

#### **4.3 PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE LA MICRODUREZAY MICROESTRUCTURA DE LAS DIFERENTES MICROPIEZAS.**

Para poder analizar la microestructura y microdureza se emplean los siguientes pasos:

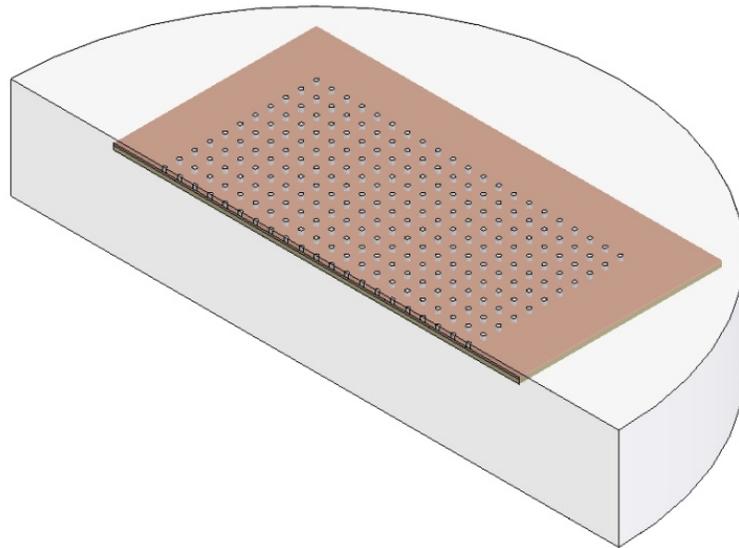
1. Se corta a la mitad el juego de micropiezas de níquel adheridas al sustrato de cobre (una de las mitades se utiliza para medir la microestructura y microdureza y la otra mitad se utiliza para medir tensiones residuales)
2. Una de la mitades es colocadas en baquelita, utilizando el Simplemet 3000, de Buehler, con el fin de generar una pieza en forma de moneda.
3. Corte transversal en una cortadora isomet, de Buehler, con disco de diamante, que permite cortes finos para apreciar las diferentes secciones transversales de las piezas de níquel (ver Figura 25).
4. Pulimiento con lijas de granulometría de 200, 400 y 600mesh para lograr observar las secciones transversales deseadas de las micro piezas obtenidas.
5. Pulimiento con paño, utilizando partículas de polvo de diamante de 3um.
6. Pulimiento con paño por 6 horas con solo el peso del portamuestras, utilizando la máquina Vibromet 2 de Buhler, para el acabado final. Este acabado llega a revelar la microestructura del material<sup>5</sup>, ya que al parecer al haber muy baja fuerza abrasiva se puede notar el efecto de abrasión selectiva según la orientación cristalina de los granos de la muestra.<sup>6</sup>
7. Luego se capturan las imágenes en el microscopio óptico de NIKON LV100D (ver Figura 26) con aumentos de 20x, 50x y 100x para obtener la microestructura
8. Por último, en el microdurómetro SHIMADZU (ver Figura 27) se realiza las medidas de microdurezas en 4puntos en cada uno de los 5 tipos de muestras.

---

<sup>5</sup> Si se requiere un acabado espejo, para un posterior ataque químico, se debe pulir las muestras con un sobrepeso en el portamuestras de 200g por 2 horas

<sup>6</sup>Se realizó este método para revelar la microestructura ya que el único ataque químico que podía revelar bien la microestructura del níquel según la norma ASTM E407 era con ataque electroquímico, pero al estar el cobre presente en la reacción, el ataque químico se producía en el cobre y no en el níquel.

**Figura 25.** Esquema para revelar la microestructura de la sección transversal de las micropiezas de níquel.



**Figura 26.** Microscopio Nikon LV100D



**Figura 27.** *Microdurómetro marca SHIMADZU*



#### **4.4 PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE LAS TENSIONES RESIDUALES DE LAS DIFERENTES MICROPIEZAS.**

Para poder analizar las tensiones residuales en las diferentes muestras se utiliza el sistema de difracción de rayos x (DRX) de PANalyticalX'PertPRO MPD(sistema de difracción multipropósito) (ver Figura 28), con el goniómetro EasySAXS (ver Figura 29) y módulo el modulo de micro-difracción (ver Figura 30). Este montaje es para garantizar que las medidas de difracción sean en las micropiezas y no fuera de estas.

