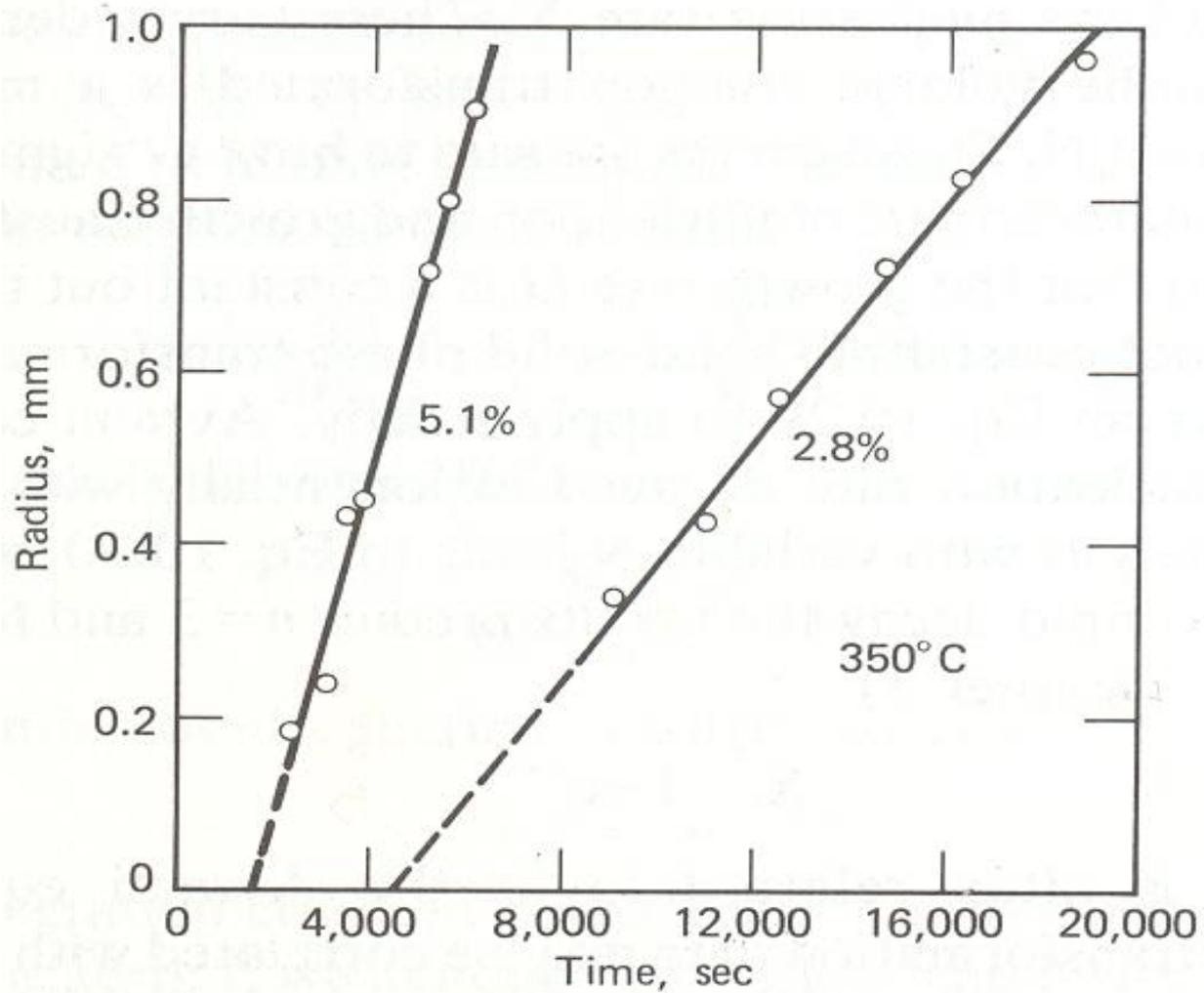


Figura 2 Radio de grano máximo en función del tiempo de calentamiento a 350°C para un aluminio con 2,8% y 5,1% de elongación

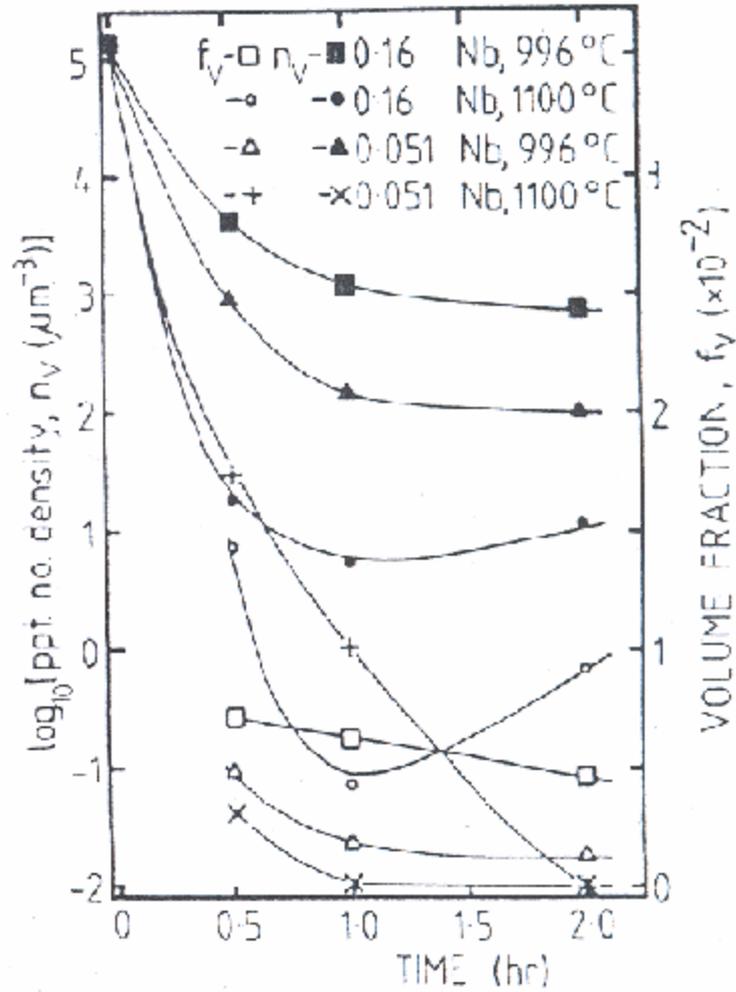


Figura 3 Fracción volumétrica de partícula y densidad numérica Vs tiempo para una acero con 0,051% y 0.16 de Nb recalentado a 100°C y 1100°C

Se fundamenta en la estereología, es la versión espacial de la teoría de muestreo, ciencia de las relaciones geométricas entre una estructura tridimensional y sus trazas en un plano.

