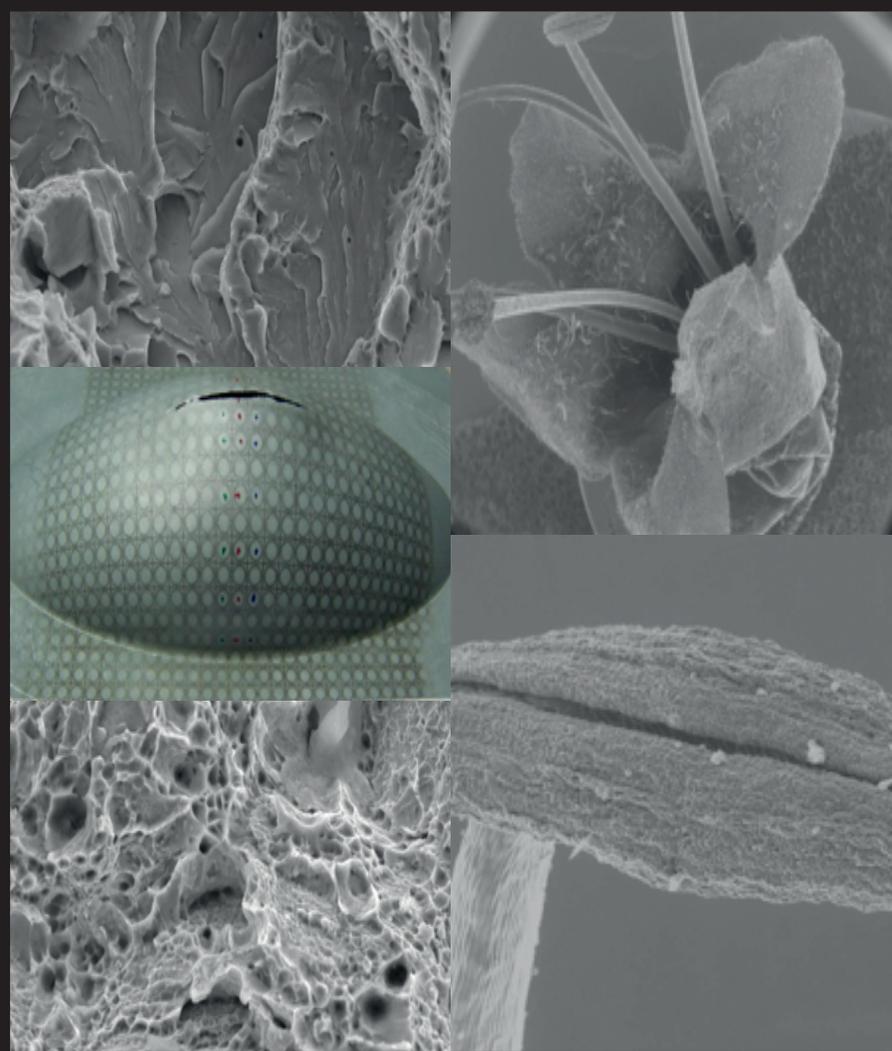


Ciencia e Investigación

Primera revista argentina de información científica / Fundada en enero de 1945



EVOLUCIÓN DE LOS CRITERIOS DE CONFORMABILIDAD DE CHAPAS METÁLICAS PARA ESTAMPADO

■ Lucio Iurman,
Alberto O. Lucaioli,
Luis Guillermo Bergé y
Jorge W. Insausti

TENACIDAD A LA FRACTURA DE CEMENTOS DE USO PETROLERO: EFECTO DE TRATAMIENTOS SUPERFICIALES EN FIBRAS DE REFUERZO

■ Pablo Cirimello,
Walter Morris y
Juan E. Pérez Ipiña

NANOTECNOLOGÍA E INGENIERÍA DE TEJIDOS

■ Javier I. Amalvy

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO EN LA CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES

■ Miguel Ipohorski y Patricia B. Bozzano

COMPROMISO

con el bienestar de todos

HACEMOS ENERGÍA NUCLEAR



NUCLEOELÉCTRICA ARGENTINA S.A.

ATUCHA I / ATUCHA II / EMBALSE

Despejá tus dudas sobre la energía nuclear en: www.na-sa.com.ar



Ministerio de
Planificación Federal,
Inversión Pública y Servicios
Presidencia de la Nación

TOMO 63 N°3
2013

EDITOR RESPONSABLE

Asociación Argentina para el Progreso de las Ciencias (AAPC)

COMITÉ EDITORIAL

Editora

Dra. Nidia Basso

Editores asociados

Dr. Gerardo Castro

Dra. Lidia Herrera

Dr. Roberto Mercader

Dra. Alicia Sarce

Dr. Juan R. de Xammar Oro

Dr. Norberto Zwirner

CIENCIA E INVESTIGACIÓN

Primera Revista Argentina de información científica.

Fundada en Enero de 1945.

Es el órgano oficial de difusión de La Asociación Argentina para el Progreso de las Ciencias.

A partir de 2012 se publica en dos series, Ciencia e Investigación y Ciencia e Investigación Reseñas.

Av. Alvear 1711, 4° piso,
(C1014AAE) Ciudad Autónoma de Buenos Aires, Argentina.
Teléfono: (+54) (11) 4811-2998
Registro Nacional de la Propiedad Intelectual
N° 82.657. ISSN-0009-6733.

Lo expresado por los autores o anunciantes, en los artículos o en los avisos publicados es de exclusiva responsabilidad de los mismos.

Ciencia e Investigación se edita on line en la página web de la Asociación Argentina para el Progreso de las Ciencias (AAPC)
www.aargentinapciencias.org

Probeta grillada de acopado biaxial elíptico (Evolución de los criterios de conformabilidad de chapas metálicas para estampado. Lucio Iurman, Alberto O. Lucaioli, Luis G. Bergé, Jorge W. Insausti) sobre **Micrografías electrónicas de una flor obtenidas en el modo de bajo vacío** (Microscopia electrónica de barrido en la caracterización de materiales. Miguel Ipohorski y Patricia Bozzano).



SUMARIO

EDITORIAL

Los materiales

Alicia Sarce y Juan Carlos Almagro..... 3

ARTÍCULOS

Evolución de los criterios de conformabilidad de chapas metálicas para estampado

Lucio Iurman, Alberto O. Lucaioli, Luis Guillermo Bergé y Jorge W. Insausti 5

Tenacidad a la fractura de cementos de uso petrolero: efecto de tratamientos superficiales en fibras de refuerzo

Pablo Cirimello, Walter Morris y Juan E. Pérez Ipiña 25

Nanotecnología e ingeniería de tejidos

Javier I. Amalvy 35

Microscopia electrónica de barrido en la caracterización de materiales

Miguel Ipohorski y Patricia B. Bozzano 43

INSTRUCCIONES PARA AUTORES 55

... La revista aspira a ser un vínculo de unión entre los trabajadores científicos que cultivan disciplinas diversas y órgano de expresión de todos aquellos que sientan la inquietud del progreso científico y de su aplicación para el bien.

Bernardo A. Houssay

Asociación Argentina para el Progreso de las Ciencias

COLEGIADO DIRECTIVO

Presidente
Dr. Miguel Ángel Blesa

Vicepresidente
Dr. Eduardo H. Charreau

Secretaria
Dra. Alicia Sarce

Tesorero
Dr. Marcelo Vernengo

Protesorero
Dra. Lidia Herrera

Presidente Anterior
Dra. Nidia Basso

Presidente Honorario
Dr. Horacio H. Camacho

Miembros Titulares
Ing. Juan Carlos Almagro
Dr. Alberto Baldi
Dr. Máximo Barón
Dr. Gerardo D. Castro
Dra. Alicia Fernández Cirelli
Ing. Arturo J. Martínez
Dr. Alberto Pochettino
Dr. Carlos Alberto Rinaldi
Dr. Alberto C. Taquini (h)
Dr. Juan R. de Xammar Oro

Miembros Institucionales
Sociedad Argentina de Cardiología
Sociedad Argentina de Farmacología Experimental
Sociedad Argentina de Hipertensión Arterial
Sociedad Argentina de Investigación Bioquímica
Sociedad Argentina de Investigación Clínica
Unión Matemática Argentina

Miembros Fundadores
Dr. Bernardo A. Houssay – Dr. Juan Bacigalupo – Ing. Enrique Butty
Dr. Horacio Damianovich – Dr. Venancio Deulofeu – Dr. Pedro I. Elizalde
Ing. Lorenzo Parodi – Sr. Carlos A. Silva – Dr. Alfredo Sordelli – Dr. Juan C. Vignaux – Dr.
Adolfo T. Williams – Dr. Enrique V. Zappi

AAPC
Avenida Alvear 1711 – 4º Piso
(C1014AAE) Ciudad Autónoma de Buenos Aires – Argentina
www.aargentinapciencias.org

LOS MATERIALES

**Alicia Sarce¹ y
Juan Carlos Almagro²**



¹ Asociación Argentina Para el Progreso de las Ciencias
alicial.sarce@gmail.com

² Asociación Argentina Para el Progreso de las Ciencias
jcalmagro@fibertel.com.ar

Este tercer número de Cel (al igual que el segundo, que se publicará simultáneamente) está dedicado a los materiales, y quien se interese por ellos esperará encontrar artículos de la más variada naturaleza. Esto es posible por la multiplicidad de acepciones que posee la palabra “material”. A través de su uso, ésta adquiere diferentes papeles que sin darnos cuenta pueden moverse desde lo concreto a lo abstracto.

Los trabajos presentados en ambos números refieren, en particular, a la conducta de los elementos de la naturaleza agrupados en la tabla periódica. Más específicamente, a la relación de su estado interior y las propiedades alcanzadas para su mejor desempeño en el producto final.

El uso de los materiales siempre ha respondido a un requerimiento humano: huesos, madera, cuero, cobre, cerámica acompañaron primitivamente su evolución. La piedra, más resistente que la madera, permitía hacer elementos cortantes, imprescindibles para la supervivencia.