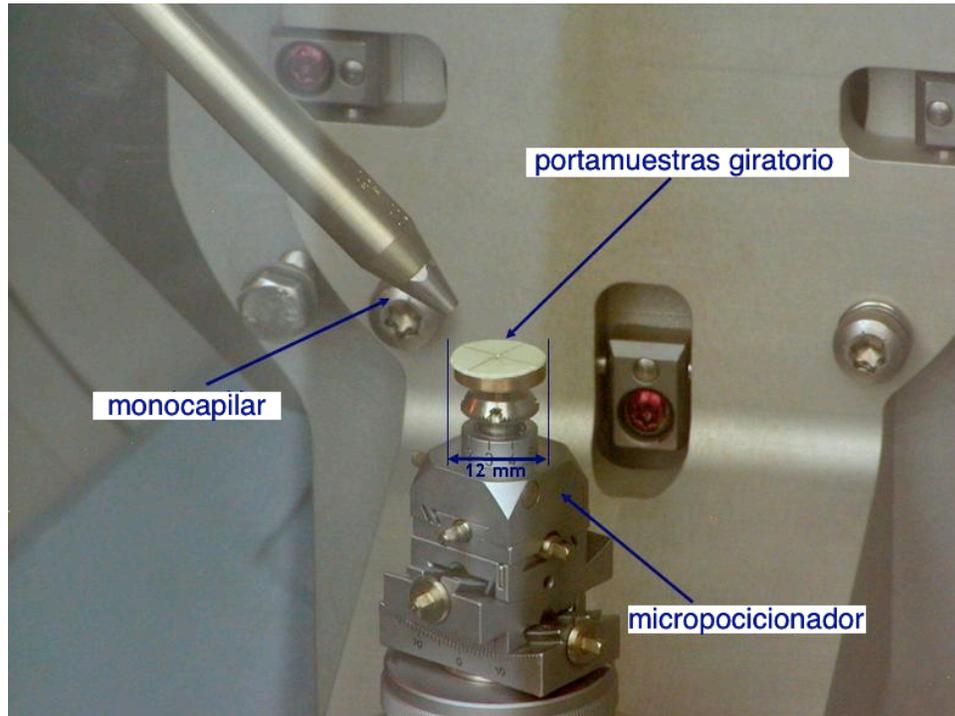
**Figura 28.** Sistema de DRX de PANalytical X'Pert PRO MPD



**Figura 29.** Goniómetro EasySAXS



**Figura 30.** Módulo de micro-difracción con monocapilar de 100  $\mu\text{m}$  de diámetro



Para realizar las mediciones se emplea los siguientes pasos:

1. La otra mitad del juego demicropiezas de níquel adheridas al sustrato de cobre(las que no se utilizaron para medir microdurezas) se corta de tal manera que quede un área de 1  $\text{cm}^2$ . Esto se debe al poco espacio requerido para trabajar con el modulo de microdifracción en el DRX (ver Figura 30)
2. Las micropiezas de níquel son pulidas horizontalmente (paralelamente al área del sustrato de cobre), con lijas de granulometría de 200, 400, 600 y 1000 para crear un plano en buenas condiciones en la parte superior de las micropiezas de níquel.
3. Pulimiento con paño, utilizando partículas de polvo de diamante de 3 $\mu\text{m}$ .
4. Pulimiento con paño por 2 horas con un peso de 100 gramos en el portamuestras, utilizando la máquina Vibromet 2 de Buhler, para el acabado espejo final
5. Medición de las tensiones residuales en el DRX con las recomendaciones de NationalPhysicsLaboratory de Inglaterra[20]y las condiciones descritas en la tabla 3.

**Tabla 3:** Condiciones para la medición de tensiones residuales

Muestra		
<b>A</b>	Intervalo ángulo 2Theta	42.968 - 45.962
	Ángulo del paso 2Theta	0.006565
	Sin <sup>2</sup> (Psi)	0.028
	paso Sin <sup>2</sup> (Psi)	0,007
<b>B</b>	Intervalo ángulo 2Theta	42.968-45.962
	Ángulo del paso 2Theta	0.006565
	Sin <sup>2</sup> (Psi)	0.007
	paso Sin <sup>2</sup> (Psi)	0.0014
<b>C</b>	Intervalo ángulo 2Theta	48.954-46.948
	Ángulo del paso 2Theta	0.006565
	Sin <sup>2</sup> (Psi)	0.007
	paso Sin <sup>2</sup> (Psi)	0.0014
<b>D</b>	Intervalo ángulo 2Theta	42.968-45.962
	Ángulo del paso 2Theta	0.006565
	Sin <sup>2</sup> (Psi)	0.0085
	paso Sin <sup>2</sup> (Psi)	0.0017
<b>E</b>	Intervalo ángulo 2Theta	70.968-75.962
	Ángulo del paso 2Theta	0.006565
	Sin <sup>2</sup> (Psi)	0.085
	paso Sin <sup>2</sup> (Psi)	0.0017

Para poder medir las tensiones residuales hay que tener en cuenta la geometría presente en el goniómetro del DRX con el módulo para microfabricación. Por tal motivo solo se va a medir las tensiones residuales de manera unidireccional variando el ángulo Psi, que esta relacionado con el ángulo que hay entre el plano horizontal de la muestra y el rayo incidente del DRX (ver Figura 31).

Figura 31. Esquema del montaje para la medición de tensiones residuales[20]