Nociones de Estereología

“Conjunto de métodos para la exploración del espacio tridimensional a partir del conocimiento de secciones bidimensionales o de proyecciones sobre el plano; es decir se trata de la extrapolación del plano al espacio.”

Hans Elias

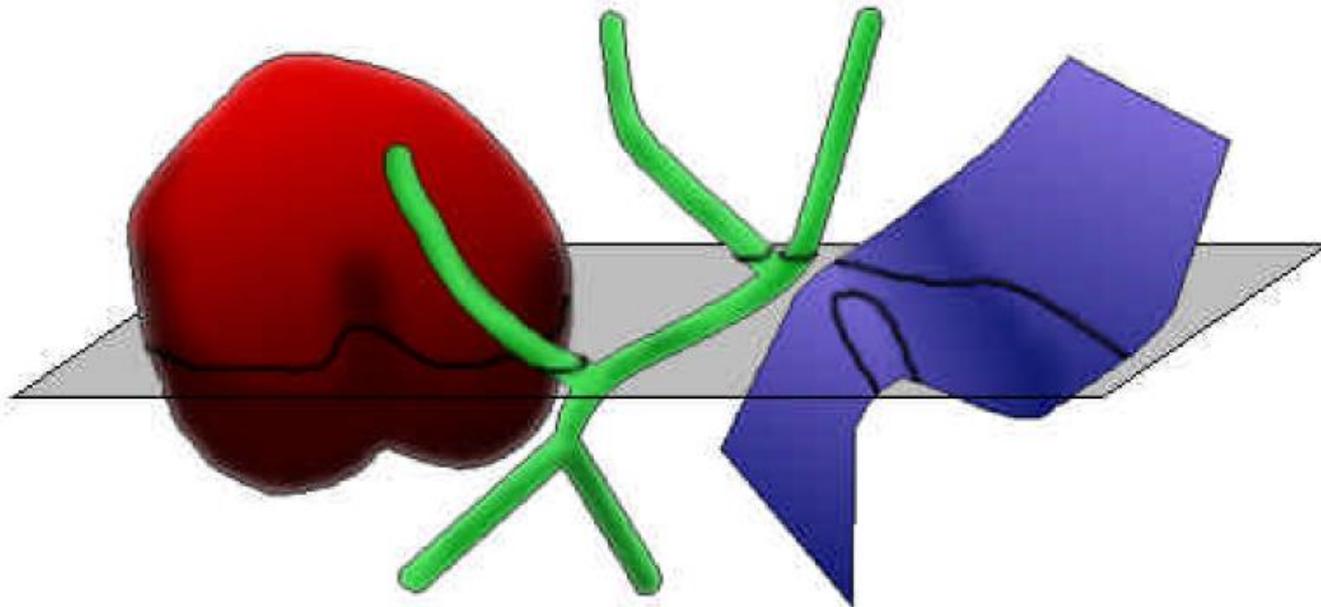
Estas relaciones geométricas nos proveen de un conjunto de herramientas que pueden relacionar mediciones realizadas sobre imágenes planas de un material cualquiera, con parámetros importantes de un rasgo microestructural tridimensional del material en estudio.

Se fundamenta en la probabilidad geométrica y el muestreo estadístico y utiliza técnicas simples de estimación no paramétricas, "parámetros geométricos" tales como, el volumen y el área superficial

La estimación depende sólo de propiedades fundamentalmente geométricas y de la teoría clásica de muestreo, por lo tanto sus métodos son casi siempre suposiciones libres y como consecuencia son aplicables en diferentes ciencias.

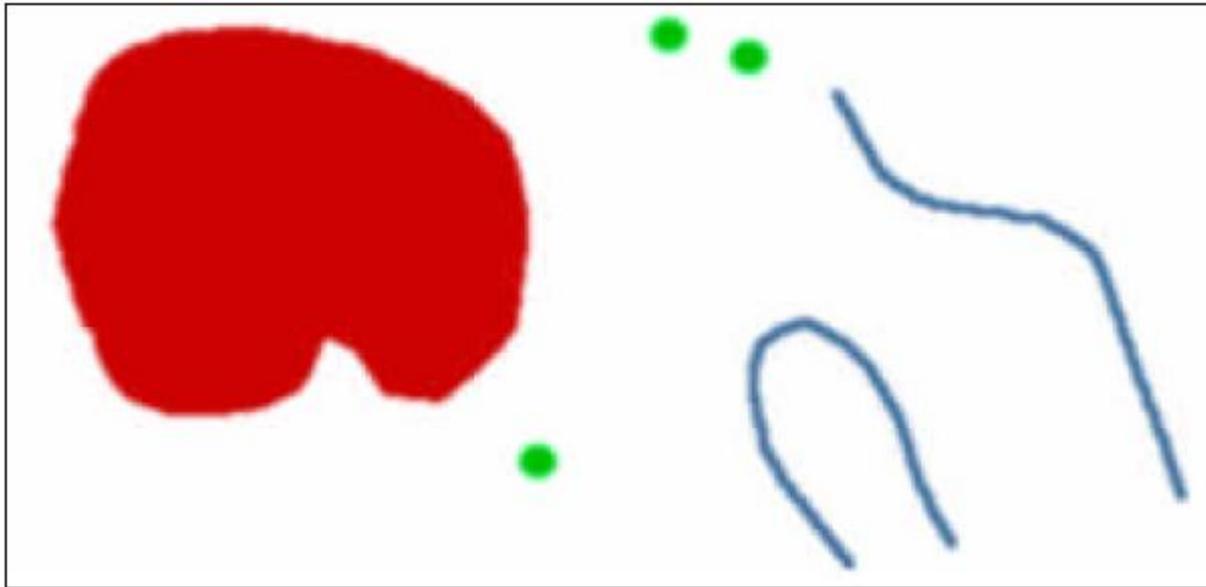
El espacio tridimensional puede ser ocupado por características que pueden identificarse geométricamente

