

**PRÁCTICA EMPRESARIAL
IMTEK-UNIVERSIDAD DE FREIBURG**

MIGUEL ANGEL ULLOA SUAREZ

**UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA
FACULTAD DE INGENIERÍA ELECTRÓNICA
ESCUELA DE INGENIERÍAS
BUCARMANGA
2011**

**PRÁCTICA EMPRESARIAL
IMTEK-UNIVERSIDAD DE FREIBURG**

MIGUEL ANGEL ULLOA SUAREZ

Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Electrónico

**Alex Alberto Monclou Salcedo. MSc.
Supervisor UPB Seccional Bucaramanga**

**Juan Sebastián Ordóñez Orellana Dipl. Ing.
Supervisor IMTEK, LSBMT**

**UNIVERSIDAD PONTIFICIA BOLIVARIANA
FACULTAD DE INGENIERÍA ELECTRÓNICA
ESCUELA DE INGENIERÍAS
BUCARMANGA**

2011

TABLA DE CONTENIDOS

	Pág.
INTRODUCCIÓN	5
1. DESCRIPCIÓN DE LA EMPRESA	9
2. OBJETIVOS	11
2.1 OBJETIVOS GENERALES	11
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	11
3. DESARROLLO	12
3.1 MICROSCOPIA ACÚSTICA	12
3.1.1 Tipos de Escaneos	16
3.2 MATERIALOGRAFÍA	26
3.2.1 Montura	27
3.2.1.1 Montura en frío	29
3.2.1.2 Ventajas de la montura en frío	29
3.2.1.3 Desventajas de la montura en frío	30
3.2.1.4 Moldes para montura.	30
3.2.1.5 Soportes de la muestra (Clips).	31
3.2.1.6 Recomendaciones	32
3.2.2 Esmerilado - Grinding	32
3.2.2.1 Esmerilado Plano – Plane Grinding	32
3.2.2.2 Esmerilado Fino - Fine Grinding.	33
3.2.2.3 Penetración de los granos.	33
3.2.3 Materiales abrasivos para esmerilado (Grinding Abrasives)	34
3.2.3.1 Carburo de Silicio SiC.	34

3.2.3.2 Diamante	34
3.2.3.3 Suspensiones de diamante.	35
3.2.4 Lijado Tradicional	37
3.2.5 Lijado Contemporáneo	41
3.2.6 Pulido	43
3.2.7 Limpieza Ultrasónica	46
3.2.8 Corrosión – Etching	47
3.3 MICROCALENTADORES:	49
3.4 LAMINACIÓN	55
3.5 SERIGRAFÍA	56
3.6 ACTIVIDADES VARIAS	57
4. CONCLUSIONES	58
5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	60

**PRÁCTICA EMPRESARIAL
IMTEK-UNIVERSIDAD DE FREIBURG**

Autor: Miguel Angel Ulloa Suárez

Supervisión: Alex Alberto Monclou Salcedo. MSc.
UPB Seccional Bucaramanga

Juan Sebastián Ordóñez Orellana Dipl. Ing.
IMTEK, LSBMT

RESUMEN

El presente trabajo se desarrolló en el IMTEK, instituto de investigación en microelectrónica adscrito a la universidad de Freiburg im Breisgau, Alemania. Explora métodos de análisis tanto destructivos como no destructivos aplicados al desarrollo y evaluación de implantes dentro del proyecto FutureRet; aborda los métodos de análisis bajo los principios de microscopia acústica, y el análisis materialográfico, brindando una introducción detallada a estas tecnologías. Dentro del documento se hace un acercamiento al diseño de microcalentadores para la fundición de vidrio localizado evaluando diferentes materiales y diseños, los cuales fueron evolucionando con respecto a la respuesta de los mismos para la aplicación requerida

Se realizaron otras actividades como laminación y serigrafía.

Palabras claves: Microscopia acústica, Materialografía, esmerilado, suspensiones de diamante, laminación, serigrafía, microcalentadores para fundición de vidrio.

PRACTICAL TRAINING
IMTEK-UNIVERSITY OF FREIBURG

Author: Miguel Angel Ulloa Suárez

Supervision: Alex Alberto Monclou Salcedo. MSc.
UPB Seccional Bucaramanga

Juan Sebastián Ordóñez Orellana Dipl. Ing.
IMTEK, LSBMT

ABSTRACT

This paper was developed at the IMTEK, a Microelectronic research center part of the University of Freiburg, Germany. Explore destructive and non-destructive analysis methods, applied to develop and research of medical implants within the FutureRet project; approach Acoustic Microscopy and Materialographic preparations, giving a detailed introduction to these technologies. The first stages of the development of Micro heaters can be found; design evolution, materials response and results obtained while aiming local glass soldering.

Information about Lamination and Screen Printing can also be found.

Key words: Acoustic Microscopy, Materialographic Preparations, Grinding, Diamond suspensions, Lamination, Screen Printing, HTCC Micro Heaters for local glass soldering.

INTRODUCCIÓN

El presente trabajo se llevó a cabo en la Universidad Albert-Ludwig de la ciudad de Freiburg Im Breisgau, Alemania; tiene como finalidad mostrar las actividades propias de la práctica realizada en el Laboratorio de Microtecnología Biomédica (BMT) del departamento de Ingeniería en Microsistemas (IMTEK). Los temas abordados se relacionan con el uso de nuevas tecnologías y técnicas para el análisis de especímenes; como la microscopia acústica, la preparación de muestras materialográficas y la caracterización de materiales. Dichos análisis pueden ser de dos tipos, destructivos y no destructivos. El primer tipo como su nombre lo indica es aquel que deja inservible la muestra después de realizar el análisis; una gran variedad de pruebas pueden realizarse para medir diferentes parámetros, lo cual hace necesario tener una cantidad de muestras elaboradas bajo las mismas condiciones.

Por otra parte, los métodos no destructivos permiten el análisis de las muestras de tal manera que esta no se ve afectada y puede ser utilizada de nuevo, lo cual permite hacer una evaluación de un producto ya terminado para supervisar su calidad. En el campo de los métodos destructivos se trabajó la preparación de muestras materialográficas, y los subprocesos de montura, esmerilado y pulido.

En el campo no destructivo se abordó el microscopio de escaneo acústico para descubrir en muestras no traslucidas, la presencia de fisuras, grietas, delaminaciones y cambios de densidades apoyados por métodos ópticos tradicionales.

Estas pruebas se llevaron a cabo con el fin de analizar los avances obtenidos a lo largo del proyecto FutureRet, buscando desarrollar avances que aumenten la calidad de los productos a implantar.

En la fabricación de implantes un gran número de parámetros tienen que ser evaluados; biocompatibilidad, bioestabilidad, tamaño, por nombrar algunos, por eso los materiales y prototipos deben ser sometidos a múltiples pruebas que validen su funcionamiento para ser empleados en el implante.

Por medio de este documento se busca despertar el interés por parte de la universidad en los temas ya nombrados, que se profundizarán a lo largo del texto, y también en el uso y conocimiento de la tecnología utilizada para el logro de estos proyectos.

1. DESCRIPCIÓN DE LA EMPRESA

IMTEK, Instituto adscrito a la Universidad Albert-Ludwig de Freiburg

La universidad de Freiburg fue fundada en 1457 por el archiduque Albrecht IV de Austria. Como era usual en las universidades de la Edad Media, comenzó con cuatro facultades, Teología, Leyes, Medicina y Filosofía. El nombre de la institución se debe a su fundador (Albert en su forma en latín) y por otro lado al Gran duque Ludwig de Baden quien, en 1820, marcó el destino de la universidad luego que Freiburg im Breisgau cayera bajo el Gran Ducado de Baden en 1805 y la continuidad de la universidad se viera comprometida.

La Universidad de Freiburg es una de las instituciones más antiguas y con mayor trayectoria en Alemania, actualmente considerada como uno de los mejores centros de aprendizaje e investigación.

Personajes importantes como A. Weismann catalogado como el segundo profesor de la evolución después de Charles Darwin; E. Husserl psicólogo y matemático; H. Staudinger premio Nobel por su trabajo en química acerca de Macromoléculas en 1965; O. Wieland químico y premio Nobel por su investigación acerca de ácidos biliares, entre muchos otros fueron estudiantes de la Universidad de Freiburg y prueba de la calidad de educación impartida.

En los años 20 la expansión de la universidad era inminente, se optó por mantenerla como una universidad urbana en lugar de un Campus universitario, es por este motivo que la universidad está dividida y distribuida por toda la ciudad, dándole una atmosfera diferente. Durante segunda guerra mundial la institución estuvo cerrada y varios edificios quedaron destruidos, para su reconstrucción cada

estudiante matriculado debía apoyar con 100 horas de trabajo. Esta ubicación representaba gran peligro por su cercanía con la frontera, sin embargo, el día de hoy esta ubicación representa una oportunidad de cooperación directa con Francia.

El Instituto de Tecnología de Microsistemas (IMTEK), de la facultad de Ingeniería de la Universidad de Freiburg, es uno de los centros más grandes de Europa con un enfoque en investigación y aprendizaje en MEMS (Sistemas Microelectromecánicos, por sus siglas en inglés), microsistemas y nanotecnología. Más de 200 investigadores y 23 laboratorios trabajan conjuntamente con la industria para poner al alcance de todos los avances más significativos al traducir los conocimientos en productos. El instituto trabaja de la mano con empresas como Aesculap, Applied Biosystems, Daimler Chrysler, Endress & Hauser, GeneScan, Nova Biomedical, Micronas, Medisense, Roche, Sick, entre otras.

El Laboratorio de Microtecnología Biomédica (BMT), del departamento de Microsistemas (IMTEK) de la Universidad de Freiburg, en el cual se desarrolló la práctica, está especializado en el diseño y creación de dispositivos neuronales implantables, enfocados a aplicaciones de diagnóstico y rehabilitación.

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVOS GENERALES

- Desarrollar las competencias necesarias para desenvolverse en el entorno laboral.
- Dar apoyo a subproyectos dentro del proyecto FutureRet, para así colaborar en el desarrollo constante del laboratorio en diversos campos de investigación.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Diseñar y elaborar microcalentadores para fundición de vidrio localizado.
- Determinar la presencia de defectos en las muestras, mediante el uso del microscopio de escaneo acústico (SAM).
- Realizar el análisis materialográfico de especímenes, incluyendo:
 - Montura del espécimen
 - Esmerilado de la muestra
 - Pulido de la muestra
 - Corrosión para revelar la microestructura

3. DESARROLLO

3.1 MICROSCOPIA ACÚSTICA

La historia de evolución de la microscopia acústica es bastante corta, pero ha avanzado rápidamente. La idea de usar radiación acústica, para la visualización de estructuras mecánicas de materiales de diferentes naturalezas fue adelantada por el científico ruso, S. Ya. Sokolov en el año 1934. Fue él quien introdujo el término “Ultrasonoscopia”. Desde ese entonces, las pruebas con ultrasonido, el método no destructivo de control sobre materiales, empezaron a desarrollarse vigorosamente.

Este método se basa en la reflexión parcial y la dispersión de las ondas ultrasónicas por las discontinuidades en el objeto de prueba, los diferentes materiales que componen el objeto tienen parámetros acústicos, es decir el sonido viaja a través de ellos a diferentes velocidades, lo que se conoce como impedancia acústica.

La impedancia acústica es la resistencia propia del material ante la propagación de ondas sobre este, es equivalente a la impedancia eléctrica, está dada como (ver ecuación 1)

$$Z = \frac{p}{v} \quad \text{Ec. 1}$$

Donde p es la presión sonora y v la velocidad del sonido en el medio.