Hoy, para ver la importancia que los materiales siguen teniendo en todos los aspectos de la vida diaria basta mirar a nuestro alrededor. Nos encontraremos con ejemplos de los materiales cerámicos seguramente en las paredes del lugar en el que habitamos; de los poliméricos, en las diversas fibras de nuestras ropas; de los metálicos, en los cables que llevan electricidad a nuestras casas; de los componentes electrónicos, que reemplazaron tan confiablemente las ingeniosas soluciones mecánicas que tenían nuestros autos; y con los cada vez más refinados materiales utilizados en los utensilios domésticos. Asimismo, ya los tenemos incorporados: en las prótesis dentales, gracias a que algunos de ellos permiten la oseointegración con el hueso maxilar; en stents, que se dilatan solos en el lugar de la afección del vaso y, a algunos, como al chocolate, que ¡hasta los podemos saborear!

No es nueva la competencia existente entre los materiales a superarse unos a otros respondiendo a un propósito determinado de la vida humana. Uno de los más antiguos ejemplos está en el área de la defensa, el hierro o el bronce, según su disponibilidad y artesanía, fue un signo de poder durante siglos; mirando hacia atrás el progreso se alcanzaba mayoritariamente a través de conocimientos empíricos. En la actualidad, las exigencias a contar con refinadas propiedades en los materiales hacen imposible usar el viejo método de la prueba y error. El desarrollo de nuevos materiales, el mejoramiento de los que ya existen y la selección del material adecuado para cada uso requieren de conocimientos científicos.

En este momento son muchos los grupos de investigación y desarrollo que a lo largo del país están estudiando a los materiales. Los trabajos que se presentan en este número de Ciencia e Investigación son algunos ejemplos de los temas abordados en ellos.

En el primer trabajo "Evolución de los criterios de conformabilidad de chapas metálicas para estampado", escrito por Lucio Iurman, Alberto O. Lucaioli, Luis Guillermo Bergé y Jorge W. Insausti, se presentan algunos de los procesos de deformación a los que deben ser sometidos los metales para la obtención de productos de uso cotidiano. Para una aplicación de gran importancia económica como es la cementación de pozos petroleros, el trabajo "Tenacidad a la fractura de cementos de uso petrolero: efecto de tratamientos superficiales en fibras de refuerzo" escrito por Pablo Cirimello, Walter Morris y Juan Pérez Ipiña muestra los estudios que se están realizando y los resultados del comportamiento a la fractura de estos materiales compuestos. Entrando en las dimensiones del nanómetro "Nanotecnología e ingeniería de tejidos" de Javier Amalvy presenta una de las tendencias actuales del uso de la nanotecnología en el área de la medicina. El último artículo de este número "Microscopía electrónica de barrido en la caracterización de materiales" escrito por Miguel Ipohorski y Patricia Bozzano, muestra cómo pueden ser usados los electrones para formar algunas de las imágenes que fueron apareciendo en cada uno de los trabajos que lo preceden y cómo pueden verse, aunque no hayan aparecido en ellos, las apreciadas flores. Agradecemos a los autores, a los que tienen una muy larga trayectoria de investigación en el área de la Ciencia y/o Tecnología de Materiales y a los más jóvenes que están haciendo esa trayectoria en el apasionante estudio del mundo de los materiales.

Todo este esfuerzo del país y los investigadores debe estar acompañado por la actividad productiva, reclamando conocimientos de alto nivel. Para ello, es necesario que al mismo tiempo esa actividad se plantee competir sobre lo que tecnológicamente marcha de punta en el mundo.

No podemos dejar de recordar que ahora, con enorme frecuencia, los materiales no son elegidos por su disponibilidad en estantería sino que son confeccionados a medida. Sólo el estudio científico de los materiales posibilita ese recurso. Alentando su continuidad, le dedicamos este número.

EVOLUCIÓN DE LOS CRITERIOS DE CONFORMABILIDAD DE CHAPAS METÁLICAS PARA ESTAMPADO

Palabras clave: conformado, embutido, estirado, doblado, conformabilidad.
Key words: Forming, Stamping, Deep drawing, Stretching, Bending, Formability.

Las operaciones de estampado de chapas metálicas son muy comunes en la industria productora de artículos electrodomésticos y en la automotriz. La conformabilidad de estas chapas es un factor decisivo en el éxito o fracaso de las operaciones mencionadas. En el presente trabajo se analizan las solicitaciones mecánicas a las que están sometidas las chapas durante su conformado y las propiedades que debe tener el material para soportarlas sin llegar a la fractura. Se describen además los ensayos más relevantes para cuantificar esas propiedades y la evolución histórica de los criterios de aceptación de chapas para estampado.

Se reseñan, por último, las actividades desarrolladas en este campo en el Laboratorio de Metalurgia y Tecnología Mecánica de la Universidad Nacional del Sur.

■ **Lucio Iurman,
Alberto O. Lucaioli,
Luis Guillermo Bergé y
Jorge W. Insausti**

Laboratorio de Metalurgia y Tecnología Mecánica, Universidad Nacional del Sur, Bahía Blanca.

Sheet-metal working processes are very common in domestic and automotive industries. The formability of these sheets is a decisive factor for the success or failure of the above mentioned processes. In the present paper the mechanical stresses on the sheets during their forming and the properties the material needs to have to support those stresses without reaching the failure are analyzed. The most relevant tests to quantify those properties and the historical evolution of the acceptability criteria for stamping sheets are described.

At the end, the activities developed in this area at the Laboratorio de Metalurgia y Tecnología Mecánica de la Universidad Nacional del Sur are briefed.

1. INTRODUCCIÓN

Los laminadores continuos modernos producen grandes cantidades de hojas metálicas delgadas a bajo costo. Una parte sustancial de todas las aleaciones metálicas, fundamentalmente aceros, aleaciones de aluminio y aleaciones de cobre, son producidas como chapas laminadas en caliente o en frío.

Este material está destinado a procesos secundarios de conformado mediante los cuales se convierte

una chapa plana en una pieza de forma deseada, sin que se produzca la fractura de la misma ni un adelgazamiento localizado excesivo.

Estos procesos son ampliamente utilizados en la industria productora de artículos electrodomésticos, componentes de máquinas y equipos y en gran escala, en la producción de autopartes y componentes de carrocería.

En la figura 1 se muestran fotografías del resultado de las operacio-

nes de un tipo particular de conformado que es el estampado.

A fines de la década de 1960 varios integrantes del Laboratorio de Metalurgia y Tecnología Mecánica de la Universidad Nacional del Sur habían iniciado investigaciones en el comportamiento mecánico de los metales, con fuerte impronta hacia la transferencia de tecnología. Su desarrollo dependía de dos elementos imprescindibles: antecedentes para conocer el estado del arte y elementos para realizar

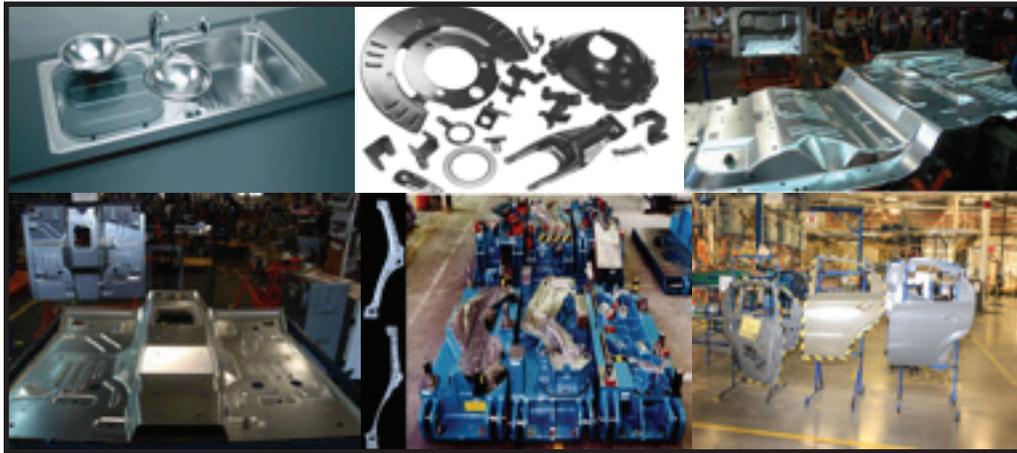


Figura 1: Piezas de chapas metálicas estampadas.

las necesarias experiencias de laboratorio. Afortunadamente hemos podido contar con ambas cosas y por eso hemos logrado continuar trabajando por más de 40 años construyendo, investigando, enseñando y prestando servicios, contribuyendo así a la evolución de los criterios de conformabilidad de chapas metálicas. Por eso nos pareció apropiado que en este trabajo también describiéramos esa labor la que se puede encontrar resumida en el anexo.

Para que una operación de estampado se realice con éxito, es necesario controlar los siguientes aspectos:

- Disponer de un herramienta apropiado.
- Operar en condiciones adecuadas de lubricación.
- No superar los límites de conformabilidad del material que se estampa.

A continuación se analiza el efecto de este último parámetro en las operaciones industriales de estampado.

2. OPERACIONES DE ESTAMPADO

Las operaciones de estampado que se realizan en la industria son

muy complejas de analizar desde del punto de vista de la teoría de la plasticidad por cuanto el estado de tensiones a que está sometida la chapa no es estacionario. Puntos distintos sufren deformaciones diferentes durante el transcurso de la operación y pueden variar si se alteran algunas condiciones como por ejemplo la lubricación.

En los últimos setenta años numerosos investigadores se abocaron a dilucidar este aspecto y actualmente se ha reducido mucho el estado de confusión e incertidumbre acerca de la relación entre las propiedades del material a ser estampado y los diferentes tipos de operaciones industriales, ampliando y asegurando las posibilidades de éxito de las mismas

(Wright, 1961).