- 1. Volúmenes, (objetos tridimensionales) tales como partículas, granos, poros o huecos, fibras entre otros.*
- 2. Superficies, (objetos bidimensionales) esto incluye las caras y fronteras de los objetos tridimensionales y láminas o membranas que por su espesor se consideran bidimensionales.*
- 3. Líneas, (objetos unidimensionales) esto incluye curvas formadas por la intersección de superficies o de ejes de poliedros. Incluye objetos que por sus dimensiones se consideran unidimensionales, como por ejemplo, las dislocaciones.*
- 4. Puntos, (objetos adimensionales) estos pueden ser la unión de estructuras unidimensionales o su intersección con superficies, o partículas muy pequeñas que pueden considerarse como puntos.*



Tomado de : Russ, John C and Dehoff, Robert T Practical stereology

Figura 4



Tomado de : Russ, John C and Dehoff, Robert T Practical stereology

Figura 5

La intersección de una característica tridimensional, por una sección plana genera trazas de esa característica reducidas en una dimensión; así los volúmenes se observan como áreas, las superficies como líneas, las curvas por puntos y los puntos no se detectan

Nociones elementales de Estereología

*El término genérico usado para describir los elementos físicos presentes en una estructura es el de **fase**.*

Cada fase es un conjunto de características tridimensionales que tienen las mismas propiedades físicas. (Composición química, estructura cristalina, molecular o biológica)

Las características presentes en una estructura tridimensional tienen propiedades geométricas que caen dentro de dos tipos:

Propiedades Métricas

Propiedades Topológicas

➤ *Propiedades Globales*

➤ *Propiedades Derivadas*

- *Propiedades Globales: Es el conjunto de propiedades de una colección de características, ejemplo el N^o total de partículas*
- *Propiedades Derivadas: Aquellas propiedades geométricas que pueden ser estimadas combinando dos o más propiedades globales.*

Las propiedades métricas pueden ser estimadas, en la mayoría de los casos, en forma directa a partir de las mediciones realizadas en secciones bidimensionales de la microestructura.

- *Fracción Volumétrica de fase (V_V)*
- *Área superficial por unidad de Volumen de cada tipo de detalle estructural (S_V)*
- *Longitud de línea (L_V)*
- *Curvatura total por unidad de volumen de cada tipo de superficie de separación presente en la estructura (M_V)*

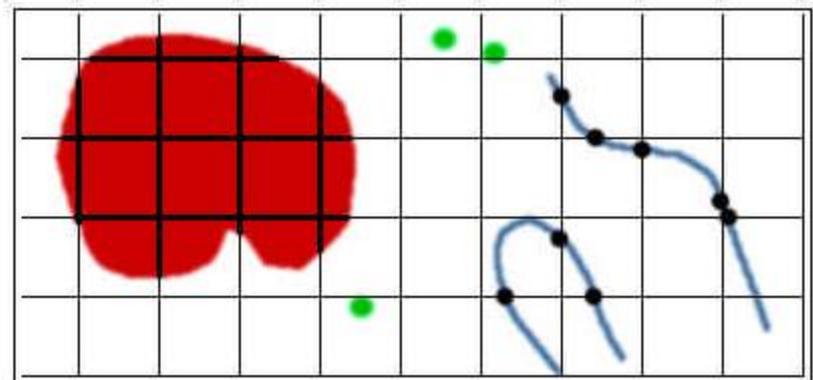
Las propiedades Topológicas no dependen del tamaño y la forma de los rasgos presentes en la estructura tridimensional, se estiman a través de mediciones realizadas sobre la imagen proyectada o sobre una serie de secciones que representan la microestructura.

Las principales propiedades topológicas utilizadas son para el estudio de la conectividad y el número de regiones separadas en la microestructura. Se conocen como número (N_V) y conectividad (C_V) ambas tienen dimensiones m^{-3}

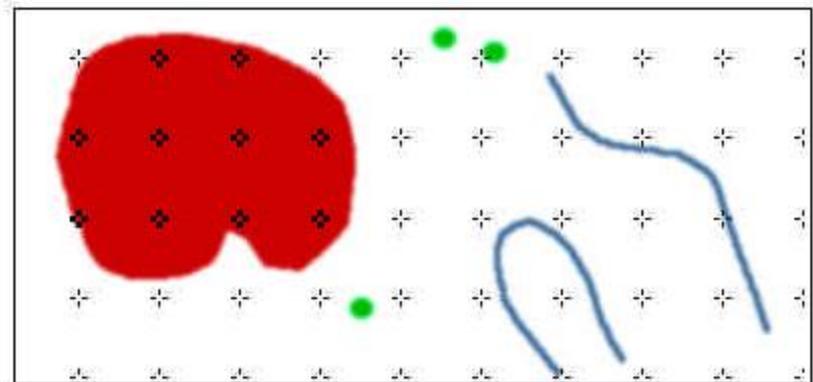
<i>Propiedad Geométrica</i>	<i>Simbolo</i>	<i>Relación</i>
<i>Volumen</i>	$\langle V \rangle \text{ m}^3$	$\langle V \rangle = V_V / N_V$
<i>Superficie</i>	$\langle S \rangle \text{ m}^2$	$\langle S \rangle = S_V / N_V$
<i>Altura</i>	$\langle D \rangle \text{ m}^1$	$\langle D \rangle = M_V / 2\pi * N_V$
<i>Intercepto lineal medio</i>	$\langle \lambda \rangle \text{ m}^1$	$\langle \lambda \rangle = 4 * V_V / M_V$
<i>Sección transversal media</i>	$\langle A \rangle \text{ m}^2$	$\langle A \rangle = 2\pi * V_V / M_V$
<i>Curvatura de superficie media</i>	$\langle H \rangle \text{ m}^{-1}$	$\langle H \rangle = M_V / S_V$

Las mediciones estereológicas se realizan mediante el uso de “sondas”, las más utilizadas son: patrones de puntos, líneas, superficies y volúmenes.