La reflexión acústica está dada en relación a las impedancias. (Ver ecuación 2)

Ec. 2

$$Ref. Acústica = \frac{(Z_1 - Z_2)}{(Z_1 + Z_2)} \text{ Ec. 2}$$

Donde Z_1 y Z_2 son las impedancias acústicas de los medios. (Ver figura 1)

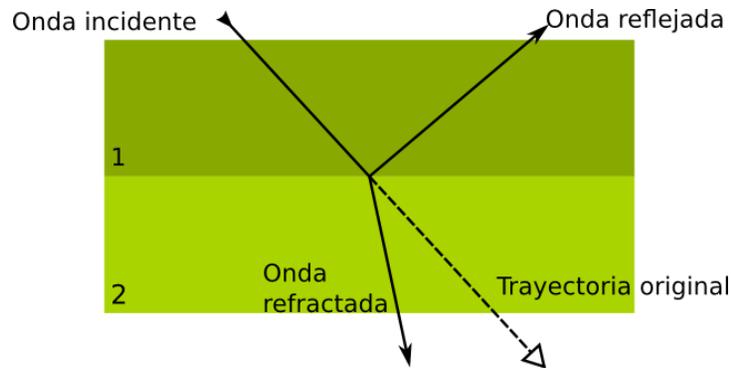


Fig.1 Propiedades de refracción y reflexión de una onda acústica

La microscopía de barrido ultrasónico (SAM) es uno de los métodos más nuevos y menos conocidos de examinación. Representa una contribución muy significativa en el campo de la evaluación de microestructuras cerámicas (ceramography) y crea nuevas posibilidades de análisis para la ciencia. Su uso predomina en la caracterización y creación de imágenes, de manera no destructiva, sobre microfisuras, grietas, y poros, pruebas de adhesión entre superficies de contacto, y la detección de diferencia de densidades, estado de estrés y texturas.

La microscopía acústica opera de acuerdo al método Pulso-eco, para producir una imagen de la superficie y el volumen bajo la superficie inmediata de un espécimen.

Un cilindro de zafiro combina las funciones de un transductor y de un lente acústico. Cuenta con una capa delgada de óxido de Zinc (ZnO) en su extremo superior y una hendidura en forma de copa en su parte delantera, que produce, transmite y recibe breves pulsos de ultrasonido (ver Figura 2). Las oscilaciones electromagnéticas de alta frecuencia son convertidas en ondas sonoras por una

capa piezoeléctrica cerámica de ZnO. La hendidura en la parte frontal y el medio de acople (normalmente agua) se combinan para actuar como lentes acústicas, los cuales enfocan el campo acústico en el espécimen, dicho foco varia con cada transductor y actúa de igual manera que un lente óptico, de tal modo que teniendo diferentes magnificaciones se tienen diferentes distancias focales al igual sucede con diferentes transductores con diferentes frecuencias de trabajo; una onda de muy alta frecuencia tiene una longitud de onda corta, su foco es mucho menor al igual que la profundidad de penetración y se distorsiona más fácilmente, por lo que el transductor debe ser ubicado más cerca del objeto para recibir las señales de vuelta. Las ondas reflejadas (reflexiones ver figura 1) por el espécimen son recibidos por el cilindro de zafiro durante las pausas entre las transmisiones. El transductor acústico convierte esos pulsos de ultrasonido de regreso causados por las diferentes impedancias acústicas en la muestra (diferencias entre materiales o presencia de defectos), a pulsos electromagnéticos, los cuales son sometidos a un procesamiento de señal y luego mostrados en el monitor como una escala de grises predefinida según la intensidad de la reflexión [2].

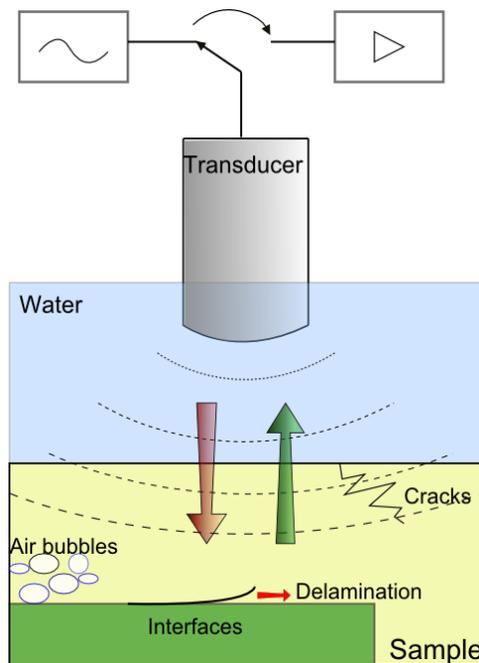


Fig 2. Principio de funcionamiento del microscopio de escaneo acústico

Durante el escaneo la imagen es construida línea por línea mientras recorre el espécimen con la combinación de transductor/lente acústico. La resolución del microscopio ultrasónico está determinada por la apertura y la longitud de onda de sonido. La longitud de onda se determina por la frecuencia ultrasónica. Usando el agua como medio de acople, la resolución máxima es de $0.4 \mu\text{m}$ a 2 GHz, $15 \mu\text{m}$ a 100MHz y $500 \mu\text{m}$ a 10 MHz. La profundidad de penetración depende de la frecuencia, el tipo de material y la calidad de la superficie del espécimen. La dispersión del sonido en la superficie de la muestra está influenciada por su aspereza. La profundidad de penetración puede alcanzar varios milímetros a bajas frecuencias de sonido.

El desempeño del microscopio no solo depende del transductor utilizado, principalmente se debe al enfoque que se realice, así como la calidad del agua que se utiliza y los recursos disponibles en el computador que opera el microscopio.

Al igual que un microscopio óptico, el microscopio acústico debe ser enfocado para obtener la mejor imagen, la distancia focal depende del transductor utilizado. Las imágenes obtenidas aunque mantienen cierta similitud con las imágenes ópticas poseen información muy diferente.

El software utilizado para el control y manipulación del microscopio de escaneo acústico fue WinSam Evolution, el cual nos permite entre otras cosas, la aplicación de filtros, diferentes tipos de escaneos (en la figura están denotados por las letras C, B, D, G, X, P, T, Z), la configuración de parámetros como el campo de escaneo, la posición, la resolución, y la señal a evaluar. El histograma (A-Scan) que se observa en la figura 3 corresponde a la respuesta del transductor, el cual muestra un eco, cada que capta una diferencia de impedancia en la muestra, el primer eco que recibe es del medio de acople. Debido a las características propias del

transductor de cuarzo se ve un eco al final de la imagen igual al primero pero de menor magnitud.

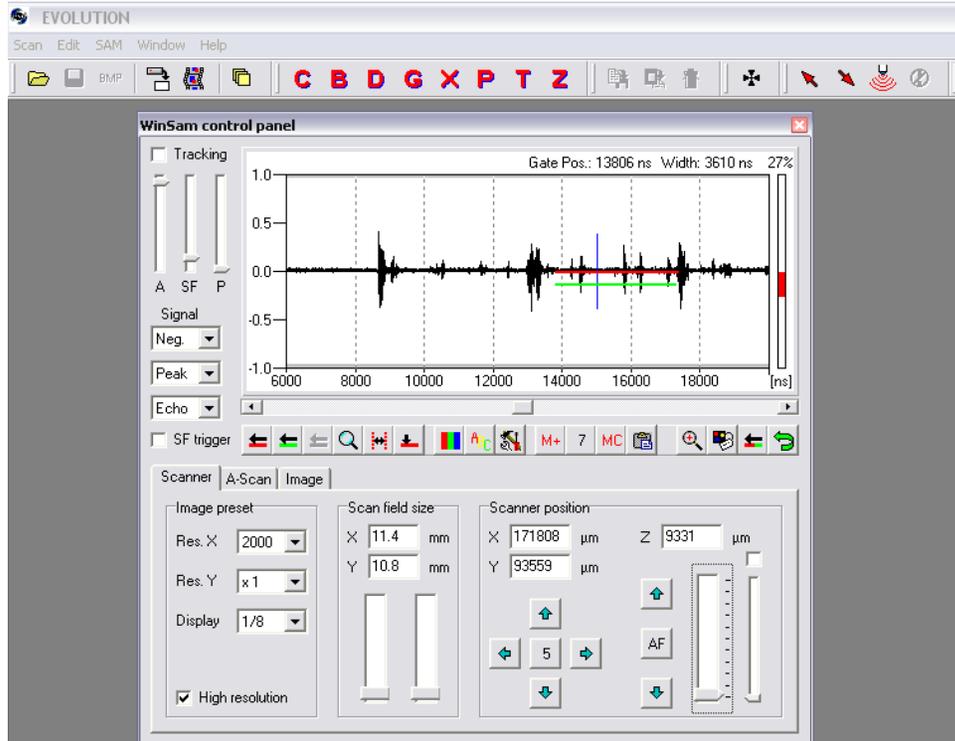
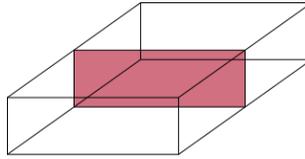


Fig. 3 WinSam Evolution, Software de la empresa PVA TePla para controlar el microscopio de escaneo acústico SAM 300

3.1.1 Tipos de Escaneos

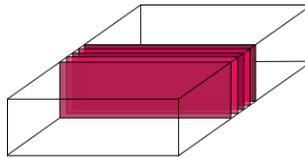
El microscopio de escaneo acústico SAM 300 de la empresa PVA TePla, ofrece varios modos de analizar la muestra. Por este motivo, son descritos a continuación los diferentes tipos de escaneos utilizados en este microscopio.

B-Scan:



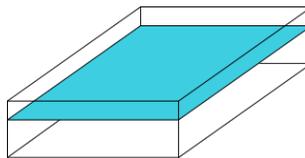
Un B-Scan es un corte transversal que se realiza en el eje X. Sirve para analizar la muestra en un punto específico en todas las profundidades posibles en una sola imagen. La información contenida en este escaneo corresponde al tiempo en que la onda viaja a través de la muestra y de vuelta al lente, de tal forma es necesario conocer la velocidad del sonido a través del material para poder determinar distancias en la imagen.

P-Scan:



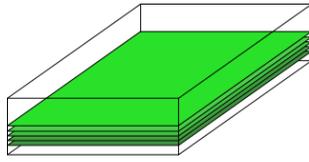
Un P-Scan corresponde a un conjunto de B-Scan realizados en secuencia paralelamente, la cantidad de escaneos corresponde a los recursos disponibles en el computador.

C-Scan



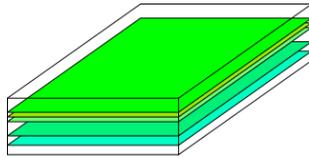
El C-Scan es el escaneo más utilizado. Dependiendo de los parámetros utilizados se puede establecer la profundidad de la capa que se desea obtener y los detalles a los que se le quiera dar mayor importancia.

X-Scan



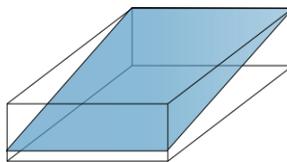
Un X-Scan corresponde a múltiples capas en un solo escaneo, permitiendo ver diferentes profundidades, en diferentes imágenes y un ahorro considerable de tiempo. El área y las profundidades están dadas por los parámetros ingresados por el usuario.

G-Scan



El escaneo G-Scan permite guardar los parámetros para cada imagen según los requerimientos o deseos del usuario, un máximo de 32 parámetros puede ser guardados, permitiendo analizar la muestra de diferentes maneras y ahorrar tiempo.

D-Scan



Este tipo de escaneo es una combinación del B-Scan y del C-Scan, para generar un corte diagonal a través de la muestra, la pendiente varía de acuerdo a los parámetros establecidos.

Durante la práctica se utilizó un SAM 300, un microscopio de escaneo acústico de la empresa PVA TePla con un transductor de 110 MHz el cual brinda una resolución máxima de 15 μm ($\text{res}=0.51*\lambda/\text{apertura numérica}$) y una profundidad de penetración de 2.2 mm teóricamente pero esto varía dependiendo de la muestra y del material. Esta herramienta fue una nueva adquisición del laboratorio para hacer un análisis no destructivo de diferentes muestras referentes a implantes.

Dentro de las muestras analizadas se manejaron electrodos, vidrio, cabello, cables de cobre, chips, cápsulas, cerámicas con diseños en platino, (High Temperature Cofired Ceramics HTCC, altamente utilizados en el campo de la ingeniería biomédica por sus propiedades como hermeticidad, alta conducción térmica, costo, adherencia al metal (metalización), su composición principalmente es Alúmina (óxido de aluminio; Al_2O_3)).

El laboratorio de ensamble y tecnología de empaques, experto en *hardware confiable* está trabajando en un proyecto que involucra *circuitos electrónicos para automóviles*, y mediante la preparación materialográfica de las muestras descubrieron que algunos chips tenían grietas en su interior, sin embargo para poder ver esto tuvieron que destruir los circuitos y cortar el chip por la mitad usando la técnica mencionada.