Los tipos principales de deformación involucrados en el estampado de chapas metálicas son (Duckworth et al., 1969):

- Embutido
- Estirado
- Doblado

2.1. Embutido.

En el embutido, una chapa metálica es transformada en un recipiente o forma tridimensional sin cambio apreciable de espesor. En la figura 2 se esquematiza dicha operación en su forma más simple que consiste en

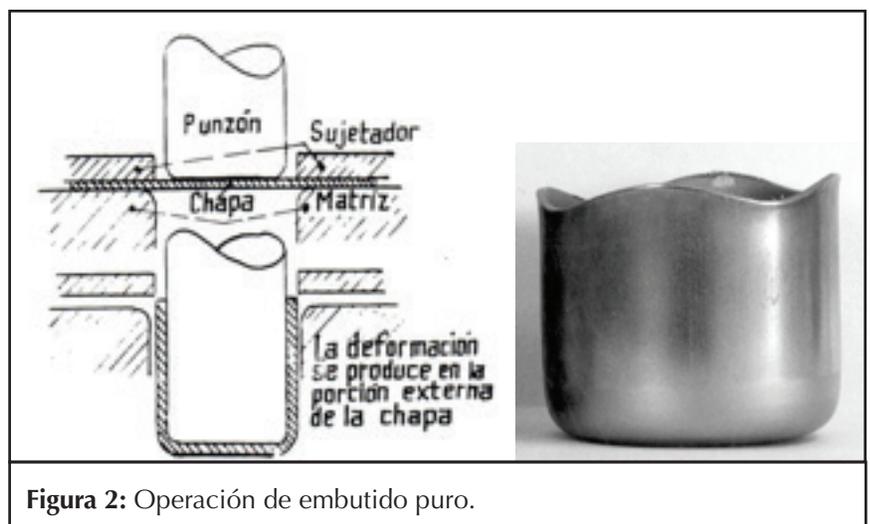


Figura 2: Operación de embutido puro.

el embutido de una copa circular.

A medida que el punzón avanza, la parte exterior de la chapa es obligada a introducirse en la matriz. Se crea así un estado de tensiones propio de esta operación que se muestra en la figura 3 y que pone de manifiesto la dificultad del estudio del proceso de embutido. El fondo y la pared de la copa están sometidos a un estado de tracción biaxial mientras que el ala del recipiente que se va formando, que es el material que debe deformarse, lo hace bajo esfuerzos combinados de tracción y de compresión. Al pasar el material por el radio del punzón y sucesivamente por el de la matriz sufre flexiones y deflexiones (Honeyman, 1957).

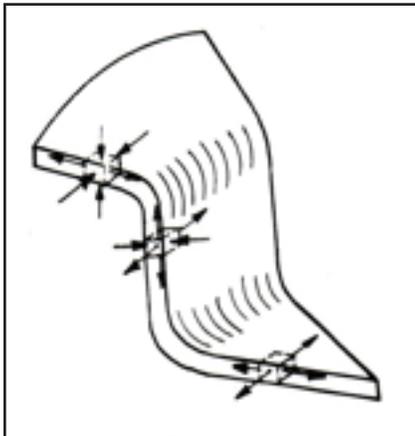


Figura 3: Tensiones actuantes en un proceso de embutido puro.

Se desprende del análisis anterior que para que la operación se lleve a cabo en forma exitosa, la pared del recipiente a formarse debe ser capaz de transmitir, sin romperse, la fuerza necesaria para que la porción exterior de la chapa se introduzca en la matriz.

2.2. Estirado.

En este caso la chapa es sometida a un estado de tensiones que puede consistir en tracción uni o biaxial. La figura 4 ilustra un ejemplo de esta operación.

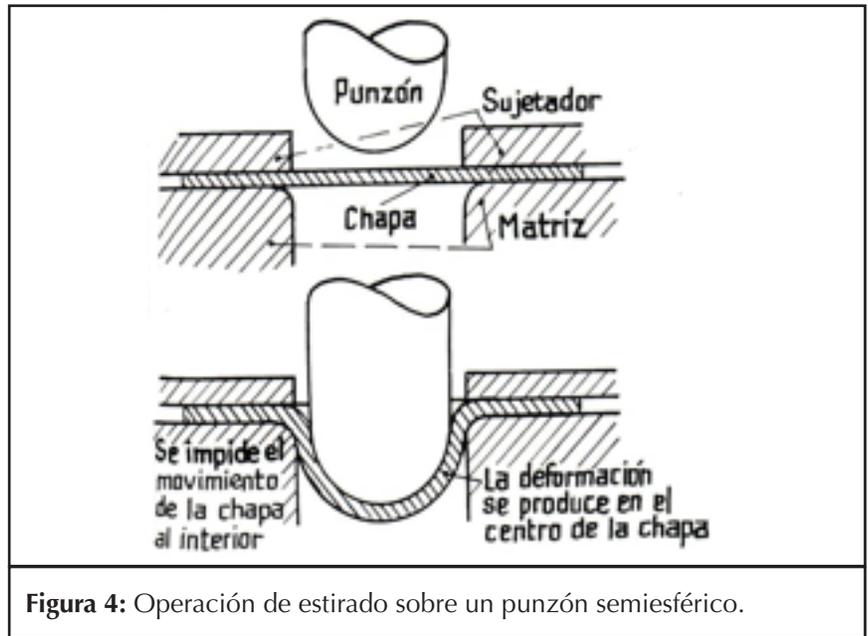


Figura 4: Operación de estirado sobre un punzón semiesférico.

Se ve en la figura que la parte exterior de la chapa no penetra hacia el interior de la matriz. La deformación tiene lugar casi con exclusividad sobre el punzón. Hay un importante adelgazamiento del espesor de la chapa. No aparecen aquí las tensiones de compresión propias del embutido.

2.3. Doblado.

En esta operación se varía el radio de curvatura de una pieza. El estado de tensiones que se induce de este modo en una chapa varía desde tracción en la fibra externa a compresión en la interior. Existe una zona intermedia en que la tensión es nula. La distribución de tensiones

puede alterarse si se superpone al doblado un estado de tracción. En este caso las tensiones se suman pudiendo llegar a anularse las de compresión. Este estado de cosas es común en el conformado de chapas para eliminar el pandeo que puede corrugar la parte de material sometido a compresión.

2.4. Operaciones industriales de estampado.

En las operaciones industriales de estampado se hallan presentes en grado variable los tres procesos básicos descritos. Resulta difícil predecir con exactitud en qué proporción intervienen cada uno de ellos. A veces se introduce deliberadamente cierta

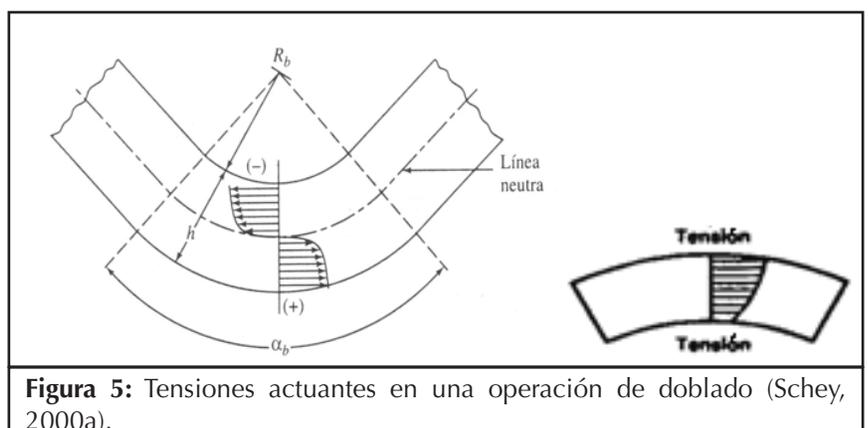


Figura 5: Tensiones actuantes en una operación de doblado (Schey, 2000a).

cantidad de estirado para asegurar la obtención de la forma del producto de manera más económica o con mejores características mecánicas. En otros casos, variaciones provocadas o accidentales en alguno de los parámetros del proceso hacen que predomine uno u otro tipo de tensiones. Así, por ejemplo, un aumento en la presión del sujetador (a los efectos de evitar el ondulado de la chapa provocado por los esfuerzos de compresión en el embutido) es causa de que el proceso se aproxime a condiciones típicas del estirado. Lo mismo ocurre si se disminuye el radio de la matriz, si aumenta el radio del punzón o si se mejora la lubricación entre chapa y punzón. Lo contrario sucede cuando la lubricación entre chapa y matriz es más efectiva (Lloyd, 1962).

Es importante la estimación de embutido, estirado y doblado que intervienen en la elaboración de una pieza por cuanto incide en el énfasis que se ha de poner sobre las propiedades mecánicas que se deben requerir a la chapa para que el proceso industrial sea exitoso.

3. ANÁLISIS DE LA CONFORMABILIDAD DE CHAPAS METÁLICAS

La conformabilidad es la propiedad que asegura el éxito de una operación de deformación plástica cualquiera, en este caso el estampado. Con este término se describe la capacidad de un material de ser deformado en una forma prefijada. Obviamente es, junto con el costo, la propiedad que más interesa a usuarios y fabricantes de chapa metálica para estampado. Los primeros tratan de especificar los niveles que deben alcanzarse para cada aplicación y han de poder efectuar los ensayos de recepción correspondientes. Los segundos deben adecuar sus procesos de fabricación para obtener los niveles especificados por los

usuarios de sus productos. Ambos están interesados en que la chapa metálica tenga el máximo de conformabilidad (Keeler, 1968).

Esta propiedad es, al menos "a priori", difícil de evaluar en el caso de procesos de estampado. Resulta evidente que distintos lotes de chapas, tienen un mejor o peor comportamiento para un determinado proceso. Se necesita entonces alguna guía capaz de predecir este comportamiento valiéndonos de un ensayo o una serie de ensayos que permitan distinguir entre un material de una buena conformabilidad para el proceso en cuestión de otro que no se adapte tanto al mismo.

En esta reseña se señalan algunas ideas básicas en las que los metalurgistas interesados en el tema han logrado un acuerdo razonable.

Para ello, empezaremos por analizar el tipo de conformabilidad que requiere cada una de las operaciones básicas de estampado indicadas en el punto anterior y se describirán algunos de los ensayos propuestos.