Las sondas interactúan con las características al sobreponerse en la sección plana que se obtiene de la micro-estructura a través de técnicas ópticas, produciendo eventos.



a



b

Tomado de : Russ, John C and Dehoff, Robert T Practical stereology

Figura 6 (a) Una rejilla produce segmentos de línea que se pueden medir y puntos que pueden ser contados y (b) una sonda de puntos genera puntos de intersección en el área que se pueden contar

Eventos producidos por la interacción entre sonda y rasgos

Característica 3D	Sonda	Eventos	Tipo de Medición
Volumen	Volumen	Extremos	Conteo
Volumen	Plano	Sección transversal	Área
Volumen	Línea	Intercepción de cuerda	Longitud
Volumen	Punto	Intercepción de punto	Conteo
Superficie	Plano	Traza de línea	Longitud
Superficie	Línea	Intercepción de punto	Conteo
Línea	Plano	Intercepción de punto	Conteo

Nociones de Estereología – Relaciones Fundamentales

Las normas clásicas de estereología son un conjunto de relaciones que conectan las diferentes medidas obtenidas con diferentes sondas a los parámetros estructurales.

La regla fundamental (y la más antigua) dice que la fracción de volumen de una fase dentro de la estructura se mide por la fracción de área en la imagen, es decir $V_V = A_A$.

Nociones de Estereología - Relaciones Fundamentales

<i>Relaciones Fundamentales</i>		
Medida	Relación	Propiedad
Conteo de puntos	$\langle PP \rangle = VV$	Fracción Volumétrica
Conteo de intercepto lineal	$\langle PL \rangle = SV/2$	Densidad de área superficial
Conteo de punto por área	$\langle PA \rangle = LV/2$	Densidad de longitud
Conteo de rasgo	$\langle NA \rangle = MV/2p = NV \cdot \langle D \rangle$	Curvatura Total
Conteo de Área tangente	$\langle TA \rangle = MV/p$	Curvature Total
Conteo por Disector	$\langle NV \rangle = NV$	Densidad de Número
Fraction de Línea	$\langle LV \rangle = VV$	Fraction Volumétrica
Fraction de Área	$\langle AA \rangle = VV$	Fraction Volumétrica
Longitud por area	$\langle LA \rangle = (p/4) \cdot SV$	densidad de area Superficial

Nociones de Estereología - El Análisis

Las microestructuras que normalmente observamos son espacios ocupados por un conjunto de rasgos tridimensionales que se acomodan en el espacio de manera aleatoria e irregular.

En metales o cerámicos se tienen diferentes tipos de granos, así como partículas dentro de los granos y tal vez en la intercara entre estos.

En cualquier caso existirán características de tipo tridimensional (3D) volúmenes, bidimensional (2D), estas representadas por las fronteras compartidas; unidimensionales (1D) como curvas que se encuentran o intercepción de fronteras

Nociones de Estereología – El Análisis

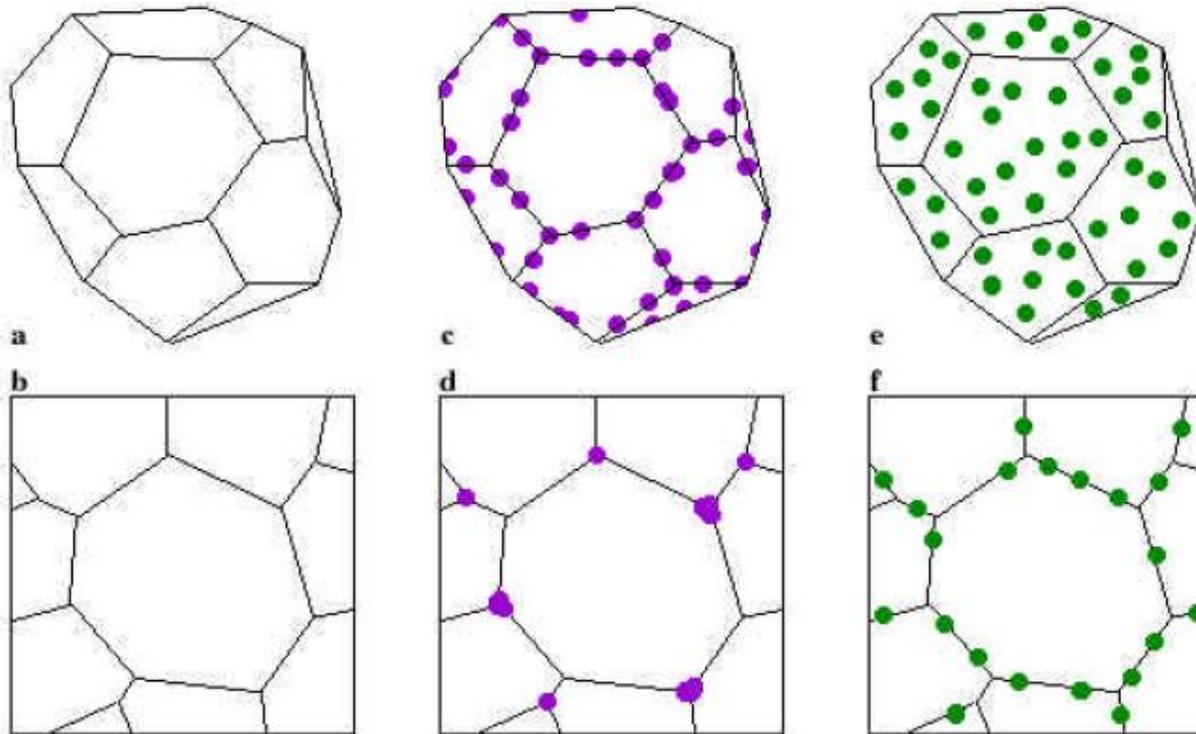


Figura 7

Grano de metal poliédrico con (a) caras, ejes y vértices su sección muestra la apariencia en (b); si las partículas se forman a lo largo de líneas triples en la estructura (c); aparecen en los vértices de los granosn (d) y si se forman sobre las caras de los granos,(e) aparecerán la lo largo de las fronteras de granor (f)