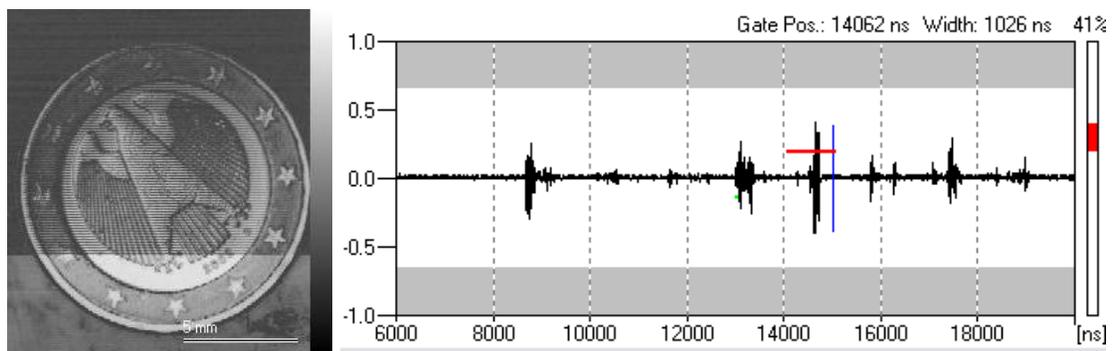
El microscopio de escaneo acústico, se presentó como opción de análisis para estas muestras debido a su capacidad de ver a través de materiales sin necesidad de destruir ni los chips ni los circuitos. Se realizaron pruebas a diferentes circuitos con chips aparentemente dañados y otras en buen estado para ver los cambios en las imágenes.

Dentro de las pruebas realizadas sobre HTCC, se utilizó el microscopio para determinar la profundidad en la cerámica de un corte realizado con láser, para

esto se utilizó un B-Scan y se realizaron mediciones que correspondían al tiempo empleado por la onda desde el transductor hasta la muestra, así que se hizo una relación de la velocidad de propagación de la onda en el agua (1.493 m/s.) con el tiempo para determinar la distancia. Por otra parte se realizaron pruebas sobre la impresión realizada sobre cerámica (serigrafía) para determinar la presencia de defectos, causados por aire encapsulado entre la cerámica y la capa de platino. El platino tiene una impedancia acústica de 69.76 Mrayl mientras que el aire 0.0004 Mrayl esta diferencia entre las impedancias acústicas del aire y el platino tiene una diferencia tan grande tal que genera una reflexión total de la onda, haciendo fácil la detección.

En primer lugar se trabajaron muestras de gran tamaño para determinar los mejores parámetros sin embargo aunque se lograron buenas imágenes no se pudieron aplicar a muestras más pequeñas debido a que cada muestra tiene una respuesta diferente dependiendo de la superficie y de los materiales que la componen. Del mismo modo se realizaron pruebas de resolución real del microscopio la cual teóricamente era de $15\mu\text{m}$, se logró ver con claridad un hilo de hierro de $23\mu\text{m}$ lo cual no está muy lejos de la resolución teórica.

A continuación se muestran alguna de las imágenes logradas por el microscopio y el proceso básico a ejecutar con cada muestra.



Para empezar se utiliza una baja resolución, buscando la correcta ubicación del objeto a analizar, y el campo de escaneo sea el adecuado. Tiempo de escaneo: 45 seg. La línea que se observa en la moneda fue el cambio de la señal analizada, arriba se analizó la parte positiva y abajo se analizó toda la señal.



Rectificar la ubicación de la muestra, y enfocar. Se realiza a una resolución media para notar detalles.



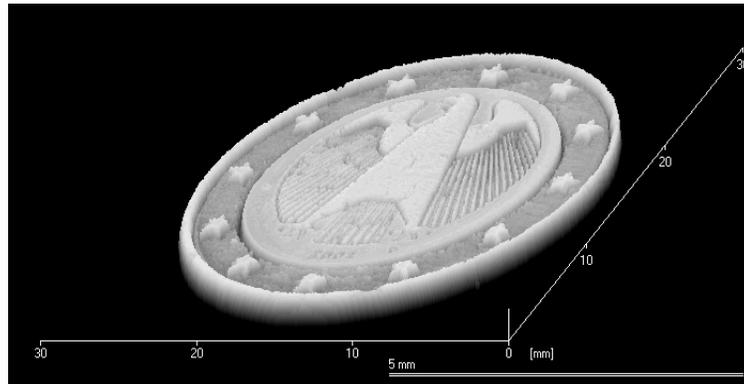
Seleccionar únicamente el eco de interés, en las muestras pasadas se puede observar también el soporte donde se encuentra la muestra.



Una vez ubicado el eco, y la posición de la muestra se realiza un escaneo de alta resolución, eso puede tomar entre 30 y 130 minutos dependiendo de la resolución deseada, la imagen fue tomada con una resolución de 2000 pixel con una duración de 32 minutos. El microscopio permite una resolución de 32000 pixel pero el computador no es capaz de procesarla.



El microscopio brinda la posibilidad de procesar la imagen de tal manera hacer más fácil el análisis, el ojo humano no distingue muy bien las pequeñas diferencias en la escala de grises, así que se hace necesario aumentar los contrastes o cambiar los colores.



Si se desea se puede hacer una reconstrucción tridimensional utilizando las opciones propias del software a partir de un C-scan; aquí con los mismos colores podemos ver las diferencias en la altura.

Se realizaron las pruebas con una moneda para mostrar los alcances de esta tecnología con algo de dominio general. Las siguientes imágenes corresponden a algunas de las muestras analizadas bajo el microscopio.

Las Imágenes de la Figura 4 corresponden a diferentes profundidades de una Wafer con poliamida para determinar la de delaminación presente en ella, el análisis se centró en una burbuja encontrada con un diámetro aproximado de 2,6 mm, las imágenes muestran cortes horizontales en diferentes profundidades utilizando un X-Scan. Se empleó la opción de dar color a las imágenes de manera manual para poder distinguir claramente los detalles. Esta característica es una alteración del histograma que representa la intensidad de las reflexiones obtenidas (barra lateral derecha en cada imagen), cada gráfica fue modificada en una parte, permitiendo distinguir características con mayor claridad.

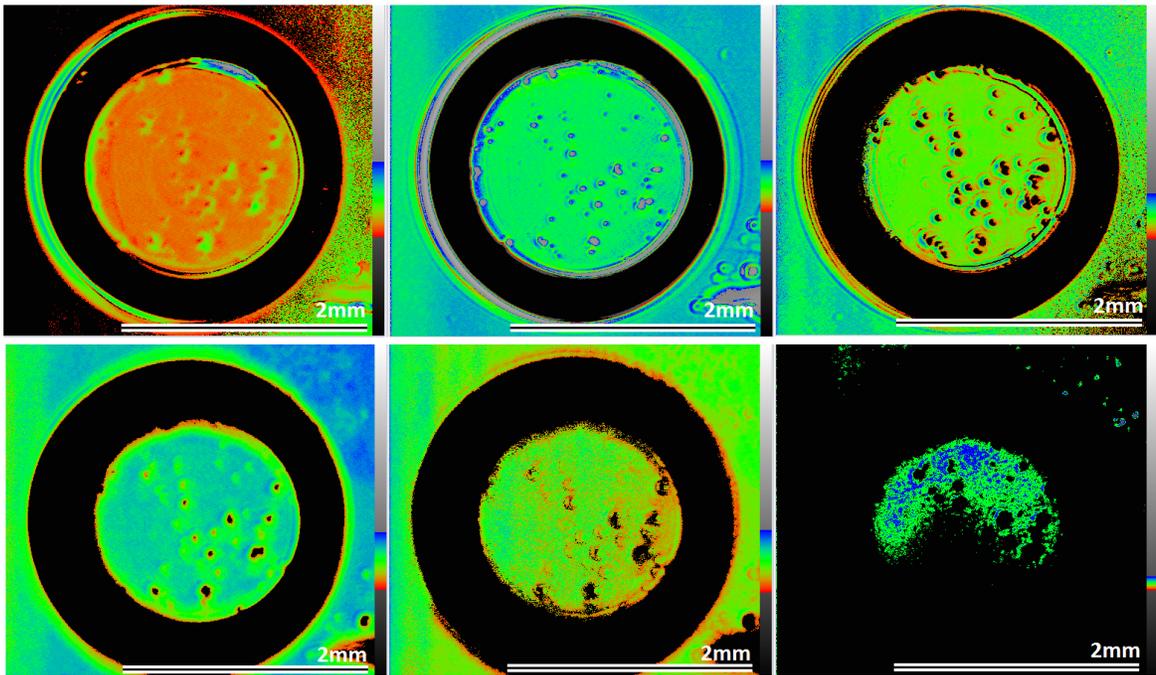


Fig. 4 Muestras de delaminación de poliamida

La figura 5 corresponde a una muestra de vidrio sobre cerámica y metal, con estas pruebas se pretende observar la calidad del vidrio después de su paso por el horno, pequeños puntos rojos muestran inhomogeneidades.

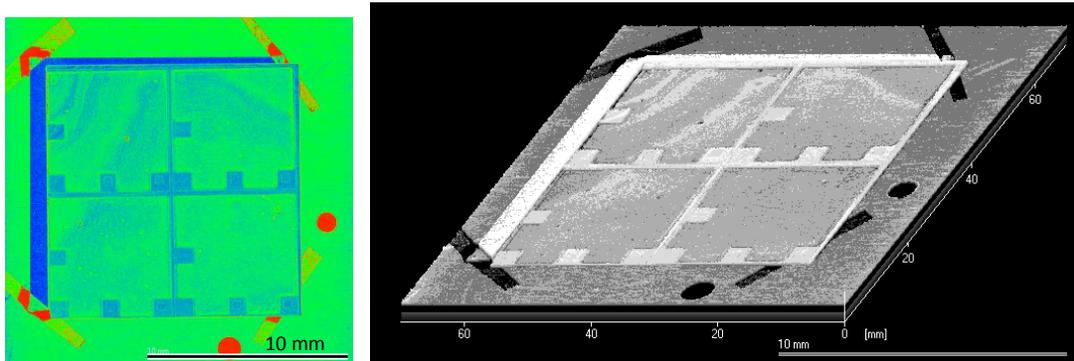


Fig. 5 Evaluación de laminas de vidrio para encontrar imperfecciones

Gran parte de los análisis realizados con el microscopio acústico corresponden a diferentes pruebas como las mostradas en la figura 6. Donde se pretendía evaluar el proceso de serigrafía de Platino sobre Alúmina, en busca de defectos como aire principalmente. La impedancia acústica del Platino es de 69.76 Mrayl mientras el Aire tiene 0.0004 Mrayl, lo cual hace que la reflexión acústica sea de 0,99 es decir una reflexión total. En la primera imagen se muestra el espécimen finalizado (a) y en la segunda (b) se puede ver el diseño en platino sobre una lámina de Alúmina, y en la tercera una comparación de ese espécimen en la parte derecha (d) y otro en la parte izquierda (c) sin la presencia de aire, en la imagen se puede reconocer la presencia del aire por el color rojo.