3.1. Conformabilidad de chapas en embutido profundo.

Como se ha visto, durante el embutido de una copa metálica la pared de la misma debe soportar la tensión de tracción necesaria para que la parte externa del disco se introduzca en el interior de la matriz. Si la pared no es suficientemente resistente deforma por tracción, disminuye su espesor y puede llegar a la rotura.

Por otra parte, el material que se va acercando a la boca de la matriz debe deformarse en su propio plano, de manera que arcos de circunferencias trazados en el mismo disminuyen su longitud (comprimiéndose) a medida que procede el embutido.

Despreciando el pequeño efecto de aumento de espesor en la porción de material que aún no ha embutido, se está en presencia de dos procesos de deformación plana, entendiéndose por tal aquella en la cual no existe deformación en alguna de las tres direcciones posibles.

Una de estas deformaciones planas se produce en la región anular donde se puede considerar $d\epsilon_z = 0$ (ver figura 6). Si bien en el campo plástico de deformación de los metales se trabaja con incrementos de deformación, cuando se mantiene la misma relación entre los incrementos durante todo el proceso se permite trabajar con deformaciones totales.

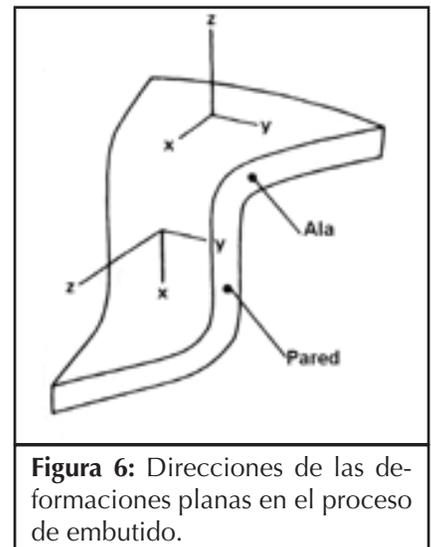


Figura 6: Direcciones de las deformaciones planas en el proceso de embutido.

En la pared de la copa, por otra parte, el punzón impide una disminución en la circunferencia de la misma. Hay por lo tanto, en este caso, deformación plana con $d\epsilon_y = 0$ (Hosford et al., 1964). O sea, existen dos procesos de deformación plana simultáneos en dos regiones distintas del material que tienen lugar en planos diferentes. Conviene entonces que el primero de ellos, o sea el que se produce en la región anular, prosiga con mayor facilidad para que, a causa del segundo, la pared

de la copa no se adelgace tanto como para llegar al punto de rotura.

Por lo tanto, el hecho que un material embuta mejor que otro no depende simplemente de que tenga una mayor ductilidad (propiedad que le permitiría deformar en el plano y en el espesor hasta llegar eventualmente a la rotura en esta última parte) ni de que sea más duro o más blando. Un material embute mejor si su capacidad de deformarse en el plano de la chapa es mayor que la de deformarse según el espesor de la misma. O sea, si posee una determinada anisotropía. Éste es uno de los conceptos fundamentales para la comprensión, desde un punto de vista conceptual, de la conformabilidad que se debe requerir a las chapas para un embutido profundo (Lankford et al., 1950).

En un ensayo de tracción uniaxial se aplica una tensión en una sola dirección, por ejemplo: x. Habrá por lo tanto un alargamiento en esa dirección. En las otras dos direcciones perpendiculares: y y z las tensiones son iguales y nulas. Como la deformación plástica se caracteriza por mantener el volumen constante, si existe un alargamiento en una dirección deberá haber necesariamente acortamientos en otras. El incremento de volumen en una pieza que se deforma está dado por la relación

$$d\varepsilon_x + d\varepsilon_y + d\varepsilon_z \quad (1)$$

En un material isótropo, el incremento de deformación $d\varepsilon_y$ será igual a $d\varepsilon_z$ puesto que en ambas direcciones las tensiones son iguales cosa que no ocurrirá en un material anisótropo. Además, dado que el volumen de la pieza permanece constante el resultado de la expresión (1) debe ser necesariamente igual a cero y en un material isótropo ambas deformaciones perpendiculares a la tensión aplicada serán

$$d\varepsilon_y = d\varepsilon_z = -d\varepsilon_x/2 \quad (2)$$

Esta igualdad (2) no se cumplirá en un material anisótropo por lo que el ensayo de tracción resulta de suma utilidad para medir la anisotropía de una chapa por medio del análisis de la relación entre las deformaciones en las direcciones y y z o sea en el plano y en el espesor de la chapa como se muestra en la figura 7.

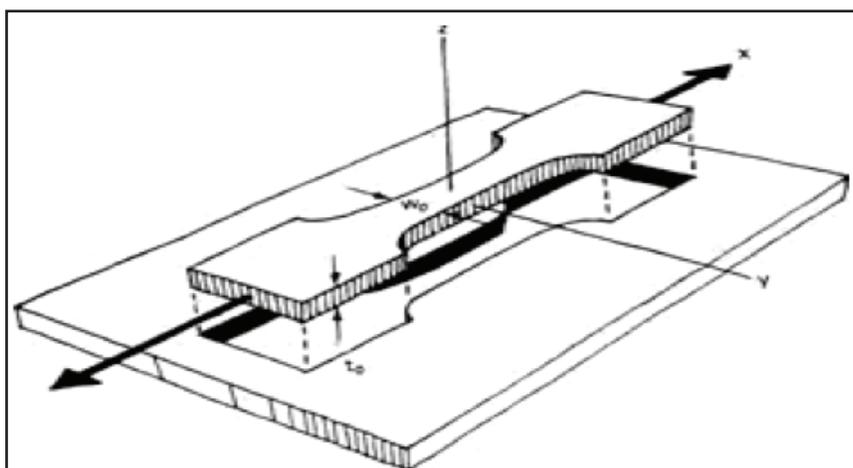


Figura 7: Extracción de una probeta para el análisis de la anisotropía (Hosford et al, 1993).

A la relación de la deformación en ancho sobre la deformación en espesor se la designa R ($R = \varepsilon_y/\varepsilon_z$). Se indican las deformaciones totales dado que, como se verá más adelante, la relación entre las mismas se mantiene constante durante todo el proceso de tracción uniaxial hasta la estricción. Al parámetro R se lo conoce como factor de anisotropía o parámetro de Lankford. Para materiales isótropos su valor es la unidad y cualquier apartamiento de la misma nos indica la existencia de anisotropía (Thomsen et al., 1965; Hill, 1950).

En chapas metálicas conviene distinguir la anisotropía en la dirección normal al plano de la chapa de la anisotropía en el plano de la misma. La primera conocida como

“anisotropía normal” se mide con el coeficiente R. La segunda, “anisotropía planar”, es la que provoca una variación en las propiedades mecánicas de la chapa medidas en direcciones diferentes en su plano. Se pone de manifiesto extrayendo probetas que formen distintos ángulos respecto de la dirección de laminación. Esta direccionalidad planar no es en general conveniente.

De lo expuesto hasta aquí surge que las mejores condiciones para embutido puro con simetría axial la tendrá una chapa que tenga una fuerte anisotropía normal (alto valor de R) acompañada de isotropía planar.

3.2. Conformabilidad de chapas en operaciones de estirado.

En las operaciones que involucren solamente estirado de la chapa interesa que el material sea capaz de sufrir una deformación uniforme lo más elevada posible antes de que aparezca la inestabilidad plástica y la rotura.

En la tracción uniaxial se somete a la probeta (una barra cilíndrica de sección constante o bien una chapa

de ancho calibrado) a una fuerza de tracción unidireccional y se miden los alargamientos que se producen. Si se grafican las cargas y los desplazamientos del material se obtiene una curva como la indicada en la figura 8. Dividiendo la fuerza por la sección transversal original de la probeta y los alargamientos por la longitud original la curva se transforma en lo que se conoce como *curva ingenieril tensión-deformación*.

Al principio el material presenta un comportamiento elástico, sobreviene el punto de fluencia y empieza la deformación plástica con endurecimiento del material y por ello cargas crecientes para proseguir la deformación que es macroscópicamente homogénea.

O sea, la probeta se alarga y, por efecto Poisson en el rango elástico y por constancia de volumen en el plástico, disminuye su sección transversal. Una vez alcanzada la carga máxima se produce una estricción, la deformación se localiza y la sección disminuye rápidamente. Por ese motivo, la carga también disminuye y sobreviene la rotura de la probeta.

Cuando la deformación es apreciable ya no resulta conveniente trabajar con tensiones y deformaciones ingenieriles y es necesario hacerlo con tensiones y deformaciones reales lo que implica referir ambas a las condiciones instantáneas.

La aparición de la estricción, que se conoce también como inestabilidad plástica, da lugar a un cambio localizado de espesor que es indeseable en piezas finales.

La estricción generalmente empieza en la carga máxima durante la deformación por tracción de un metal dúctil. Un material plástico ideal en el que no se produjera endurecimiento por deformación se volvería

inestable en tracción y comenzaría a formar estricción en cuanto tuviera lugar la fluencia. Sin embargo, un metal real presenta endurecimiento por deformación que tiende a aumentar su capacidad de soportar cargas a medida que se incrementa la deformación. Este efecto se opone a la disminución gradual de la sección transversal de la probeta a medida que ésta se alarga. La estricción o deformación localizada (en realidad se trata de estricción difusa) empieza en la carga máxima donde el incremento en la tensión debido a la disminución de la sección transversal de la probeta se hace mayor que el aumento en la capacidad de soportar cargas provocado por el endurecimiento por deformación del metal. Esta condición de inestabilidad que conduce a la estricción se define mediante la relación $dP=0$.

$$P = \sigma A \tag{3}$$

$$dP = \sigma dA + A d\sigma = 0 \tag{4}$$

Los dos términos de la ecuación anterior expresan la contribución de

la sección transversal A y de la resistencia del material σ a soportar la carga aplicada. Por lo dicho precedentemente, la variación de sección dA es negativa y por lo tanto implica un ablandamiento geométrico mientras que $d\sigma$ es un factor positivo dado por el endurecimiento del material al ser deformado plásticamente.