Nociones de Estereología - El Análisis

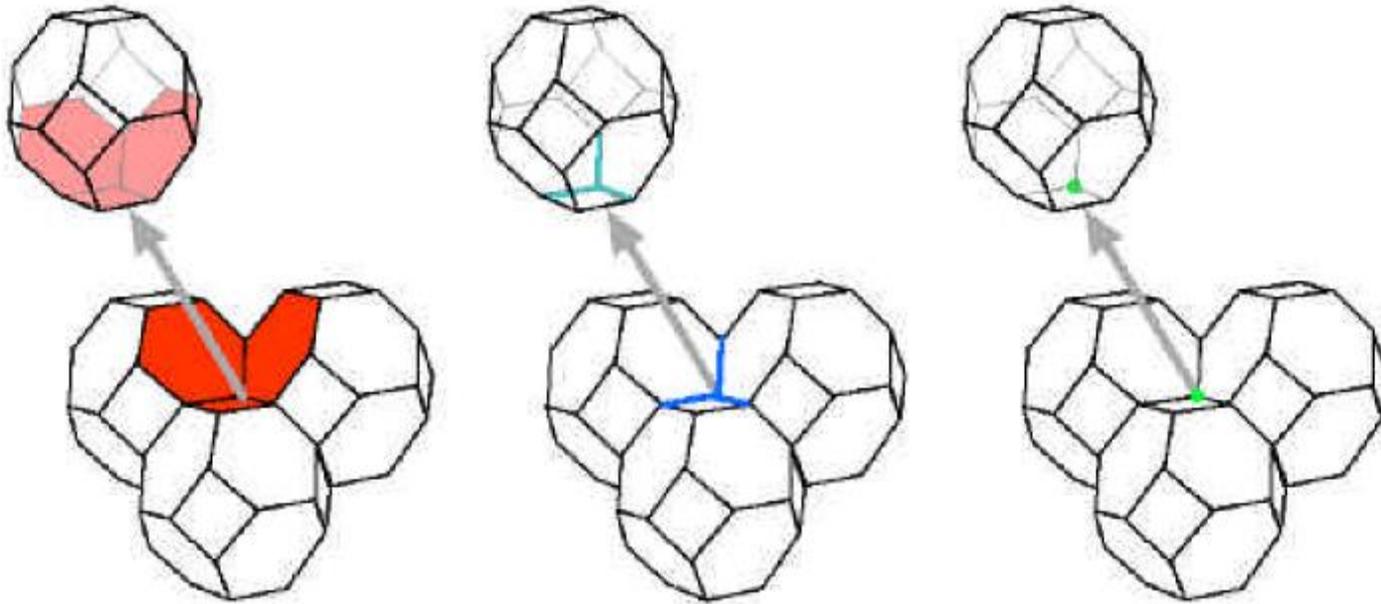


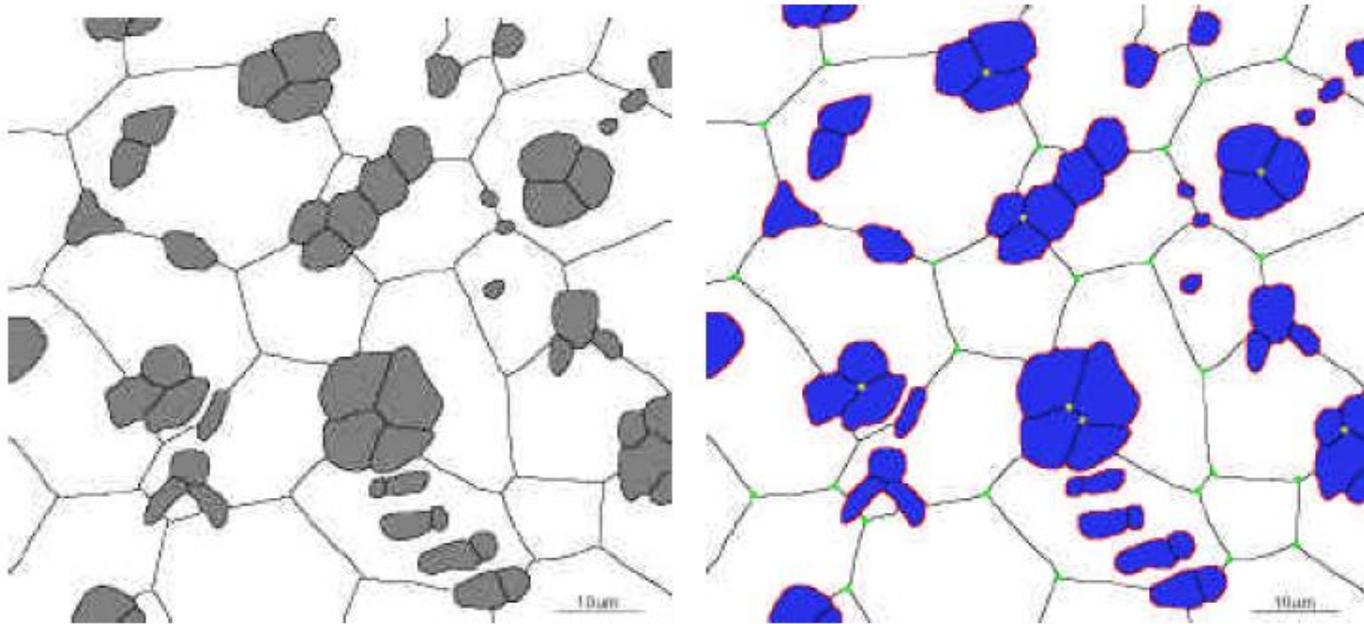
Figura 8

Una microestructura puede considerarse como un conjunto de celdas que ocupan el espacio y constituyen una fase, (Tesselación) celdas poliedrales que tienen caras, ejes y vértices acomodados para llenar el espacio.