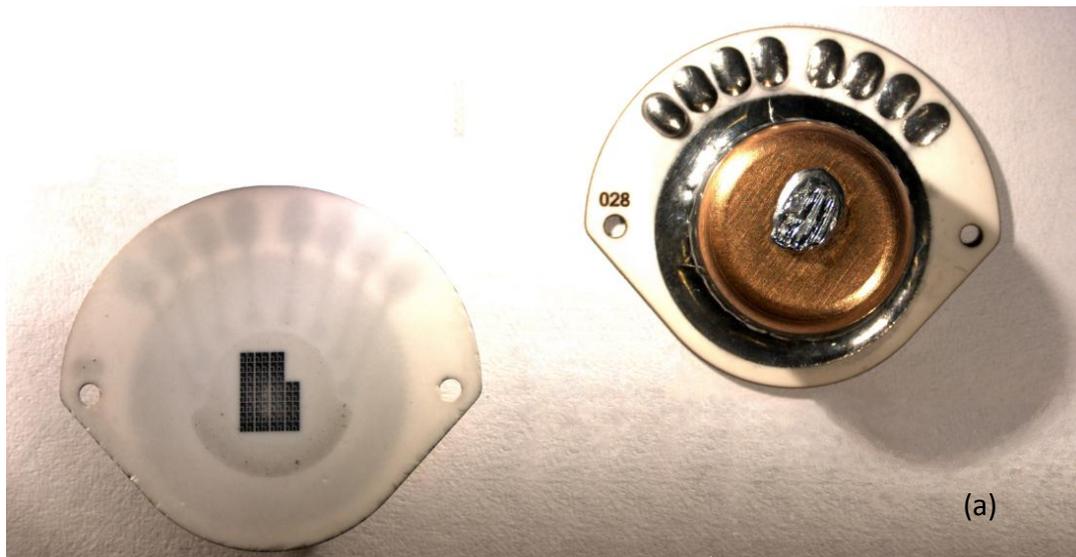
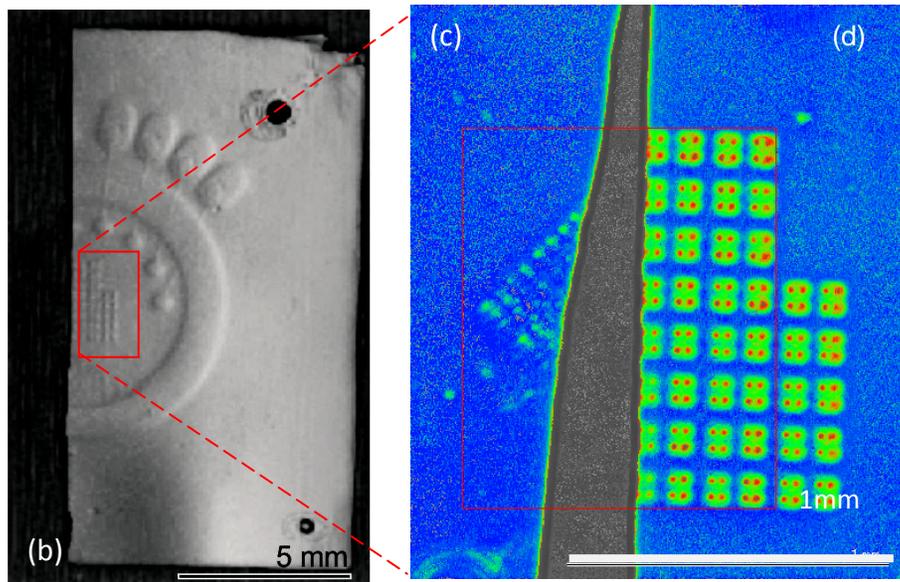


Fig. 6 Cápsula para evaluar Feedthroughs de Platino en Alúmina



3.2 MATERIALOGRAFÍA

La Metalografía o Materialografía puede ser descrita como un puente entre la ingeniería y la ciencia, cubriendo el análisis de muestras en el rango de centímetros hasta nanómetros. Es la ciencia que estudia los materiales nuevos y ya existentes para ser aplicados en nuevas tecnologías.

De tal modo su uso abarca tanto el análisis de muestras en una sección transversal determinada por el usuario, así como revelar la verdadera microestructura de los materiales, la cual comprende tamaño, forma, fase, cantidad, tipo, y distribución de la muestra.

Para llevar a cabo un análisis materialográfico es necesario realizar una montura de la muestra, seguido por un proceso de esmerilado y pulido y por ultimo una corrosión.



Para poder analizar un espécimen hay que tener en cuenta los siguientes factores:
Que no tenga rayas: Una superficie con rayas indica que la muestra no ha sido correctamente preparada y no es apta para un análisis.

Sin desprendimientos: Especialmente en materiales blandos y débiles es frecuente que debido a la fuerza se caigan pedazos de la muestras, esto lleva a creer en una falsa porosidad del material.

Sin introducción de elementos ajenos: Durante la preparación puede ser introducidos elementos de otros procesos anteriores si los elementos no fueron correctamente limpiados, por otra parte granos del mismo disco de diamante pueden ser incrustados en el espécimen o incluso parte de la resina con la que se realizó la montura.

Sin relieves: Cuando la resina utilizada tiene una dureza considerablemente mayor o menor se crea un relieve positivo o negativo, esto genera que la muestra no se pueda analizar correctamente por múltiples factores, entre los que se pueden mencionar, el foco al analizar la muestra bajo algún microscopio, la pérdida de información por la pendiente, entre otros.

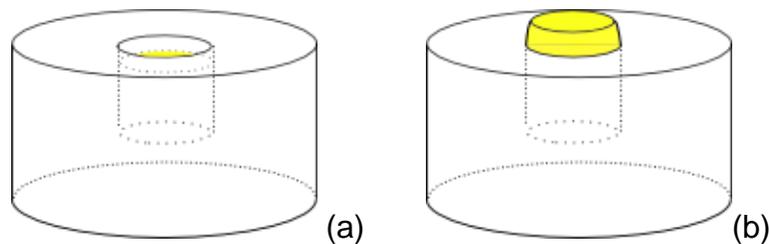
3.2.1 Montura

Montura es un proceso en el cual el espécimen, es encapsulado para facilitar, proteger y mejorar la preparación siguiente. La montura normalmente toma lugar

después de cortar la muestra (Sectioning) y varios métodos están disponibles, entre ellos montura en calor y montura en frío, para los propósitos requeridos se utilizó la montura en frío.

La montura se hace necesaria por una variedad de razones:

- El espécimen es pequeño y difícil de manejar.
- El espécimen tiene una forma de difícil acceso y la montura es necesaria para asegurar la preparación de la superficie correcta.
- La detección de bordes y la uniformidad de la superficie del espécimen es importante para la correcta examinación.
- El espécimen es blando o tiene grietas, y la montura estabiliza la superficie. El espécimen también puede ser un material como polvo o en una forma no apta para su preparación.
- Cuando se utiliza equipo semiautomático o automático para la preparación es necesario un tamaño estándar de la muestra.



Si la resina tiene una dureza mucho mayor que la muestra se crea un relieve negativo(a), de lo contrario si es más blanda se crea un relieve positivo lo que genera un redondeo de las esquinas y posiblemente una fractura de la muestra(b).

Las resinas para monturas metalográficas, pueden ser clasificadas en 2 grupos, termoplásticos y termoendurecibles (thermosetting). Una resina termoplástica es un material polímero que puede ser moldeado en aplicación de calor y presión y se solidifica enfriándose.

La resina termoendurecible es un material polímero el cual puede ser moldeado en la aplicación de calor y presión, pero que puede ser reformado más tarde aplicando calor o presión.

Se utilizaron 2 tipos de resinas para montura: VariDur 3000 (1 parte de polvo: 1 parte de líquido), de la empresa Buehler y DuroCit (2 partes de polvo: 1 de líquido) de la empresa Struers.

3.2.1.1 Montura en frío. Normalmente la montura en frío no es realmente fría, se manejan temperaturas que pueden alcanzar los 150 C, pero la fase de enfriamiento se hace a temperatura ambiente. En la mayoría de los casos se utilizan dos componentes, ya sea 2 líquidos o un polvo y un líquido. Los componentes, resina y endurecedor, son medidos por peso o por volumen. En caso de cantidades muy pequeñas, es recomendable hacer las medidas por peso. La mezcla de los componentes debe realizarse cuidadosamente para asegurar la distribución total del endurecedor. El tiempo después de mezclarse hasta que empieza a endurecerse puede variar dependiendo de la resina, pero por regla general la mezcla debe ser usada inmediatamente, asegurando la menor viscosidad de la mezcla.

Usualmente la muestra limpia, libre de grasa, es puesta en un molde para montura. La mezcla se vierte cuidadosamente en el molde, evitando atrapar aire entre la muestra y la resina. La baja viscosidad asegura que la resina llene todas las irregularidades y que el aire que pueda llegar a ser atrapado pueda salir fácilmente a la superficie.

3.2.1.2 Ventajas de la montura en frío

- Bajo costo

- Muestras frágiles, o débiles no son afectadas.
- Muestras con fisuras, o poros o ambos pueden ser impregnadas.
- Grandes producciones en serie pueden ser realizadas utilizando moldes de montura baratos
- Bajo tiempo de preparación.

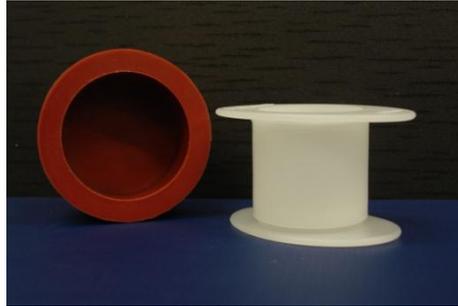
3.2.1.3 Desventajas de la montura en frío

- Algunas resinas tienen una contracción relativamente alta.
- Algunas resinas son relativamente blandas, es decir con una alta tasa de remoción.
- La forma y el diámetro no son muy exactos.
- Burbujas y fisuras alrededor y dentro de la muestra cuando no se aplica presión.
- Rápida solidificación.

3.2.1.4 Moldes para montura. En la mayoría de los casos estos moldes son cilíndricos, hechos de Polioximetileno o caucho.

La muestra es colocada en el fondo del molde y la resina es vertida cuidadosamente, con el fin de no mover la muestra, algunas veces el peso de la resina sobre un lado de la muestra hace que se tuerza y no quede perpendicular a la superficie de esmerilado, esto hace que el punto de análisis no pueda ser ubicado y se pierda información valiosa en el proceso de esmerilado.

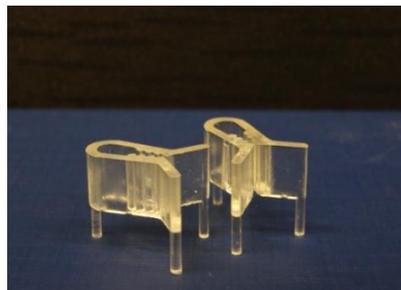
Algunos moldes tienen un fondo que puede ser retirado para hacer más fácil la extracción de la muestra después de endurecerse; los de caucho son de una sola pieza, pero su flexibilidad hace fácil la extracción. Para asegurar que la muestra se puede retirar en algunos casos se recomienda esparcir un lubricante antes de verter la resina.



Tipos de moldes usados para realizar la montura, a la izquierda un molde de caucho flexible y a la derecha un molde rígido de plástico de dos piezas

3.2.1.5 Soportes de la muestra (Clips). Si la muestra es pequeña y plana, los clips ayudan a mantenerla en la correcta posición durante el endurecimiento, sin embargo la manera de verter la resina puede afectar la posición establecida previamente. Clips de plástico y de metal están disponibles, pasando a ser una parte de la muestra a analizar.

Debido a eso, es necesario escoger que tipo de clip es más conveniente con relación a la dureza de la muestra.



Clips utilizados para mantener las muestras fijas mientras se hacia la montura

3.2.1.6 Recomendaciones

- Revisar que la muestra a montar no se vea afectada por el material de montura.
- Asegurar que el espécimen esté seco y libre de grasa.
- Revisar que el molde a utilizar sea el adecuado para el material.
- Tener cuidado al mezclar los componentes por peso o por volumen, así como mezclar el tiempo indicado en las direcciones de uso. Una mala mezcla conlleva a una mala montura.
- Siempre usar guantes adecuados para la manipulación de los materiales.
- Realizar la montura en un lugar con evacuación de gases, los gases producidos en la reacción son perjudiciales para el hombre.

3.2.2 Esmerilado - Grinding

3.2.2.1 Esmerilado Plano- Plane Grinding. Plane grinding, o esmerilado plano, puede ser necesario alguna de las siguientes razones:

- a) Para aplanar una superficie después del corte, dependiendo del método utilizado la superficie cortada puede no ser plana.
- b) Para remover la deformación generada por la división de la muestra y establecer una superficie de inicio en la muestra para asegurar la reproducción igual, en futuras preparaciones.
- c) Cuando un número de ejemplares se fijan en un soporte de muestras, y las superficies a analizar no están en el mismo plano, es necesario eliminar material en algunas para obtener una superficie uniforme en todas.
- d) La muestra montada en resina está muy lejos de la superficie, haciendo necesario utilizarlo para no comprometer la muestra con otros métodos.

El esmerilado fino se realiza generalmente con granos abrasivos relativamente gruesos y se describen con más detalle a continuación

3.2.2.2 Esmerilado Fino - Fine Grinding. Fine Grinding o esmerilado fino es un proceso usado para establecer la superficie de una muestra adecuada para la primera etapa de pulido. Esto significa que la superficie relativamente en bruto después del corte, o del esmerilado plano, a través de uno o varios pasos con granos cada vez más finos, se convierte en una superficie que puede ser pulida. La etapa de esmerilado fino es necesaria porque la tasa de remoción de material es relativamente alta, comparada con la etapa de pulido donde la tasa de remoción es muy baja.