Por constancia de volumen:

$$\frac{dL}{L} = -\frac{dA}{A} = d\epsilon$$

y por las condiciones de inestabilidad:

$$-\frac{dA}{A} = \frac{d\sigma}{\sigma} \tag{5}$$

de modo que en el punto de inestabilidad por tracción:

$$\frac{d\sigma}{d\epsilon} = \sigma \tag{6}$$

Se puede expresar la curva tensión-deformación de muchos metales en la región de deformación

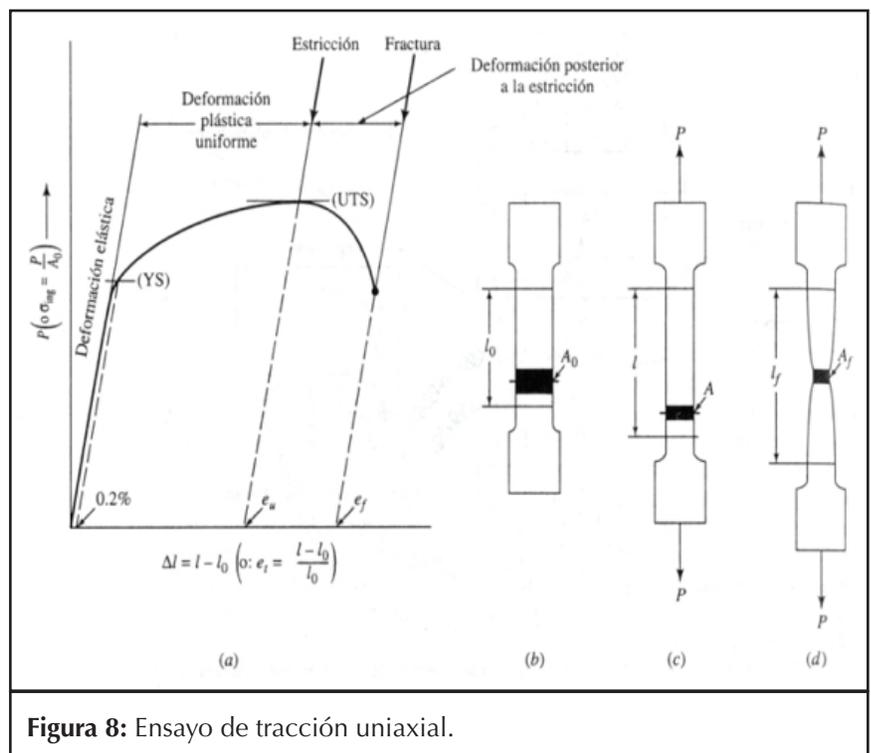


Figura 8: Ensayo de tracción uniaxial.

plástica uniforme mediante la relación simple debida a Hollomon (Yoshida et al., 1971):

$$\sigma = K\varepsilon^n \quad (7)$$

donde s y e son las tensiones y deformaciones reales o sea referidas a la sección transversal y a la longitud instantáneas. En la ecuación anterior: n es el *exponente de endurecimiento por deformación* y K el *coeficiente de resistencia*.

Si se reemplaza s de la expresión (7) en (6) se obtiene que la máxima deformación uniforme está dada por:

$$\varepsilon_u = n \quad (8)$$

Cuando el estirado es biaxial, como ocurre en la mayor parte de los procesos industriales, la relación que marca el paso de un estado de deformación uniforme a la inestabilidad es:

$$\frac{d\sigma}{d\varepsilon} = \frac{\sigma}{Z}$$

Donde Z es un factor que depende de la relación de las tensiones de tracción aplicadas. En el caso extremo de una tracción biaxial equilibrada o sea aquella en que las dos tracciones aplicadas sean iguales Z toma el valor 2. Esto explica por qué en tracción biaxial se alcanzan valores de deformaciones uniformes mayores que en la uniaxial.

En este caso la máxima deformación uniforme es $\varepsilon_u = 2n$.

Es necesario aclarar que cuando existen tensiones aplicadas en diferentes direcciones, como es el caso de la tracción biaxial, la tensión real o efectiva se define mediante la relación debida a Von Mises que se indica a continuación (Dieter, 1986):

$$(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2 = 2\sigma^2 \quad (9)$$

3.3. Conformabilidad de chapas en procesos de doblado.

Cuando se trata de una operación de doblado simple, el parámetro que más interesa desde el punto de vista de la conformabilidad es la máxima reducción en área o mejor dicho en espesor que la chapa puede soportar sin llegar a la fractura.

La característica más importante es en este caso una buena capacidad de endurecimiento por deformación. De este modo, el material puede evitar que la deformación se localice en una zona muy pequeña—la más solicitada—dado que ésta deforma y aumenta su resistencia mecánica. Por este motivo, la deformación prosigue en la zona adyacente que, aunque menos solicitada, es menos resistente. Estas consideraciones son importantes también en el embutido por la flexión del material que se produce sobre el punzón y sobre la matriz.

La propiedad de endurecimiento se mide generalmente por la relación que existe entre la tensión de fluencia y la resistencia a tracción (carga máxima en el diagrama de la figura 8).

4. EVALUACIÓN DE LA CONFORMABILIDAD DE CHAPAS METÁLICAS

Por lo expresado en los puntos anteriores, resulta evidente que la evaluación de la conformabilidad de una chapa metálica para una operación determinada es materia difícil. Son muchas las propiedades que debe reunir el material en forma simultánea para asegurar el éxito del conformado. Esto requeriría la realización de varios ensayos lo que puede resultar engorroso y de alto costo. Por otra parte, el hecho de que en un proceso industrial puedan aparecer involucradas, con distintas intensi-

dades, las tres operaciones básicas analizadas en el Punto 2 complica el panorama dado que puede resultar difícil determinar con qué intensidad interviene cada una de esas operaciones y, por lo tanto, el mayor o menor peso que tendrá en el resultado final la presencia o ausencia de una propiedad dada.

Conviene recalcar que no es demasiado difícil obtener una buena correlación entre los datos del ensayo y los resultados de la operación industrial cuando ambos son solamente embutido, estirado o doblado. El problema se presenta cuando los tres aparecen combinados en una operación, en una proporción desconocida. No existe aún un ensayo que pueda incorporar en intensidades variables y controladas las tres operaciones básicas. Por ello hay una gran proliferación de ensayos propuestos. Por este motivo también frecuentemente se recurre a ensayos que no reproducen las condiciones de la operación industrial y que no pueden ayudar a distinguir, por lo tanto, un material adecuado de otro inservible para un proceso industrial determinado.

En general, se pueden distinguir cuatro grandes tipos de ensayos a los que se puede someter una chapa metálica para estampado:

- a) Ensayos de calidad metalúrgica tales como composición, estructura metalográfica, textura cristalina, etc.
- b) Ensayos no simulativos o fundamentales relacionados con las propiedades intrínsecas del material como por ejemplo: dureza, alargamiento a rotura y similares.
- c) Ensayos simulativos en los que se intenta reproducir

las condiciones del proceso. Son los ensayos de copa Swift, Erichsen u Olsen, Fukui, etc. (ver puntos siguientes).

- d) Análisis de distribución de deformaciones efectuados en las condiciones de trabajo. Son los que dan lugar a las llamadas Curvas Límite de Conformado.

En el caso de los ensayos fundamentales es necesario conocer la importancia de la propiedad ensayada en el proceso en cuestión y esto presupone una comprensión cabal de la mecánica de dicho proceso (Pomey, 1972). En este campo, se han hecho progresos considerables en los últimos setenta años mediante consideraciones del tipo de las descritas en los puntos precedentes.

A continuación se analizan algunos de los ensayos que se juzgan más representativos de esta manera de pensar. Se excluyen los involucrados en el inciso a) por cuanto ya están suficientemente descritos en la bibliografía.

No se debe perder de vista el hecho de que, entre las diversas propiedades señaladas como importantes para la conformabilidad de chapas metálicas en operaciones de estampado, las dos más significativas son una anisotropía adecuada y un elevado coeficiente de endurecimiento por deformación.

4.1. Ensayo de tracción.

El ensayo de tracción constituye una herramienta muy importante, en manos de un metalurgista experto, para la evaluación de las propiedades requeridas en el estampado de chapas metálicas (Murray, 1958).

En efecto, mediante este ensayo

se puede determinar tanto el coeficiente de endurecimiento n como el factor de anisotropía R .

Los datos de carga y alargamiento obtenidos durante un ensayo de tracción convencional se pueden convertir en la descripción de las características mecánicas del material expresada por la curva tensión real-deformación natural. Esto se logra mediante las relaciones (ver figura 8):

$$\sigma = \frac{P}{A_0} (1 + e) \quad (10)$$

y

$$\varepsilon = \ln \frac{L}{L_0} = \ln (1 + e) = \ln \frac{A_0}{A} \quad (11)$$

En los metales cuyo comportamiento se puede expresar mediante la ecuación de Hollomon ya vista $\sigma = K\varepsilon^n$, la misma resulta ser una recta en un diagrama logarítmico con una pendiente igual a n . Los datos de un ensayo de tracción permiten de este modo obtener el valor del coeficiente llamado de endurecimiento por deformación (en realidad no lo es pero la costumbre terminó por imponer este nombre). Afortunadamente, la mayor parte de los metales más comúnmente empleados en la confección de piezas estampadas permiten emplear la ecuación de Hollomon. Existen también otras expresiones que permiten mayores afinamientos.

Desde este punto de vista, el ensayo de tracción resulta de gran utilidad como ensayo fundamental

para determinar la capacidad de alargamiento sin variaciones localizadas de espesor de un material. Ya se vio que esta propiedad es de gran importancia en las operaciones de estirado. Por otra parte, este ensayo permite obtener los valores de las tensiones de fluencia y de resistencia máxima a tracción, con lo que se puede establecer su relación, parámetro interesante para la determinación de la conformabilidad en operaciones de doblado.