En la descripción de una microestructura es útil enfocar las propiedades de un rasgo en particular , tal como una fase y sus fronteras, ejes y vértices si los tiene

Es útil construir una lista de cada fase presente y las interacciones con las restantes. De esta manera cada miembro de un conjunto de rasgos tiene su colección de propiedades geométricas, así por ejemplo, las partículas de una fase tienen su volumen, área superficial y dimensiones lineales.

Nociones de Estereología – El Análisis



Micrografía de una estructura bifásica donde se muestran las fases y sus interacciones: azul fase β , rojo interfase $\alpha\beta$, verde puntos triples $\alpha\alpha\alpha$ y amarillo punto triple $\beta\beta\beta$

Nociones de Estereología - El Análisis

Una descripción más completa de la estructura puede incorporar información acerca de la distribución espacial de la fase β con relación al restante de las características o fases en la estructura

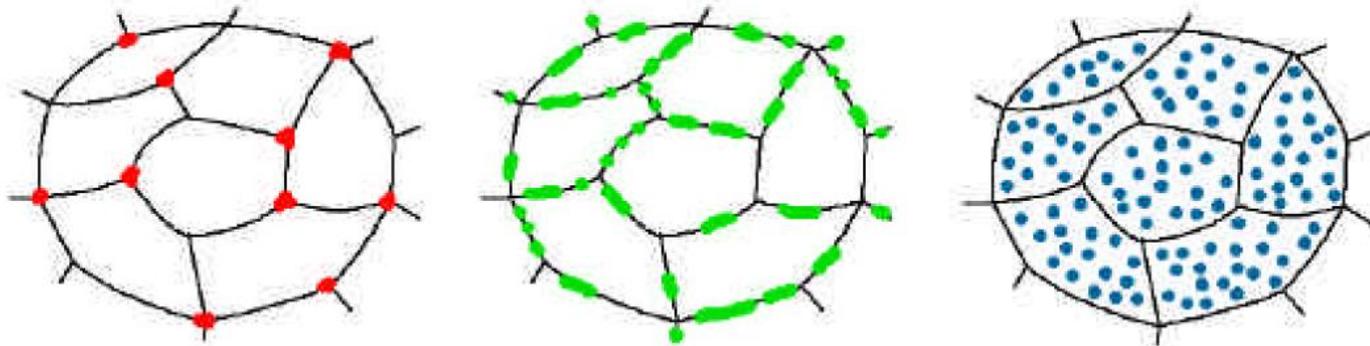


Figura 9

Las partículas pueden estar distribuidas en (a) los vértices (b) a lo largo de Ptos. Triples o (c) en las caras o dentro de la microestructura (no se muestra gráficamente)

Nociones de Estereología - El Análisis

Para facilitar la caracterización microestructural se proponen tres niveles de caracterización

- 1. Cualitativo: se refiere a una lista de la clase de rasgos que existe en la estructura*
- 2. Cuantitativo: consiste en la asignación de valores numéricos a las propiedades geométricas apropiadas a cada característica*
- 3. Topográfico: trata con la desuniformidad en la distribución espacial que puede existir en la estructura*