El esmerilado juega un papel importante en la preparación de la muestra, y por ende será discutido con más profundidad a continuación. La mecánica del proceso de esmerilado plano y esmerilado fino es básicamente la misma que se utiliza en el proceso de pulido.

3.2.2.3 Penetración de los granos. La profundidad de penetración, en los puntos de contacto de un grano abrasivo en la pieza de trabajo, es solo un pequeño porcentaje de su tamaño. En el proceso de lijado, el valor máximo se encuentra en el rango de 5%, esto significa que un grano de 220 con un tamaño promedio de 68 μm , usando una presión de 40 kPa (6 psi) penetra menos de 3 o 4 μm dentro de la superficie del espécimen. En la práctica un papel de lija de agua (SiC) 220 la penetración (profundidad de raya) en una aleación de cobre y zinc sería de 5 μm en los primeros segundos y luego caería a 2-2.5 μm .

El lubricante juega un papel importante dentro de este tema, puesto que al aplicar demasiado lubricante se crea una capa densa entre la muestra y el disco causando que solo unos pocos granos tengan contacto con la superficie y aumente considerablemente el tiempo de preparación. Si el lubricante es poco hay una alta remoción de material pero a su vez mayor profundidad de las rayas lo que traduce mayor daño en la muestra. [4]

3.2.3 Materiales abrasivos para esmerilado (Grinding Abrasives)

3.2.3.1 Carburo de Silicio SiC. SiC juega un papel muy importante en Metalografía y Materialografía, siendo el papel de lija de SiC utilizado tanto para esmerilado plano como para esmerilado fino.

SiC es el primer abrasivo sintético, hecho en 1890. Existen 2 clases de SiC. El tipo verde que es relativamente friable, es decir se deshace fácilmente y con menos impurezas; el tipo negro tiene la misma dureza que el verde pero es menos friable. La mayoría del SiC utilizado para lijado es del tipo negro. El carburo de Silicio es el segundo abrasivo más utilizado en el mundo con una dureza de 2700 HV

La estructura de la superficie de un grano de SiC es bastante irregular, parecida al cristal fracturado. Esto es una ventaja en los papeles de lija, pues estos están firmemente adheridos, pero su superficie irregular combinada con su forma irregular incrementa la deformación en el espécimen.

3.2.3.2 Diamante— Productos de diamante. El diamante juega un creciente papel en preparaciones Metalográficas y Materialográficas. Un número de productos a base de diamante se desarrollan utilizando granos fijos o sueltos como abrasivos para ambos, lijado y pulido.

El diamante, así como el Nitruro de Boro cúbico (CBN) pertenecen a la categoría de los súper abrasivos por su dureza de 8000 HV.

Desde la década del 40, los diamantes naturales habían sido utilizados con propósitos de lijado. Después de muchos años de investigación, fueron desarrollados métodos, entre 1950 y 1960, para la creación de diamantes sintéticos y el día de hoy la mayoría de diamantes utilizados para pulir y lijar son

sintéticos. Los diamantes están constituidos por dos estructuras de cristales: Mono-cristalinos y Poli-cristalinos.

Los granos Poli-cristalinos, tienen muchos bordes afilados, son relativamente friables y se parten durante su uso, dando un efecto de auto afilado. Los diamantes Poli-cristalinos son considerados como los más eficaces para preparaciones materialográficas debido a su alta tasa de remoción de material; mayor que los diamantes mono-cristalinos en la mayoría de los materiales.



Los granos mono-cristalinos son más fuertes, teniendo una estructura de bloque con pocas aristas de corte, relativamente. Estos no se rompen con facilidad, y si lo hacen, se rompen a través de líneas rectas, de tal modo que no crea nuevos filos. [4]

3.2.3.3 Suspensiones de diamante. El uso de suspensiones de diamante, está incrementando, aplicar el abrasivo en pequeñas cantidades durante el proceso es una ventaja, dando una tasa de remoción más constante que con otro tipo de productos de diamante.

Las suspensiones son adecuadas para ser aplicadas de manera. La dosificación automática puede ser llevada a cabo usando un rocío, o aerosoles, aunque estos son considerados perjudiciales para la salud, o a través de bombas, suministrando

la suspensión a modo de gotas. La suspensión puede ser también aplicada manualmente utilizando una botella dispensadora.

Las suspensiones de diamante pueden ser a base de agua, alcohol, aceite u otros hidrocarburos. Las suspensiones a base de agua deben ser más utilizadas debido a la naturaleza no tóxica del agua.

A la suspensión debe ser añadido un ingrediente que estabilice los granos de diamante de tal modo que estos no se sedimenten o solo lo hagan muy lentamente. En caso que la sedimentación tome lugar, la botella con la suspensión debe ser ubicada en un aparato que la revuelva, o de otro modo debe ser revuelta durante el proceso.

En algunos casos, cuando el material a preparar es sensible al agua, debe ser usada una suspensión, libre de agua, a base de aceite o preferiblemente a base de alcohol. Las suspensiones de diamante están disponibles en dos tipos, con diamantes poli-cristalinos y mono-cristalinos en el rango de 45 μ m hasta 0.05 μ m. Los tamaños de grano mayormente usados son 9 y 6 μ m para esmerilado fino y pulido plano, y 3, 1, 0.25, 1 y 0.05 μ m para pulido y terminación.

La suspensión de diamante poli-cristalinos es preferible si se desea una mayor tasa de remoción y un mejor acabado. Esto es debido a que los granos poli-cristalinos se rompen durante el proceso creando nuevos filos. Las suspensiones mono-cristalinas normalmente son menos costosas que las poli-cristalinas, y la tasa de remoción es considerablemente menor. Usualmente las suspensiones son usadas en combinación con un lubricante.

De este modo la adición de nuevos granos y el establecimiento de una película lubricante son separados, haciendo posible una dosificación más exacta de ambos. Las suspensiones de diamante que actúan como lubricante también están

disponibles, así que un solo producto es aplicado sobre el disco de lija o de pulido, estableciendo suficiente cantidad de ambos, película lubricante y granos activos.

Al aplicar suspensiones de diamante hay que tener en cuenta que la densidad de la misma determina el grosor de la capa. Si se aplica excesiva suspensión (a) los granos no harán contacto con el paño lo que hace que no haya remoción alguna de material, por el contrario un poco lubricación (c) crea una alta remoción de material pero a su vez incrementa el daño ocasionado en la muestras. Lo ideal es aplicar una capa media (b) que permita una remoción ligera del material, consume más tiempo pero la muestra recibe menos daño.

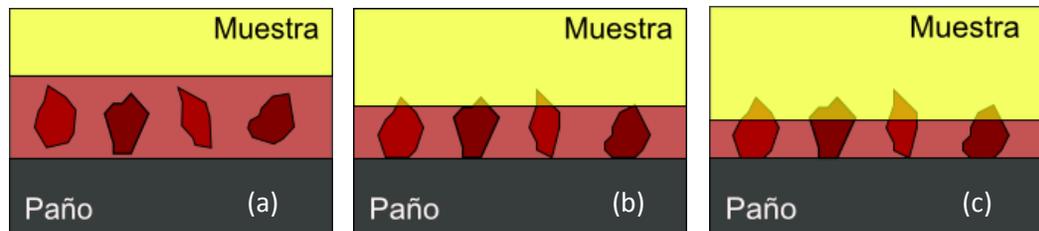


Fig. 7 Comparación del efecto generado al aplicar diferentes cantidades de suspensión de diamante.

3.2.4 Lijado Tradicional

La expresión lijado tradicional, cubre todos los métodos que han sido empleados por mucho tiempo para preparaciones metalográficas y materialográficas, por ejemplo piedras de lija, discos con cerámica, papel de lija de Zirconio, Alúmina, y el papel de lija de agua de SiC. Durante la práctica se utilizó únicamente el papel de lija de carburo de silicio SiC.

La máquina utilizada comprendía 2 platos rotatorios con 2 velocidades. Cada plato tenía un aro para fijar el papel de lija el cual debía ser cambiado cuando se desgastaba, en promedio cada 1 minuto se cambiaba 3 veces de papel.



Máquina para método tradicional de esmerilado (a).

SiC Papel de lija de agua—Tabla 6.2

El papel de SiC es un método tradicional de lijado, usado desde 1950, para ambos, esmerilado plano y esmerilado fino. El papel de lija está hecho de un papel resistente al agua con una capa de granos abrasivos de SiC. Una capa adhesiva hace un recubrimiento antes que los granos abrasivos sean aplicados. A medida que el material de respaldo pasa a través de un campo electrostático fuerte, las partículas son orientadas con su más larga dimensión en sentido vertical. Esto provee de una buena retención y también orienta las partículas con los bordes más afilados hacia arriba. Entonces se aplica una segunda capa de adhesivo sobre todo el montaje. [4]

TABLE 6.2—Comparison between Grit Numbers according to ANSI Standard B74.18 and FEPA "P" Standard 43-GB.

FEPA "P" Standard	Approx. Average Grain Diameter		ANSI B74.18- 2006
	FEPA P μm	ANSI μm	
43-GB-1984 R 1993			
P60	269	268	60
P80	201	192	80
P100	162	141	100
P120	125	116	120
P150	100	93	150
P180	82	80	180
P220	68	67	220
P240	59		
P280	52	52	240
P320	46		
P360	41	42	280
P400	35	34	320
P500	30		
P600	26	27	360
P800	22	22	400
P1000	18	16	500
P1200	15	13	600
P1500	13		
P2000	10		
P2500 (P2400)	8.4	6.5	(800)
(P4000)	5	5	(1200)

[4]

El papel de respaldo puede ser tipo A, relativamente delgado o tipo C, el cual es de algún modo más grueso. El tipo C se utiliza normalmente en preparaciones metalográficas y materialográficas. El papel se presenta en discos con diámetro de 200, 230, 250 y 300 mm.

El abrasivo de SiC es clasificado acorde con los estándares establecidos por la ANSI (American National Standard Institute) y la FEPA (Federation of European Abrasive Producers), el tamaño de los granos se dividen en dos, macrogranos y microgranos.

El rango de los macrogranos está entre 120 y 220, y se determina por tamizado. El número de grano indica la cantidad de aberturas por pulgada cuadrada. En el estándar ANSI y el estándar FEPA los macrogranos tienen la misma equivalencia, la designación FEPA se reconoce por tener una P que antecede al número.

El rango de los microgranos está entre 240 y 4000, y es determinado por sedimentación, y los números correspondientes al tamaño del grano en ambos estándares no es el mismo.

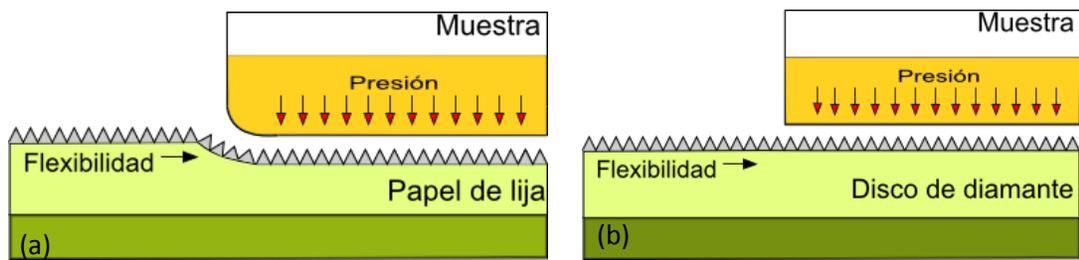
Esmerilado Plano

Para Esmerilado plano los tamaños 120 (P120), 180 (P180), 220 (P220), o 240 (P280) son generalmente usados. El grano más fino posible debe ser utilizado para limitar la deformación de la superficie de la muestra. Cuando se usa papel de SiC, el último paso de esmerilado debe ser 220 o 240 (P220 o P280) para asegurar un buen resultado y una reproducción fiable en los siguientes pasos. Considerando que cada hoja de papel solo lija eficientemente entre 20 y 60 segundos, dependiendo del material que se esté lijando, frecuentemente deben ser utilizadas varias hojas para asegurar que la superficie del espécimen esté totalmente plana, paralela a la superficie de la lija.