Pero su importancia no radica sólo aquí. En efecto, el ensayo de tracción permite obtener otros datos de gran interés. Uno de ellos es el comportamiento del metal durante la fluencia en que se puede apreciar si el mismo presenta o no bandas de Lüders que es de suma importancia durante el proceso de estampado (Dieter, 1986). Estas bandas (conocidas como "piel de lagarto") afectarían el aspecto superficial de la pieza estampada hasta provocar su rechazo (ver figura 9).

El otro, no menos importante, es que con el ensayo de tracción se puede determinar el grado de anisotropía del material en estudio.

La anisotropía planar se mide extrayendo probetas a diferentes ángulos de la dirección de laminación de la chapa y evaluando sus características mecánicas. Es usual tomar probetas a 0° , 45° y 90° respecto de la dirección de laminación (Hosford et al, 2007).

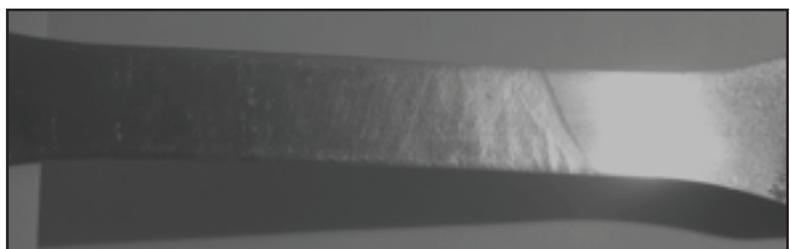


Figura 9: Bandas de Lüders en una probeta de tracción.

La anisotropía normal se determina calculando el parámetro R , que da la relación entre deformación en ancho y en espesor, a un cierto porcentaje de alargamiento. En los aceros de embutido usualmente se ubica alrededor del 20%.

Para cuantificar la anisotropía de una chapa se mide el valor de R en las tres direcciones vistas y se definen los siguientes valores:

Anisotropía normal:

$$\bar{R} = \frac{1}{4} (R_0 + 2R_{45} + R_{90}) \quad (12)$$

Anisotropía planar:

$$\Delta R = \frac{1}{2} (R_0 - 2R_{45} + R_{90}) \quad (13)$$

La determinación de los valores de \bar{R} y ΔR fue normalizada por el *International Deep Drawing Research Group* (IDDRG).

El material ideal para un embutido simétrico es aquél que tiene un alto valor de \bar{R} (mayor que la unidad) y cuyo ΔR sea cero. El valor de ambos parámetros depende de la composición del material y del proceso de fabricación de la chapa. Así, por ejemplo, en los aceros efervescentes procesados normalmente R puede tener valores comprendidos entre 1,0 y 1,2 mientras que en los aceros de embutido extra profundo se pueden alcanzar valores de 1,7 a 2. En el titanio 115, R puede llegar a valer 5 (Wilson, 1969).

4.2. Ensayo Erichsen – Olsen.

Es llamado ensayo de copa, aunque debería especificarse que se trata de un ensayo de estirado para diferenciarlo de los de embutido como por ejemplo el Swift.

El ensayo consiste en obtener una copa por el avance de un punzón semiesférico que estira a la chapa que se encuentra sujeta con mayor o menor presión, según el tipo de ensayo, entre un sujetador y la matriz. La altura de la copa que se puede lograr antes de que aparezca una grieta se toma como valor representativo de la calidad de la chapa analizada.

Existen diversas versiones de este ensayo. Las más conocidas son las debidas a Erichsen (usada sobre todo en los países europeos) y a Olsen (común en los Estados Unidos de Norteamérica). Ambos ensayos sólo difieren en las dimensiones de punzones y de matrices. En la figura 10 se pueden ver esquemáticamente cada uno de ellos.

La presión del sujetador impide el embutido del material haciendo de este ensayo una prueba de estirado biaxial lo más puro posible. Los valores obtenidos dependen en gran medida de dos factores: espesor de la chapa y condiciones de lubricación. Por esto, en las variantes modernas de este ensayo se sustituye

al punzón semiesférico por un fluido a presión con lo cual se elimina la fricción entre chapa y punzón (Shawki, 1965).

Además de la conformabilidad en el estirado, el ensayo de copa Erichsen-Olsen resulta útil para determinar el tamaño de grano de una chapa. A medida que progresa la deformación la rugosidad de la chapa va aumentando dado que la superficie que no está en contacto con el punzón es libre. Dicha rugosidad se debe a que cada grano del material de la chapa se deforma de manera distinta a la de los granos que lo rodean. Este efecto es tanto más marcado cuanto mayor es el tamaño de grano de la chapa. Se puede elaborar por lo tanto, y de hecho existen, una serie de patrones que indiquen el tamaño de grano en función de la apariencia superficial de una copa Erichsen. Es importante que el tamaño de grano no sea demasiado grande para no generar una rugosidad excesiva en la pieza estampada defecto que se conoce como "piel de naranja".

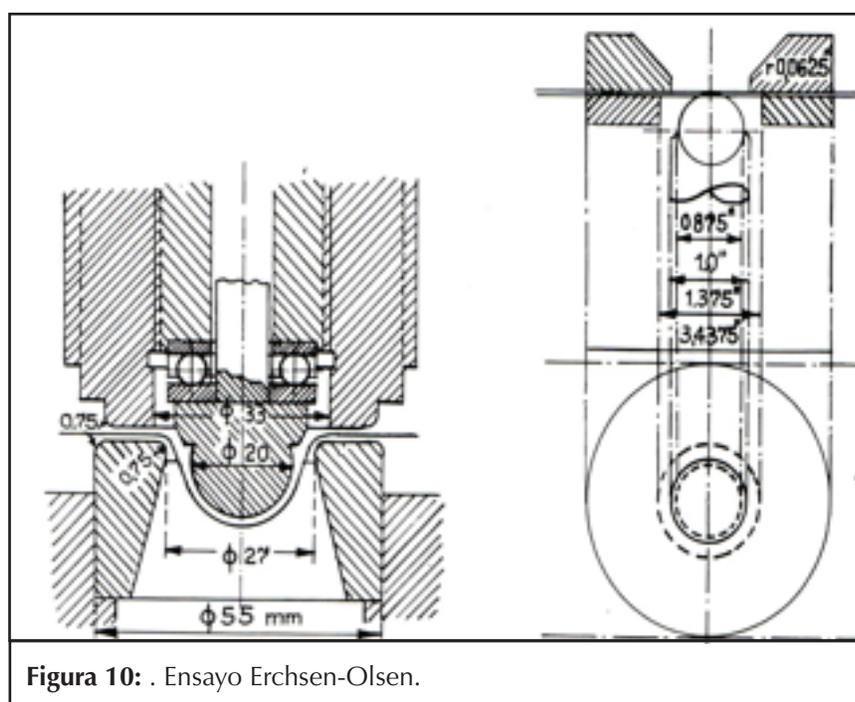


Figura 10: . Ensayo Erchsen-Olsen.

Cuando la operación de estampado sea predominantemente de estirado los valores obtenidos por el ensayo Erichsen-Olsen serán representativos de la calidad de un material.

La gran difusión de este ensayo se debe, entre otras cosas, a la relativa facilidad y rapidez de su ejecución.

4.3. Ensayo Swift de embutición de copas.

Este ensayo está basado en los trabajos ya clásicos llevados a cabo en la Universidad de Sheffield por el profesor H. W. Swift. En este caso, un disco circular es embutido en una copa cilíndrica bajo condiciones controladas. La chapa durante el proceso está comprimida por un sujetador o prensachapa que permite su deslizamiento al interior de la matriz (figura 11).

Se pueden usar dos tipos de punzones, uno plano y otro semiesférico. Con el primero se tiene una operación de embutido puro mientras que el uso del punzón semiesférico agrega un cierto grado de estirado.

La primera normalización de este ensayo se debe a un trabajo del *British Iron and Steel Research*

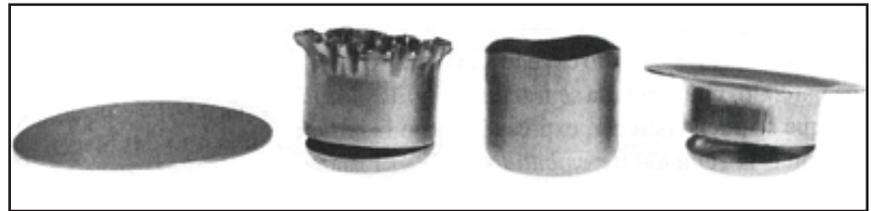


Figura 12: De izquierda a derecha: disco original; copa fallada por ondulaciones debidas a presión insuficiente de sujetador; copa embutida en forma correcta; falla por exceso de presión de sujetador (Schey, 2000c).

Association (BISRA) recopilado por O.H. Kemmis (1957). Existe actualmente una posterior normalización llevada a cabo por el IDDRG (Hawtin, 1969).

El ensayo consiste en embutir discos de diámetros crecientes hasta que empiecen a producirse fallas. De esta manera se determina para el material en estudio la relación límite de embutido dada por la relación entre el diámetro del disco máximo que embute sin dificultad y el diámetro de la matriz.

Además de la relación de embutido, el ensayo Swift pone de manifiesto la anisotropía planar del material ensayado por la formación de orejas que aparecen en el borde de la copa embutida, figura 12 (Schey, 2000c).

Se trata de un ensayo que repro-

duce fielmente las condiciones de una operación de estampado que involucre únicamente embutido. Es por lo tanto muy útil en la selección de un material adecuado para este tipo de operaciones. Su mayor desventaja radica en lo largo y laborioso del ensayo (Mazini et al., 1974).

5. DIAGRAMAS LÍMITE DE CONFORMADO

Cada tipo de material del que están hechas las chapas metálicas (acero, aluminio, latón, etc.) puede ser deformado sólo hasta un cierto nivel antes de que aparezca un adelgazamiento y posterior fractura. Este nivel depende de la combinación de las deformaciones impuestas. En el caso del conformado de chapas metálicas, las deformaciones se suelen medir en el plano de la chapa dado que resulta muy difícil medir con precisión variaciones en el espesor. Por lo tanto, cuando se habla de la relación de las deformaciones se hace referencia a la mayor y menor que se producen en el plano de la chapa. El nivel más bajo de deformaciones sin que la pieza adelgace o rompa se presenta para un estado de deformación plana o sea cuando la menor de las deformaciones es cero.