Nociones de Estereología – El Análisis

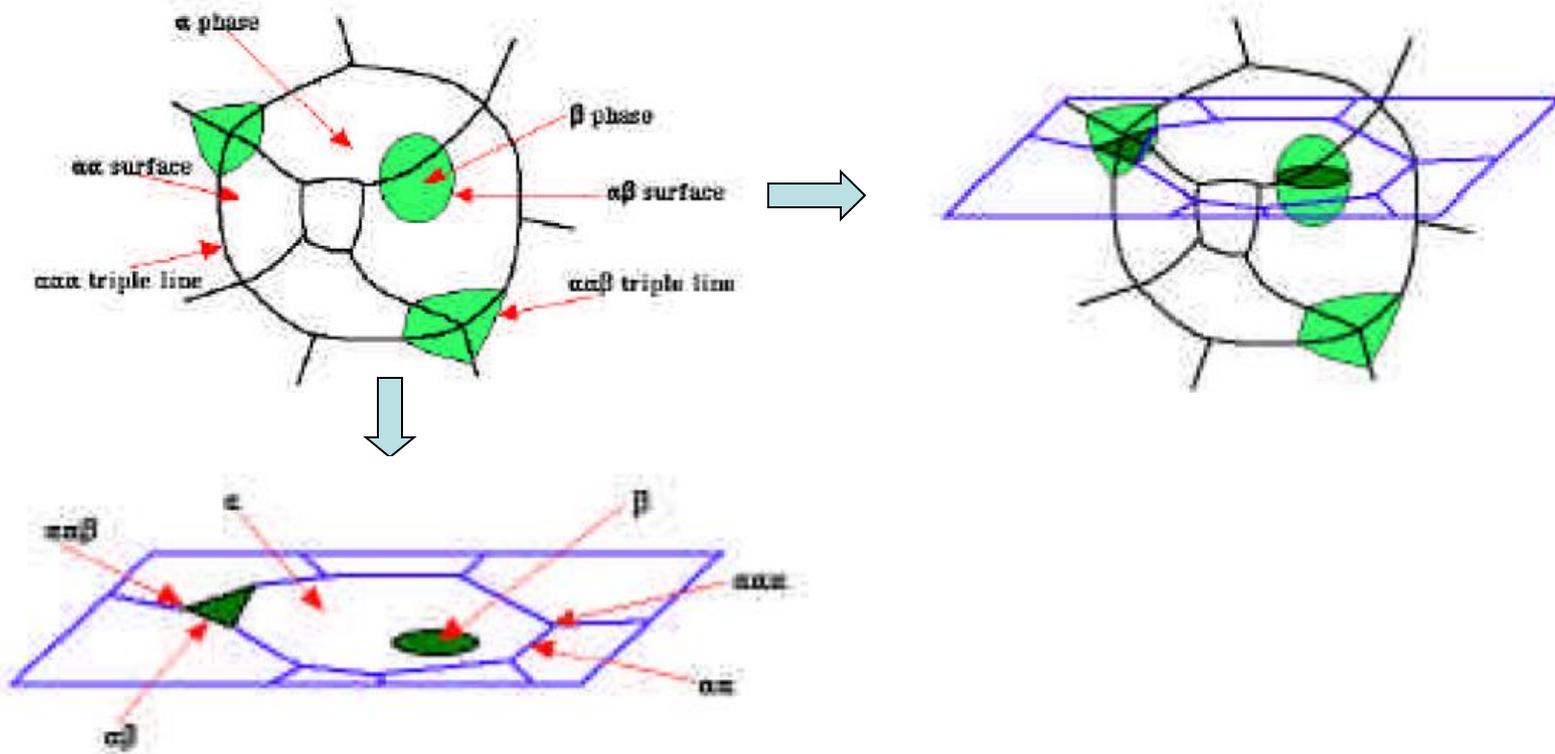


Figura 10

La dimensión de cada rasgo se reduce en una dimensión al seccionar la estructura. Se muestran las interacciones entre las fases α (arreglo de granos transparentes) y la fase β (coloreada)

Nociones de Estereología – El Análisis cualitativo

<i>Clase de Rasgo</i>	<i>Fase α</i>	<i>Fase ($\alpha + \beta$)</i>
<i>Volumen</i>	α	α, β
<i>Superficie</i>	$\alpha\alpha$	$\alpha\alpha, \alpha\beta, \beta\beta$
<i>Línea triple</i>	$\alpha\alpha\alpha$	$\alpha\alpha\alpha, \alpha\alpha\beta, \alpha\beta\beta, \beta\beta\beta$
<i>Punto cuádruple</i>	$\alpha\alpha\alpha\alpha$	$\alpha\alpha\alpha\alpha, \alpha\alpha\beta, \alpha\alpha\beta\beta, \alpha\beta\beta\beta, \beta\beta\beta\beta$
<i>Número total de rasgos</i>	4	14

La descripción cualitativa se puede ampliar poniendo de manifiesto los atributos como forma, escala, topología, topografía entre otros de la fase que se estudia

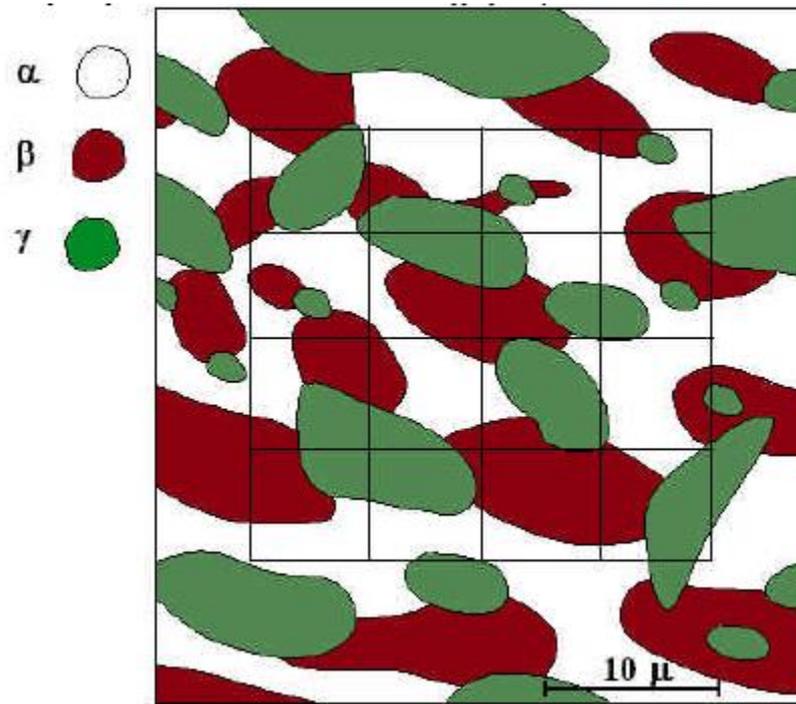
Nociones de Estereología - El Análisis cualitativo

La lista explícita de rasgos en la microestructura tiene como propósito:

- 1. Forzarnos a pensar en términos de geometría tridimensional de la estructura*
 - 2. Identificar posibles rasgos ausentes*
 - 3. Suministrar una base para eliminar de la caracterización aquellos rasgos que pueden no ser de interés . Ejemplo: Si la fase β es porosidad entonces no existen fronteras internas así que superficies $\beta\beta$ no existen*
- La descripción cualitativa se puede ampliar describiendo aspectos de forma, escala, topología o topografía*

Nociones de Estereología - El Análisis

Ejercicio 1 : Para la figura abajo realice la lista de propiedades que se puede estimar en función de las fases presentes



Nociones de Estereología – El Análisis

Clase de rasgo	Fases ($\alpha+\beta+\gamma$)
Volumen	α, β, γ
Superficies	$\alpha\alpha, \alpha\beta, \alpha\gamma, \beta\beta, \beta\gamma, \gamma\gamma$
Líneas triples	$\alpha\alpha\alpha, \alpha\alpha\beta, \alpha\alpha\gamma, \alpha\beta\beta, \alpha\gamma\gamma, \beta\beta\beta, \beta\beta\gamma, \beta\gamma\gamma, \gamma\gamma\gamma, \alpha\beta\gamma$
Punto cuádruple	$\alpha\alpha\alpha\alpha, \alpha\alpha\alpha\beta, \alpha\alpha\alpha\gamma, \alpha\alpha\beta\beta, \alpha\alpha\gamma\gamma, \alpha\beta\beta\beta, \alpha\gamma\gamma\gamma, \beta\beta\beta\beta, \beta\beta\beta\gamma, \beta\beta\gamma\gamma, \beta\gamma\gamma\gamma, \gamma\gamma\gamma\gamma, \alpha\alpha\beta\gamma, \alpha\beta\beta\gamma, \alpha\beta\gamma\gamma$
Número total de rasgos	34

Nociones de Estereología - El Análisis cuantitativo

Asociada con la lista elaborada en la etapa cualitativa hay propiedades geométricas que podemos estimar a través de la estereología, obteniendo así valores sin ambigüedades y asociados tanto a propiedades individuales como globales