Esmerilado Fino

Para el esmerilado fino son utilizados normalmente tres o cuatro pasos basados en los siguientes granos: 280 (P320), 320 (P360), 360 (P500), 400 (P600), 500 (P1000), 600 (P1200), 800 (P2400/ P2500), 1200 (P4000). Una secuencia normal podría ser 320–400–600 usando la designación ANSI o P320, P500, P1200 usando la designación FEPA.

En caso de materiales dúctiles, uno o dos pasos pueden ser añadidos, 1200 (ANSI) o P2400/P2500, P4000 (FEPA).



Comparación entre el papel de lija SiC (a) y un disco de diamante (b). El papel de lija tiene una gran flexibilidad de tal modo deforma los bordes de la muestra. Los discos de diamante son rígidos, lo cual no da lugar a este fenómeno que altera las características del espécimen.

3.2.5 Lijado Contemporáneo

El lijado tradicional tiene un gran número de inconvenientes, especialmente cuando se utiliza en preparaciones automáticas o semiautomáticas, debido al rápido desgaste de sus suministros. Por esta razón se desarrollo el lijado contemporáneo, para eliminar o reducir estos inconvenientes:

- Calidad de la superficie del espécimen: Mejor retención de bordes y menos deformación.
- Tasa de remoción de material constante: Menos pasos y mejor reproducibilidad.
- Menos manipulación: mediante el uso de menos pasos, y el uso de sistemas automáticos, la manipulación se reduce al mínimo y disminuye el tiempo de operación.
- Menos desperdicios: Al usar suministros de larga duración, la cantidad de desperdicio se reduce



Máquina para método contemporáneo de esmerilado, preparación de muestras automáticas y semiautomáticas.

Esmerilado plano

El esmerilado plano es el método de lijado contemporáneo que se lleva a cabo utilizando discos metálicos, sobre los cuales se encuentra diamante sobre resina, el diseño de la distribución varía de acuerdo a la empresa. Están disponibles discos de 80, 120 y 220 para el esmerilado plano. En la preparación de las muestras se utilizó el disco **MD-Piano 220TM** de la compañía Struers (Dinamarca). Este disco se utiliza para la primera etapa de preparación de muestras de <30mm de diámetro de cualquier material, su dureza característica permite que no se creen relieves en las muestras, como sucede con el lijado tradicional, debido a la diferencia de dureza en los materiales que componen la muestra. Los discos tienen como característica una constante tasa de remoción de material así como una larga durabilidad. Su tiempo de utilización equivale a unos 60-100 discos de papel de lija de SiC. Se pueden utilizar tanto en las preparaciones manuales como automáticas usando agua como lubricante.

El resultado equivale al obtenido utilizando papel de lija de SiC #220. Su respaldo metálico lo hace ideal para ser fijado de manera magnética al plato giratorio de la máquina.

Los discos deben ser limpiados de manera regular para mantener su capacidad de remoción, los intervalos de limpieza dependen de la dureza y la cantidad de las muestras; varía entre 5 a 20 minutos para materiales de más de 450HV, y entre 10 y 60 minutos para materiales más blandos. Para la limpieza se utiliza una barra la cual pone en el centro y aplicando una modesta fuerza se lleva hasta la periferia mientras el disco gira a 150 rpm, esto crea nuevas fracturas en los diamantes y removiendo los otros posibles materiales que hayan quedado inmersos.

Esmerilado Fino

Para el esmerilado fino puede ser utilizado 1 solo paso basado en un disco de resina de diamante de 1200 usando agua como lubricante, esto equivale a los tres o cuatro pasos necesarios en el lijado tradicional, ahorrando tiempo y dinero.

Para la preparación de las muestras se utilizó el disco **MD-Piano**™ de la compañía Struers (Dinamarca). Después de esto las muestras estaban aptas para pasar a la etapa de pulido.

En resumen se puede decir que con el lijado contemporáneo es posible la preparación de especímenes con diferencias extremas de dureza como algo de rutina. Este tipo de especímenes solo podían ser preparados con gran dificultad utilizando métodos tradicionales. Los suministros utilizados para el lijado contemporáneo están basados en su mayoría en diamante como abrasivo, ya sea rígido en un disco o añadidos durante el proceso. Se puede encontrar discos con diámetros de 200, 250, 300, y 350 mm.

3.2.6 Pulido

Después del esmerilado plano y fino la superficie de la muestra debe ser pulida para obtener la verdadera microestructura o una estructura apta para el análisis. En principio, la superficie siempre tendrá un grado de deformación incluso con los

paños más finos. Sin embargo si las rayas no son muy profundas pueden eliminarse en el proceso subsiguiente de corrosión (Etching).

El pulido mecánico está definido como el proceso en el que se remueve material con granos de abrasivo sueltos ubicados en un substrato como un paño de pulir. Los abrasivos pueden ser añadidos antes o durante el proceso y generalmente un lubricante es aplicado durante el proceso para actuar como lubricante y refrigerante.

El pulido químico-mecánico se define como el proceso de remoción de material de manera química y mecánica simultáneamente. Para este método, son adecuados para cerámicas y otros materiales con alta resistencia a la abrasión, pueden ser usadas suspensiones acidas de Alúmina y básicas de Sílice. Generalmente, este método es usado con una gran cantidad de químicos corrosivos, de tal modo que se debe manejar manteniendo los cuidados adecuados.

El pulido mecánico es usado con mayor frecuencia, puede ser efectuado manual o automáticamente e involucra granos sueltos aplicados en suspensión con un tamaño de grano menor a $10\mu\text{m}$. Dependiendo del material y del último paso de esmerilado fino realizado, son necesarios uno o varios pasos de pulido antes que la muestra esté terminada.

Esto se lleva a cabo con paños duros, medios o suaves y suspensiones de diamante entre $9\mu\text{m}$ y $0,25\mu\text{m}$. El último paso puede ser una suspensión coloidal de Sílice o Alúmina con un tamaño de grano entre $0,1$ y $0,05\mu\text{m}$. [4]

El primer paso de pulido es la transición del esmerilado fino a la etapa de pulido, es en este paso donde se quita la mayor parte del material dañado y del rastro dejado en el paso anterior. Generalmente se utiliza un paño duro tejido con una suspensión de diamante de 9 o $6\mu\text{m}$ y es lo que se denomina "Rough Polishing" o Pulido áspero.

Seguido de este paso viene el pulido fino, que corresponde a granos de diamante de $3\mu\text{m}$, $1\mu\text{m}$ y $0,25\mu\text{m}$. Y por último una solución de Sílice con un grano de $0,05\mu\text{m}$. El material de los discos utilizados varia así como su resistencia, y se clasifican en discos duros, medios y suaves. Un disco duro presenta poca flexibilidad por lo que tiene mayor tasa de remoción de material así como mayor daño a la superficie, por otro lado un disco suave posee una baja resistencia, es blando y flexible, esto genera que al aplicar presión se redondeen las esquinas, su tasa de remoción es menor por lo que lleva más tiempo pero su daño a la superficie es bastante reducido.

El respaldo de los discos puede ser metálico o plástico, sin embargo se prefieren los metálicos por su conductividad térmica y sus propiedades magnéticas para ser usados sobre maquina automáticas.

La velocidad de rotación de los discos varía entre 30 y 600 rpm, pero se recomienda que sean usados entre 120 y 300 rpm; la presión aplicada sobre la muestra determina también la tasa de remoción, así como el daño causado sobre ella.

Como regla general el tiempo de pulido de un paso debe ser el suficiente para eliminar todo el daño causado en el paso anterior, usualmente se gira 90 grados cada cambio de paso.

MD-Largo, MD-Dac y MD-Dur fueron los paños utilizados para este proceso utilizando suspensiones de diamante de $9\mu\text{m}$, $3\mu\text{m}$ para los dos primeros y una suspensión coloidal de Sílice de $0,04\mu\text{m}$, para algunas muestras se utilizó un paño con suspensión de $1\mu\text{m}$ entre el MD-Dac y el MD-Dur.

3.2.7 Limpieza Ultrasónica

La limpieza ultrasónica es eficiente y relativamente rápida, remueve suciedades de los poros, fisuras, brechas, etcétera.

El espécimen o el soporte del espécimen se coloca en un tanque con un líquido que puede ser agua, alcohol o un solvente orgánico como acetona. En casos que la suciedad sea difícil de quitar se pueden usar ácidos débiles o soluciones básicas.

Un transductor vibra en la parte inferior del tanque, a una frecuencia entre 20 a 40 KHz creando cavitación de burbujas de gas en el líquido. Estas burbujas hacen implosión y un efecto de rose con el cual remueve la suciedad. La suciedad contamina el líquido, por lo tanto la muestra debe ser enjuagada antes de secarse. El ultrasonido penetra el vidrio, por esto es posible introducir un vaso de precipitado en el tanque. Cuando las muestras son solo ubicadas en los vasos, es más fácil cambiar el agua contaminada. La limpieza tarda entre 0.5 – 1 minuto, aunque materiales blandos, porosos, o débiles no deben ser limpiados con ultrasonido o solo por 10 – 20 segundos. [4]

Se utilizó Isopropanol para limpiar las muestras, pero la resina donde se había montado se veía un poco afectada, así que se usó agua desionizada que resultó tener buenos efectos.

Es importante realizar una limpieza de la muestra en cada cambio de paso, en el proceso de esmerilado y pulido, ya que la suciedad de la muestra puede permanecer generando un falso análisis de la superficie, por otro lado este tipo de suciedades puede causar más daño en la muestra pues se considera como una introducción de elementos extraños.

3.2.8 Corrosión – Etching

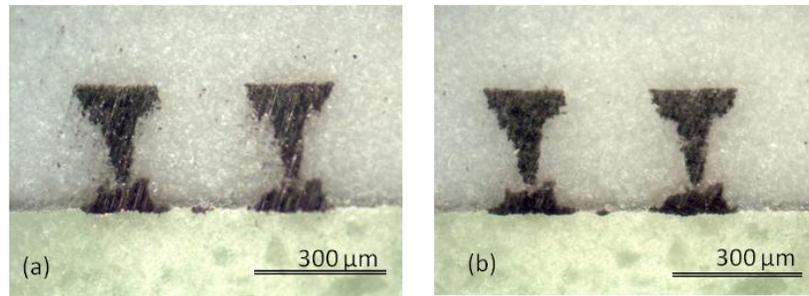
Existen recetas de corrosión para materiales específicos así como para una variedad de cerámicas basadas en óxidos, nitratos, y carbonatos. Ácidos de alta concentración o sales fundidas son usados frecuentemente como corrosivos, aunque también son utilizados corrosivos básicos en algunos casos. Corrosión usando ácido Fluorhídrico se utiliza usualmente en materiales de Oxido de Aluminio que contienen SiO₂.

Información detallada sobre recetas e instrucciones pueden encontrarse en el libro Metallographic, Ceramographic, Plastographic Etching de G. Petzow, así como también publicaciones individuales de literatura técnica. [2]

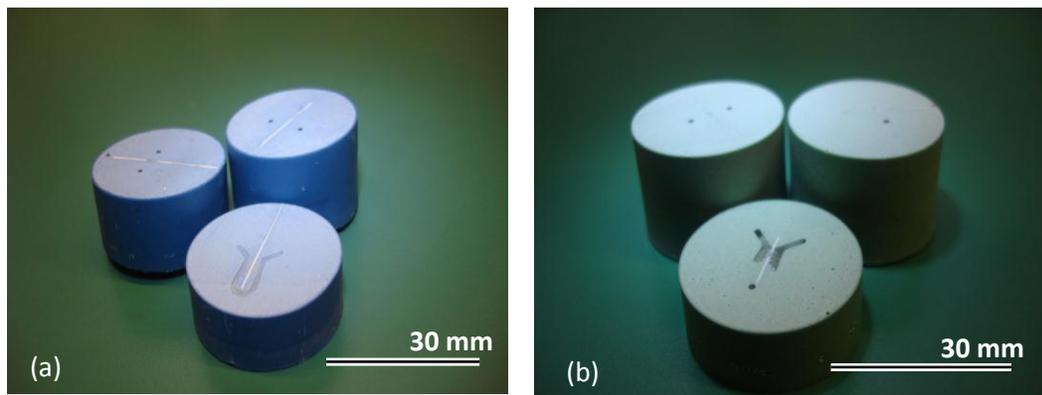
Estos son algunos de los efectos indeseados consecuencia de la corrosión química. Si se requiere una calidad muy alta, estos problemas pueden ser minimizados al modificar las condiciones de corrosión o utilizando otro material corrosivo.