S. P. Keeler fue el primero en cuantificar dicho concepto en 1965, construyendo un diagrama de conformado para una gran variedad de materiales recocidos sometidos a estirado biaxial con punzón semiesférico.



Figura 11: Estampa para el ensayo Swift. Laboratorio de Metalurgia y Tecnología Mecánica de la Universidad Nacional del Sur.

férico. Los valores de falla considerados fueron las combinaciones de deformaciones convencionales e_1 y e_2 que conducían a la formación de una estricción localizada (Mazini et al., 1974).

G. M. Goodwin completó la idea investigando la zona de deformaciones tracción –compresión aunque su criterio de falla fue la aparición de la fractura.

Combinando los trabajos de ambos, se tienen los llamados *Diagramas Límite de Conformado* (DLC) como se muestra en la figura 13 (Schey, 2000b).

Estos diagramas se determinan y se usan con el auxilio del trazado de una grilla circular en la superficie de las probetas o de las chapas a conformar (figura 14).

La curva de Keeler-Goodwin fue trazada considerando las deformaciones convencionales, definidas como:



Figura 14: Probeta grillada de acopado biaxial elíptico.

$$e_1 = \frac{d_1 - d_0}{d_0} \quad e_2 = \frac{d_2 - d_0}{d_0}$$

$$e_3 = \frac{t - t_0}{t_0} \quad (14)$$

donde d_0 es el diámetro inicial de los círculos de la grilla, d_1 y d_2 son los ejes mayor y menor de la elipse posterior a la deformación, t y t_0 son los espesores final e inicial de la chapa en el centro del círculo medido (Iurman, 2008).

En las investigaciones de laboratorio se prefiere trabajar con deformaciones naturales o verdaderas $\epsilon_i = \ln(1 + e_i)$. Esta definición de deformaciones tiene, entre otras, la ventaja de cumplir con la ley de constancia de volumen o sea

$$\epsilon_1 + \epsilon_2 + \epsilon_3 = 0$$

En el diagrama límite de conformado se pueden apreciar las siguientes circunstancias:

- A mayor uniformidad en el estirado biaxial, o sea cuando la relación e_2 / e_1 tiendo a uno, mayor es el nivel de deformaciones posibles antes de la falla.
- En la zona de tracción-compresión los esfuerzos de compresión ayudan a soportar una deformación mayor por tracción.

Para determinar los DLC se utilizan los ensayos ya vistos (tracción simple, tracción plana, embutido, estirado, embutido-estirado, etc.) con los cuales se logran las diferentes relaciones de deformaciones necesarias.

Las deformaciones se miden en y alrededor de las regiones de estricción visible y/o de fractura según el criterio de falla que se adopte. La curva límite de conformado se traza sobre las regiones medidas fuera de

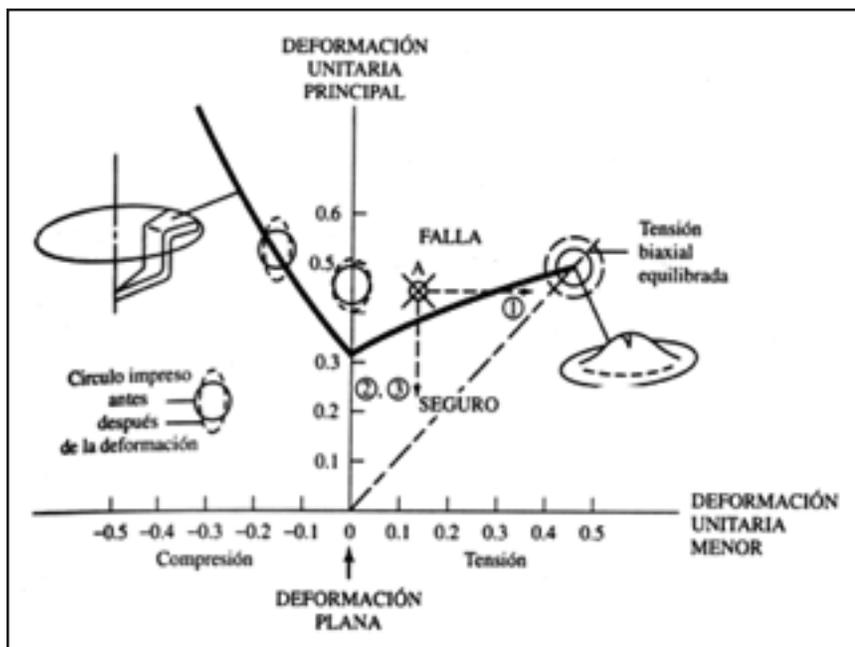


Figura 13: Diagrama límite de conformado típico de un acero de bajo carbono (Schey, 2000b).

las regiones adelgazadas y por debajo de las medidas en las regiones adelgazadas y fracturadas.

Como se ha mencionado, el DLC se introdujo en la década de los 60 y se convirtió rápidamente en una herramienta importante para diagnosticar problemas de producción. Cuando se encuentran piezas que fallan en producción se colocan chapas grilladas en la matriz de conformado y se estampan. Una vez conformada la pieza se mide la distorsión de los círculos (figura 14). El círculo más cercano a la línea de fractura proporciona la relación de deformación en el punto crítico (por ejemplo *A* en la figura 13). Se pueden explorar entonces varias soluciones, no evidentes intuitivamente, para situar a las deformaciones dentro de límites permisibles:

- Incrementar la deformación menor sujetando más firmemente en esa dirección.
- Mejorar la lubricación para redistribuir las deformaciones si la fractura ocurre lejos del vértice.
- Cambiar, si es factible, la calidad del material. En el caso señalado debería tratarse de un material con un alargamiento mayor en tracción o sea con un factor *n* mayor. Si la falla se hubiese producido en el sector de tracción-compresión se debería buscar un material con un parámetro *R* mayor.
- Si las soluciones anteriores no bastan, habrá que rediseñar la pieza para reducir la deformación mayor o se deberá permitir que algo de material fluya hacia la matriz cambiando el proceso a uno de estirado-embutido.

Puede también ocurrir que la pieza se conforme bien y que un aná-

lisis como el descrito indique que:

1. El punto más crítico está muy próximo a la curva del DLC.
2. El punto más crítico está lejos de la curva.

En el primer caso se está en condiciones precarias de conformado. Esto implica que hay que tener sumo cuidado con la producción porque cualquier cambio en la lubricación o en los prensa chapas o un desgaste en el herramental puede hacer que las condiciones se vuelvan críticas y empiecen a aparecer fallas.

En el segundo, la operación de estampado no es crítica no será necesario tener tantas precauciones y, eventualmente, se podría utilizar un material con menores exigencias de conformabilidad y por ende abaratar costos si, desde el punto de vista de la pieza a conformar, esto no es un problema.

Resulta evidente por lo expuesto la gran utilidad que presta esta herramienta tanto para la selección del material adecuado para una operación de estampado como para actuar sobre parámetros del mismo a los efectos de que la operación se pueda llevar a cabo en forma exitosa. Por esta razón, su empleo se ha universalizado tanto en los ámbitos de la producción de las chapas metálicas fundamentalmente en aceros, aunque no en forma exclusiva-como entre los estampadores.

La obtención de las Curvas Límite de Conformado está regulada por la Norma ISO 12004-1:2008.

6. EVOLUCIÓN HISTÓRICA DE LOS CRITERIOS DE ACEPTACIÓN O RECHAZO DE CHAPAS METÁLICAS PARA CONFORMADO

Es una regla bastante generali-

zada en metalurgia dar por sentado que los metales blandos son más deformables. Por este motivo, las primeras especificaciones para aceptar una chapa a los efectos de elaborar con ella piezas estampadas se basaban en la dureza de la misma. Cuanto mayor eran las exigencias de conformabilidad menor debía ser la dureza de la chapa aunque con ello se resignara resistencia mecánica.

Un primer avance se dio con el ensayo Erichsen-Olsen en que la calidad de la chapa está dada por la altura de la copa que puede obtenerse hasta que aparezca la primera fisura. Su gran expansión se debió, entre otras cosas, a la sencillez del ensayo. Además, sobre todo para metales no ferrosos tales como los cobrizos (así se conocen a las aleaciones de cobre) permite visualizar el tamaño de grano metálico y rechazar así chapas con grano muy grueso que, una vez estampadas, presentarían el defecto superficial conocido como "piel de naranja".

Sin embargo, la fricción entre punzón y chapa en este ensayo hace que exista una cierta dispersión en los valores obtenidos. Además, se encontró que chapas con buenos valores de "Índice Erichsen" no respondían bien a determinadas operaciones de estampado. Con los estudios de Swift, y a la luz de los diferentes tipos de operaciones básicas analizadas en el Punto 2, se puede comprender la razón de semejante falta de correlación. El ensayo Erichsen representa perfectamente operaciones de estirado no así a aquellas que involucran embutido donde las tensiones y las deformaciones inducidas son diferentes al caso de un estirado puro.

Aparece así en escena el ensayo de acopado Swift y el énfasis puesto en una adecuada anisotropía del material. Una combinación de en-

sayos Erichsen-Olsen y Swift se presenta, entonces, como garante de una adecuada selección de chapas para los estampadores.

En Japón incluso se desarrolló un nuevo ensayo, Fukui, no tratado aquí por razones de brevedad, que combina embutido con estirado representando de este modo operaciones industriales que presentan esta característica.

Dada la complejidad de la ejecución del ensayo Swift de acopado y en menor medida del Erichsen en las relaciones comerciales entre proveedores y usuarios se impuso la valorización de los parámetros n y R como criterios de aceptación. Los productores de chapas, especialmente de acero, garantizan cuando se trata de estampados de cierta exigencia valores mínimos de uno y de otro. Todo esto renovó el uso extendido del ensayo de tracción uniaxial mediante el cual se pueden determinar ambos parámetros.