Ejemplo: *Consideremos la dispersión de partículas β en la matriz α*



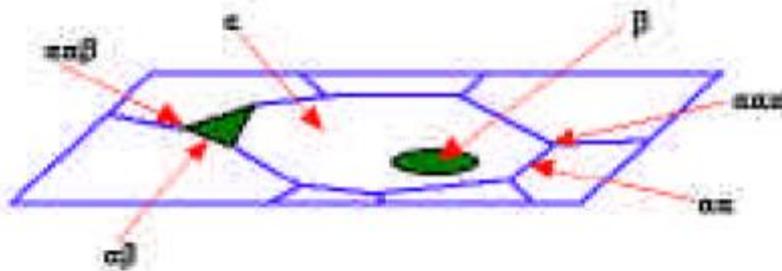
Nociones de Estereología - El Análisis

Propiedades Métricas

- *En tres dimensiones las partículas β tienen un valor para su volumen y la colección de todas ellas tienen una distribución volumétrica y si se toman todas las partículas β , la fase tiene una propiedad global que es su volumen total*
- *Las medidas estereológicas generalmente están relacionadas con esas propiedades globales de el conjunto total de la característica, usualmente se reportan en unidades normalizadas como el valor de la propiedad por unidad de volumen*
- *De esta manera el volumen total de el conjunto de fases β dividido por volumen total de la estructura que las contiene se reporta como la fracción volumétrica V_V*

- *Las superficies que existen como conjunto de rasgos bidimensionales en una estructura tridimensional poseen la propiedad de área.*
- El conjunto de ellas como un todo tiene un valor global de esta área superficial
- El concepto de área superficial no tiene ambigüedades para tamaño, forma, distribución o complejidad de tamaño
- La propiedad global normalizada se conoce como superficie de área por unidad de volumen, S_v llamada algunas veces densidad de área superficial de rasgos bidimensionales

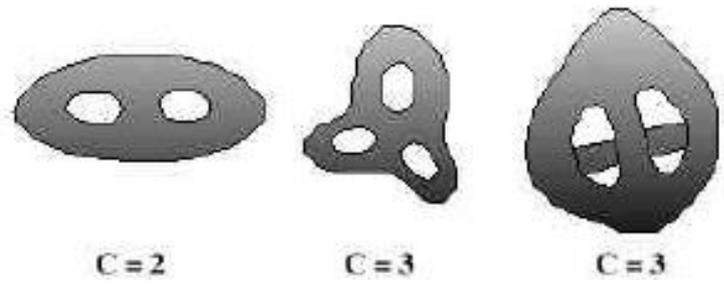
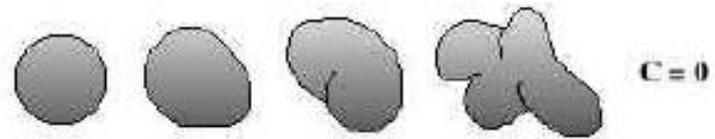
- *Las líneas o curvas en el espacio tridimensional tales como las líneas $\alpha\alpha\alpha$, o $\alpha\alpha\beta$ en la figura 10, poseen como propiedad la **longitud**. Los segmentos de línea, tales como ejes en la red de celdas tiene cada uno su longitud el valor global de esta longitud se reporta como L_V , la longitud por unidad de volumen*
- La densidad lineal o de longitud puede ser estimada aplicando el conteo de área puntual sobre una sonda plana a través de la estructura



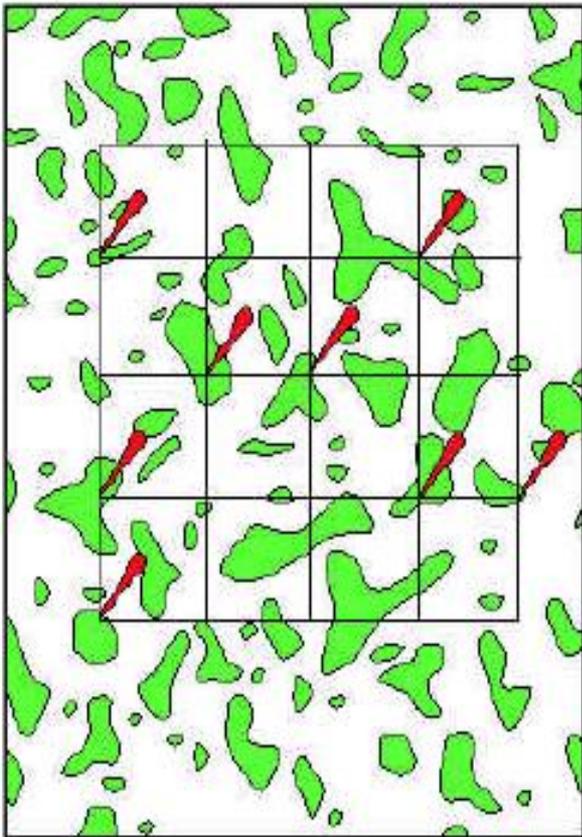
Nociones de Estereología – El Análisis

Propiedades topológicas

- *La más familiar de estas propiedades es el número de partes desconectadas de un conjunto de rasgos, así las partículas de la fase β presente en la figura pueden ser contadas para reportar su número*
- La menos familiar es la conectividad, que reporta el número de conexiones que un rasgo tiene con si mismo. Para visualizar la conectividad de un rasgo tridimensional se determina cuantas veces éste puede ser cortado con un cuchillo sin ser dividido en dos partes



Nociones de Estereología – Fracción de área por conteo de puntos



- La figura muestra una estructura con dos rasgos, α blanco y β verde la fracción de área ocupada por la fase β es A_A^β
- La fracción de área es medida con una sonda puntual cuyo número de puntos es 25
- El evento es los puntos que caen en la fase β
- La medida: contar en número de eventos = 8
- La relación es $\langle P_p \rangle = A_A^\beta$, es el valor esperado
- Al normalizar la medida $P_p = 0,32$
- La propiedad Geométrica $A_A = 0,32$

Nociones de Estereología – El Análisis

Ejercicio : Para la figura abajo determine la fracción de área A_A para cada fase presente