- La corrosión puede no ser uniforme
- Pueden desprenderse pequeños granos.
- Recubrimientos de sustancias extrañas pueden ocultar la microestructura.
- Todas las ralladuras pueden ensancharse.
- Pueden ser agrandados los poros y las cavidades.
- Los resultados pueden ser difíciles de reproducir.

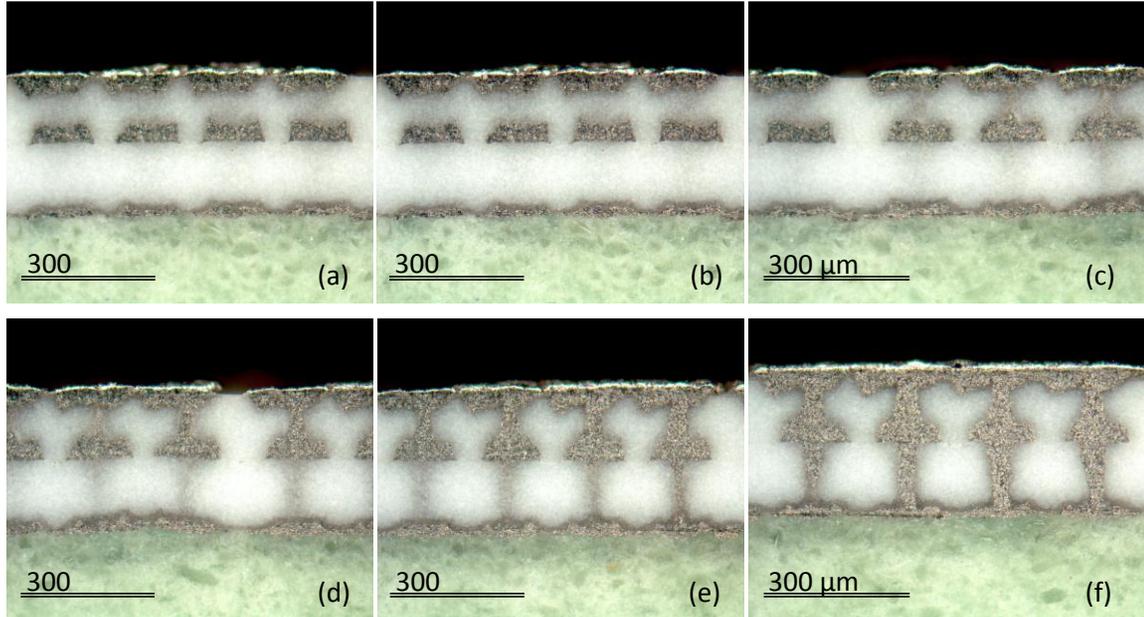
Muestras materialográficas



Comparación entre la muestra después de lijado fino (a) y después de la limpieza ultrasónica y el primer paso de pulido (b). En la imagen (a) se ven las rayas ocasionadas por el disco de diamante MD-Piano 1200 mientras la imagen (b) muestra el resultado obtenido después de pulirla con MD-Allegro y una suspensión de diamante de $9\mu\text{m}$.



Muestras materialográficas utilizando resina Varidur (a) y Durocit (b).



La secuencia presentada (a-b-c-d-e-f) corresponde a la preparación metalográfica de una muestra en sus pasos de esmerilado fino y pulido. La muestra consiste en Feedthroughs elaborados en platino sobre cerámica. Cada foto fue tomada después de un proceso de esmerilado fino y pulido.

3.3 MICROCALENTADORES:

Por otro lado, durante 2 semanas se trabajó en la elaboración de microcalentadores para derretir vidrio de manera localizada. Al mismo tiempo, se estudiaron diferentes diseños y materiales tales como la Alúmina por su conductividad térmica, filamentos de Wolframio, y filamentos de una aleación de Níquel-Cromo, que tiene 19,5% Cromo y 80% Níquel, pudiendo contener otros elementos tales como azufre, magnesio y hierro. Esta aleación utilizada en múltiples elementos de calefacción como secadores de manos o secadores de cabello. Se utilizaron estos materiales por sus propiedades físicas, teniendo en

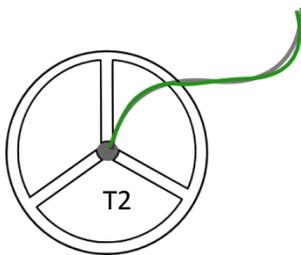
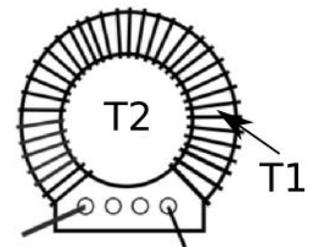
cuenta parámetros como el punto de fusión y sus propiedades de resistencia eléctrica, y conductividad térmica.

Se realizó la caracterización del dispositivo para ver la respuesta en temperatura de acuerdo a la corriente suministrada, para tal efecto se utilizó una termocupla tipo K.

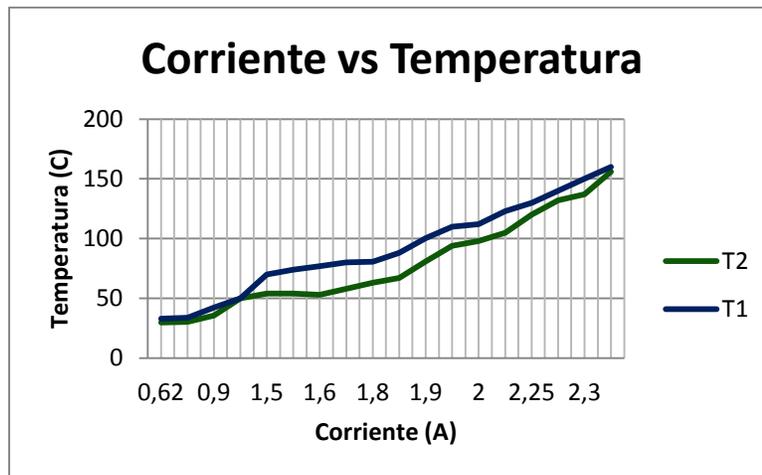
Los Microcalentadores tienen como propósito fundir vidrio para sellar una cápsula circular, debido a esto el diseño estuvo enfocado para este fin. La elaboración del diseño fue realizada en AutoCad y luego cortada mediante Laser.

Microcalentador versión 1

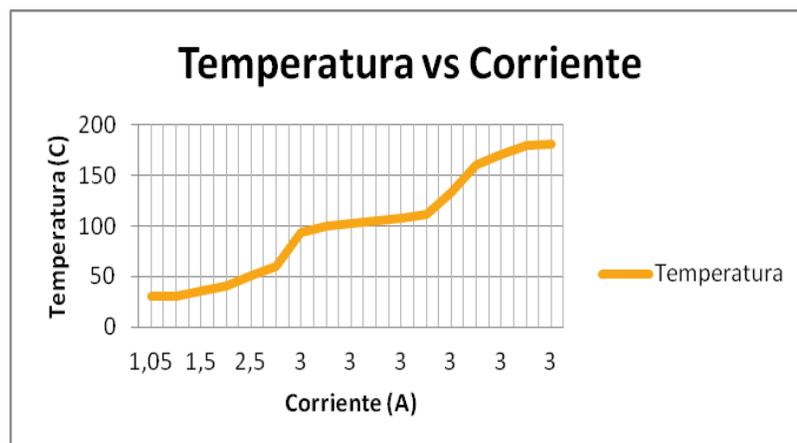
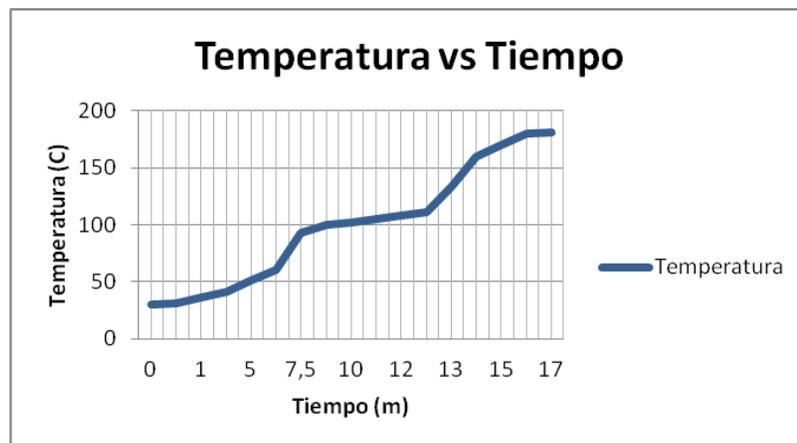
El microcalentador se diseñó con las especificaciones de la muestra, utilizando cable de tungsteno de 0,15 mm y 0,25 mm de diámetro.



Se utilizó un anillo de Al_2O_3 ubicado sobre el calentador y en el punto medio se colocó la termocupla tipo K para hacer la medición. (T2) la medición T1 se realizó haciendo contacto directo de la termocupla sobre los filamentos de Tungsteno, se utilizó un cable de 150 μm de diámetro.

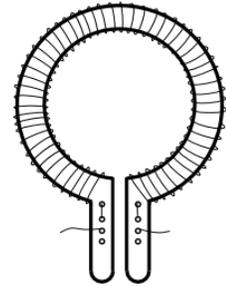


Caracterización del primer diseño utilizando un cable de tungsteno de 250 μ m de diámetro. La medición en t1 se omitió debido al interés de la respuesta en el punto t2

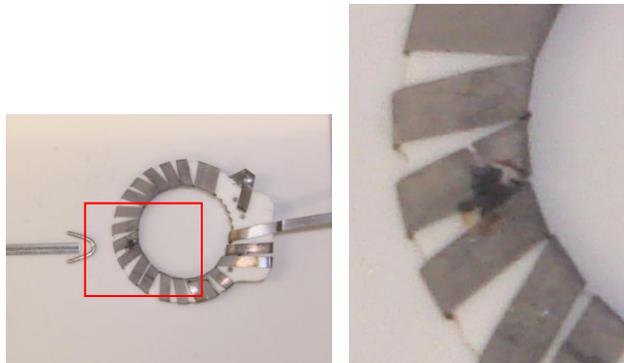


Microcalentador versión 2.0.1

Los problemas de fabricación del primer microcalentador llevaron a adaptar el diseño creando una apertura facilitando el ingreso del cable para envolver la cerámica.



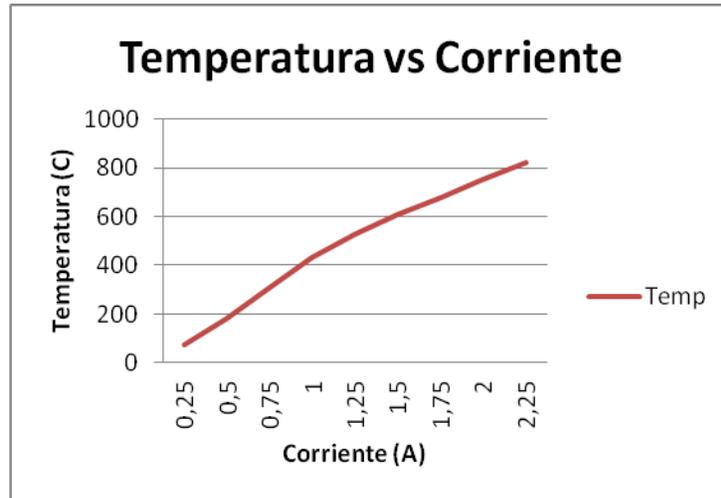
Después de las pruebas con el cable de Tungsteno, y de los malos resultados obtenidos, se realizaron pruebas con algunos elementos de un calentador, tales elementos son mostrados en las siguientes imágenes.



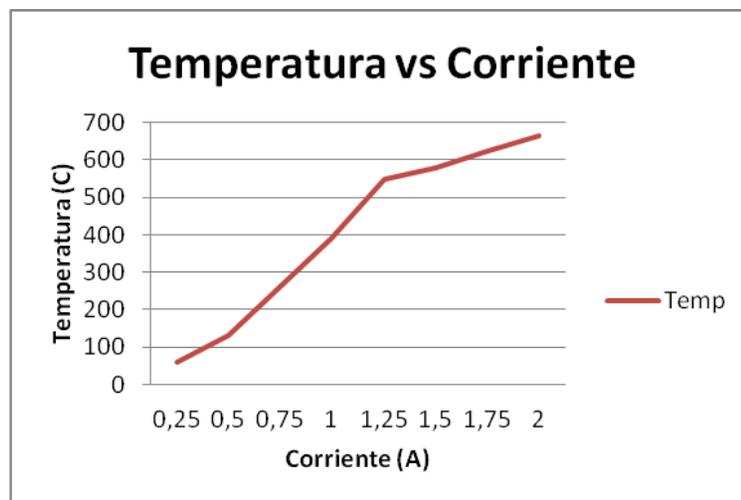
Fractura del cable debido a la alta corriente que circuló por él.

I (A)	t2 (C)	
0,25	100	Después de 2 horas a una temperatura de 600 grados Celsius el microcalentador aún seguía funcionando.
0,5	150	La versión 2.0.2 corresponde al mismo diseño, utilizando Níquel-Cromo de diferentes diámetros ya que las pruebas realizadas con el Tungsteno (W) arrojaron Oxido de Tungsteno (WO_3) como resultado.
1	350	
1,7	550	
1,5	525	
2,5	750	

Se utilizaron diámetros de 0,125 mm y algunas variaciones usando 2 y 3 cables trenzados y sinterizados bajo fuego directo.



Respuesta de un microcalentador usando dos cables trenzados de NiCr 125 μ m de cada hilo, la medición se realizó en contacto directo sobre el cable.

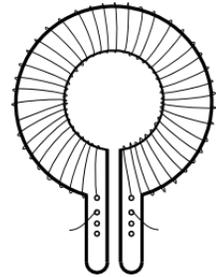


Respuesta de un microcalentador usando tres cables trenzados de NiCr 125 μ m de cada hilo, la medición se realizó sobre una cerámica ubicada sobre el calentador.

Aunque se obtuvieron resultados significativamente altos de temperatura, la distribución de calor no era uniforme en todo el microcalentador. El Cable usado fue previamente templado bajo fuego para sinterizarlos.

Microcalentador versión 2.1.1

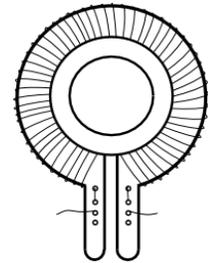
La adaptación del diseño funcionó como se había planeado sin embargo la superficie de contacto era demasiado angosta, de tal manera se pensó en ensanchar la cerámica para que existiera mayor puntos de contacto creando una mejor distribución de calor.



Microcalentador versión 2.1.2

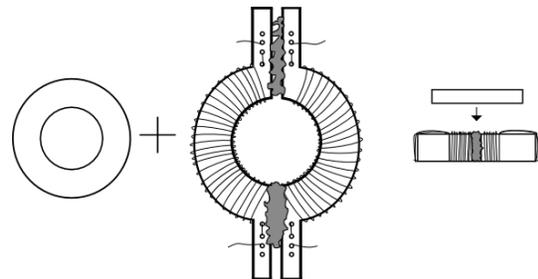
Las pruebas realizadas mostraron que la distribución de calor no era uniforme, debido a que era un proceso manual, la distribución del cable no era totalmente homogénea, de tal manera se calentaba más en ciertos puntos que en otros.

Para solucionar esto se pensó en ubicar una lámina de Alúmina con el fin de distribuir el calor de manera homogénea



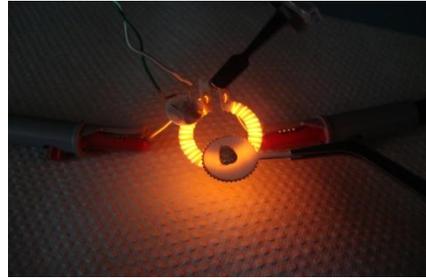
Microcalentador versión 2.2.1

La brecha del diseño anterior no permitía que el calor fuera uniforme en el disco de cerámica, de tal manera se modificó el diseño para hacer más sencilla la fabricación del microcalentador y acercarse a una distribución homogénea del calor. Se hicieron 2 partes de cerámica unidas por cemento.



Microcalentador versión 2.1.3

Para evitar las pérdidas de calor, se cubrió todo el microcalentador con cemento. A continuación se presentan unas imágenes de algunos microcalentadores, su diámetro externo varía entre 20 y 22 mm y su diámetro interno entre 10 y 15 mm.



3.4 LAMINACIÓN

Laminación es el proceso de combinar múltiples capas de HTCC (High temperature cofired ceramic) aplicando presión a temperaturas elevadas, para aumentar el volumen de un substrato de cerámica mediante sinterización progresiva. [6]

El proceso se lleva a cabo a una temperatura de 70 grados Celsius, aplicando una presión de 200KN por dos minutos; se debe realizar el proceso capa a capa para garantizar la correcta adhesión de las mismas.

Se hicieron laminaciones de varias capas de Alúmina, para incrementar su grosor. En primer lugar el material es débil y flexible con un grosor determinado, sin embargo para los proyectos aquí desarrollados se usan diferentes grosores, de tal modo que se deben laminar. Este proceso que involucra calor y presión, sin embargo el producto aún sigue siendo flexible, para su solidificación es necesario

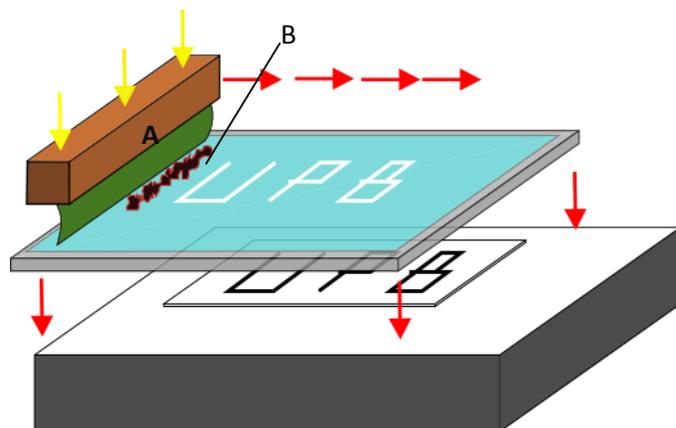
llevarlo al horno y configurar un programa de calentamiento progresivo dependiendo del material.

3.5 SERIGRAFÍA

Serigrafía es una técnica de impresión que se utiliza para transferir diseños de una plantilla a otro material, la plantilla o máscara está hecha de filamentos de poliéster, nylon o hilos de acero.

Para hacer la plantilla se coloca un material foto resistente sobre la plantilla, dependiendo de este material si necesita energía para fusionarse o por el contrario al aplicar energía este se disuelve, se utiliza el diseño o el negativo de este para imprimir por medio de luz ultravioleta el diseño sobre la plantilla.

La plantilla entonces tiene zonas impermeables permitiendo que el material que se quiere aplicar, ya sea una pasta de metal, un aislante o vidrio en su estado líquido atraviese la máscara solo por los lugares deseados. Para la aplicación la máscara se coloca a 0.5mm de la cerámica y se utiliza una escobilla de goma la cual aplica una pequeña presión para transferir todo el material.



El material viscoso que se desea usar (B) es aplicado a lo largo de la plantilla de manera uniforme por la escobilla de goma (A), que a su vez ejerce una leve presión permitiendo el flujo del material de un lado de la plantilla, al otro en el cual se encuentra la cerámica. Esto es una representación del principio utilizado por la máquina del laboratorio ya que esta emplea un mecanismo hidráulico para el movimiento de la escobilla en ambas direcciones.

3.6 ACTIVIDADES VARIAS

Dentro de otras actividades que se desarrollaron durante la práctica están la elaboración de manuales para introducir los equipos y las tecnologías de manera fácil y rápida a las personas interesadas. (Microscopio de escaneo acústico y preparación de muestras materialográficas).

La fabricación de *Pull Test Samples* para determinar la fuerza de adhesión de la metalización a la cerámica. Para la prueba de Pull Test se utilizó una máquina Dage serie 4000, que aplicaba una tensión a un cable de cobre (diámetro 1mm) soldado a la metalización hasta que fallara la adhesión de la metalización a la cerámica.

La elaboración de una interfaz en Labview para monitorear el calor en el calentador, utilizando termocuplas tipo K y un DAQ de National Instruments para obtener la señal y poder visualizarla.

La elaboración de circuitos impresos para la preparación de una prueba de tiempo acelerado, en la cual se pretendía ver el comportamiento del vidrio en una solución y a una temperatura de tal forma que emulara la composición química dentro del cuerpo humano a través de los años.

4. CONCLUSIONES

- Durante la preparación de muestras materialográficas se usó una combinación entre el método de lijado tradicional y el método contemporáneo, se utilizaron los suministros para una preparación automática pero se llevaron a cabo de manera manual, debido a que las muestras a analizar variaban en forma y tamaño y a su vez la información requerida de cada una. Las preparaciones manuales implican más tiempo, concentración y cuidado; la fuerza aplicada varía con el tiempo, así como el lugar donde se aplica la fuerza, con esto es más fácil causar más daño o crear una pendiente no deseada en la muestra. La revisión constante bajo el microscopio es una herramienta indispensable para la correcta preparación.
- Para la limpieza ultrasónica se empleó un vaso de precipitado con Isopropanol para ubicar la muestra dentro del tanque, sin embargo la muestra se veía afectada, debido a que el alcohol actuaba como solvente de la resina. Se procedió a utilizar solo agua desionizada y se obtuvo resultados satisfactorios, sin embargo en algunas ocasiones la suciedad era tal que era necesario el uso de Isopropanol para eliminarla.
- Se utilizaron 2 tipos de resinas, Varidur y Durocit, la primera con una dureza mayor y una mejor adherencia a la muestra. Con la resina Durocit algunas muestra vibraban en su interior lo que generaba la fractura de las mismas. Por otra parte una muestra no debe pasar otra vez por el proceso de esmerilado y pulido después de haber sido corroída, ya que el corrosivo penetra disolviendo la unión de la muestra con la resina, generando a su vez un efecto vibratorio en el proceso de esmerilado, lo que genera que la muestra se fracture.

- De acuerdo con el plan de trabajo presentado, se la única actividad que no se pudo llevar a cabo fue la de laser welding, debido a las nuevas las regulaciones del laboratorio donde se encuentra el láser. Solo aquellas personas que habían recibido la capacitación podían hacer uso del laboratorio.
- Tiempos de entrega puntuales, manejo de muestras importantes y delicadas, trabajo en equipo, trabajo independiente, son cosas que durante este periodo puse a prueba, la universidad no solo se enfoca en la parte teórica sino como desenvolverse en el ámbito laboral, en la vida real, la teoría siempre está en los libros, lo importante es aprender como tomar esos conocimientos y como aplicarlos, en el paso por la universidad
- Trabajar en otro país, es una de las experiencias más enriquecedoras, el conocer la cultura a fondo, no solo en el ámbito cotidiano, compartir con personas de diferentes partes del mundo con diferentes ideas, diferentes modos de ver las cosas pero lo más importante trabajando en conjunto para un fin, donde finalmente las ideas se combinan y se mejoran.

5. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BARLOW, Fred- ELSHABINI, Aicha. Ceramic Interconnect Technology Handbook. CRC Press 2007. ISBN 978-0-8493-3557-0
2. ELSSNER, Gehrard- HOVEN, Helmut– KIESSLER, Gonde- WELLNER, Peter. Ceramic and Ceramic Composites: Materialographic Preparation, Elsevier 2005. ISBN 0-444-0030X
3. CHEEKE, J David. Fundamentals and Applications of Ultrasonic Waves. CRC Press 2002. ISBN 0-8493-0130-0
4. GEELS, Kay. Metallographic and Materialographic Specimen Preparation, Light Microscopy, Image Analysis and Hardness Testing, ASTM international 2007. ISBN 978-0-8031-4265-7
5. MAEV, Roman Gr. Acoustic Microscopy, Fundamentals and Applications, Wiley-VCH 2008. ISBN 978-3-527-40744-6
6. KELLER, Mark. "High Density Hermetic Feedthroughs for Neural prostheses", 2011 Master Thesis
7. PVA TePla, PVA TePla Analytical Systems GMBH; <http://www.pva-analyticalsystems.com/seiten/application.html>. Sept. 10/10
8. Sonix, 'A, B, C of ultrasonics' <http://www.sonix.com/learning/ultrasonics.php3> Sept. 10/10

9. Sonoscan, sound technology with vision
<http://www.sonoscan.com/technology/ami-basics.html>. Oct. 14/10