A los efectos de extender el campo de deformaciones y poder ver así la posible influencia de inclusiones no metálicas en la microestructura de las chapas se incursionó también en la tracción biaxial. Ésta se practica más en laboratorios que en la industria.

La gran herramienta que revolucionó y completó todo lo anterior fue el análisis de las trayectorias de deformación mediante las curvas límite de conformado. Las mismas posibilitaron el estudio en escala natural de diferentes procesos de estampado mediante el grillado de las chapas. Se pudieron detectar así eventuales puntos críticos y, según que los mismos se hallasen en la zona tracción-tracción o tracción-compresión, tomar las acciones correctivas. Estas últimas pueden consistir tanto en la necesidad de variar

algunos parámetros del proceso tales como la geometría del herramienta, la lubricación, etc. o seleccionar un material de mejor calidad.

Este análisis está al alcance tanto del proveedor de chapas como del usuario. Por este motivo, se impuso en su momento una relación basada en la cantidad de rechazo o falla tolerados en un proceso de estampado. Ante una nueva pieza a estampar, el proveedor de chapa debía proveer material que no tuviera más de un determinado porcentaje convenido de piezas falladas. Para ello la fábrica siderúrgica enviaba a sus expertos al taller del usuario con sus chapas grilladas las estampaba y verificaba la naturaleza y gravedad del proceso. En base a este estudio ofrecía un material apropiado.

Esta situación cambió con la crisis energética que obligó a fabricar automóviles cada vez más livianos. En este contexto, la conformabilidad pasó a un segundo plano priorizándose aligerar el peso del vehículo manteniendo la resistencia mecánica y la capacidad de absorber choques (o sea la tenacidad). El estampador debió entonces aprender a solucionar las posibles limitaciones que presentaba el nuevo material.

Esta situación es el estado actual de las cosas.

7. ROL DE LA METALURGIA EN EL DESARROLLO DE CHAPAS METÁLICAS PARA ESTAMPADO

Nos referiremos principalmente al campo de las chapas de acero. Pero para comprender la magnitud del problema conviene destacar que en las principales aleaciones metálicas de uso industrial las del hierro (los aceros), del cobre (bronces y latones) y del aluminio aproximadamente la mitad corresponde a productos planos, chapas y placas que

deben ser posteriormente conformadas de alguna manera o sea son productos semiterminados.

En el número recordatorio del centésimo aniversario de la creación del *Iron and Steel Institute* de Gran Bretaña, W. E. Duckworth y J. D. Baird escribían: "...Uno de los hechos sorprendentes de los aceros blandos es la extensión en que su desarrollo ha sido ignorado por los metalurgistas físicos hasta años recientes. Cuando se recuerda que los productos de hierro y acero forman el 94% de todo el metal usado en el mundo y que el acero blando probablemente forme el 85% de todo el acero manufacturado, esta negligencia del acero blando por parte de los metalurgistas físicos es muy destacada..." Y agregan más adelante: "Dado que fue sólo a partir de 1960 que los metalurgistas físicos han tomado un interés activo y general en el desarrollo del acero blando... este artículo se concentrará en los desarrollos desde 1960 en los campos de aceros estructurales y de empaquetado".

Enumeran en su artículo esos desarrollos, una buena parte de ellos dedicados a la comprensión de los problemas de estampado tal como se han reseñado aquí y concluyen en la parte final entre otros aspectos: "En el campo de las chapas de acero, el uso del desgaso en vacío hará practicable la manufactura de aceros de embutido extra profundo de bajo carbono y bajo oxígeno. Tales aceros deberían tener un alargamiento uniforme y total mejorado, y si se pueden producir mediante colada continua y desarrollarse a una etapa en la cual puedan ser satisfactoriamente recocidos en una planta continua y aún usarse para aplicaciones de embutido extra profundo, pueden presentar un serio desafío a los aceros producidos en forma convencional para un amplio

rango de aplicaciones. El desgasa-
do en vacío permitirá también la
adición de pequeñas cantidades de
elementos aleantes para incrementar
el valor de R y controlar el envejeci-
miento por deformación. ...”

Estos desarrollos y otros han te-
nido lugar desde entonces. Tan es
así que en la actualidad un acero de
bajo y ultra bajo carbono para elabo-
rar piezas estampadas puede ser
considerado una obra maestra del
arte de la metalurgia física aplicada
a procesos industriales. Y las plan-
tas elaboradoras de estos productos
tienen equipos técnicos de profesio-
nales para los cuales la metalurgia
física dejó de ser una disciplina de
laboratorio y entró a la planta side-
rúrgica para quedarse. Lo mismo se
puede decir de lo que ha pasado
con otros metales.

En la era actual, todo empieza
a pasar por la modelización de los
procesos y su simulación a los efec-
tos de avanzar en forma más rápida
y menos costosa. El estampado de
piezas metálicas no escapa a esta
tendencia general. Y es así como la
comprensión de los mecanismos es-
tructurales en la respuesta mecánica
de los metales se está empleando en
la modelización de las curvas límite
de conformado a partir del conoci-
miento de la microestructura y de
sus defectos.

8. CONSIDERACIONES FINALES

Este trabajo ha tratado de pre-
sentar el largo camino recorrido en
el estudio de las operaciones de es-
tampado desde que, antes de 1930,
Otto S. Beyer las describiera como
“Ingeniería por la gracia de Dios”
(Lloyd, 1962) a la fecha.

Esto no debe llevar a olvidar que
muchas operaciones siguen siendo
posibles debido a la experiencia y
sensibilidad del operador de taller,

del artesano que ha desarrollado un
instinto, un sexto sentido acerca de
cuál trayectoria de deformaciones
seguir, de cómo debe hacer fluir a la
chapa para convertirla en un objeto
tridimensional, de la conveniencia
de embutir primero y estirar después
o hacerlo al revés. Es justo reconocer
que este artesano sabe *cómo hacer-
lo* mientras que en muchos aspectos
los metalurgistas nos ocupamos por
saber *por qué sucede*.

La aceleración de los progresos
en los procesos productivos hace
que el artesano ya no disponga del
tiempo que supo tener antaño frente
a una pieza o a un material nuevo.
Es necesario el concurso del inge-
niero, del metalurgista, del matemá-
tico que elaboren un modelo para
simular el proceso de estampado y
permitan acortar el tiempo que va
de la concepción de la pieza a su
fabricación en serie.

Pero como dijo S. P. Keeler
(Keeler, 1978) al inaugurar un sim-
posio sobre la tecnología del es-
tampado de chapas metálicas en
1977, “no debemos olvidar que la
experiencia y la técnica usadas por
los artesanos para crear los violines
Stradivarius continúan desafiando
las mejores capacidades analíticas
de la ciencia de la era espacial”.

9. REFERENCIAS

Dieter G.E. (1986). Mechanical
Metallurgy. 3rd Ed. McGraw-Hill.

Duckworth W.E, Baird J.D. (1969)
Mild Steels. Journal of the I.S.I.
207 6, 854.

Hawtin R.T. (1969) Recommended
Procedure for Performing the
Swift Cupping Test. Sheet Metal
Industries 46, 418.

Hill R. (1950) The Mathematical
Theory of Plasticity. Oxford

Clarendon Press.

Honeyman A.J.K. (1957) The
Metallurgy of Steels for Deep
Drawing. Sheet Metal Industries
34 357, 51.

Hosford W.F., Caddell R.M. (2007).
Metal Forming–Mechanics and
Metallurgy. Cambridge University
Press, 208.

Hosford W.F. Jr., Backofen W.A.
(1964) Strength and Plasticity of
Textured Metals. Fundamentals
of Deformation Processing.
Proceeding of the Ninth
Sagamore Army Materials
Research Conference, Syracuse
University Press.

Hosford W.F., Caddell R.M. (1993).
Metal Forming. Mechanics and
metallurgy. Second Edition.
Prentice Hall, 272.

Iurman L. (2008) Conformabilidad
de Chapas Metálicas. Curso
de Conformado de Chapas
Metálicas, Capítulo 6, 21.
Instituto Argentino de Siderurgia.

Keeler S.P. (1968) Circular Grid
System. A Valuable Aid
for Evaluating Sheet Metal
Formability. Sheet Metal
Industries 45 497, 633.

Keeler S.P. (1978). Mechanics of
Sheet Metal Forming, Sheet Metal
Stamping Technology–Need for
Fundamental Understanding.
Edited by D. P. Koistinen and
Neng-Ming Wang, Plenum Press,
7.

Kemmis O.H. (1957) The Assessment
of the Drawing and Forming
Qualities of Sheet Metal by the
Swift Cup Forming Test. Sheet
Metal Industries 34 359, 203.

Lankford W.T., Snyder S.C.,

- Bauscher J.A. (1950) New Criteria for Predicting the Press Performance of Deep Drawing Sheets. Transactions of the ASM, 42, 1197.
- Lloyd D.H. (1962) Metallurgical Engineering in the Pressed Metal Industry. Sheet Metal Industries 39 417, 6.
- Mazini N.E., Iurman L., Sáenz López A.R., Lucaioli A.O., Blanco J. M. (1974) Parámetros mecánicos que inciden en la estampabilidad de chapas metálicas. Calidad de Productos Laminados en América Latina. Instituto Latinoamericano del Hierro y del Acero, 125.
- Murray G. (1958) Research into Deep Drawing. A Metallurgist's View. Sheet Metal Industries 35 377, 657.
- Pomey G. (1972) Le Formage des Tôles. Revue de Métallurgie, 69 4, 251.
- Schey J.A. (2000a) Procesos de manufactura. Tercera Edición. McGraw-Hill, 410.
- Schey J.A. (2000b). Procesos de manufactura Tercera Edición. McGraw-Hill, 421.
- Schey J.A. (2000c). Procesos de manufactura. Tercera Edición. McGraw-Hill, 425.
- Shawki G.S.A. (1965) Assessing Deep-Drawing Qualities of Sheet. Sheet Metal Industries 42 457, 363.
- Thomsen E.G., Yang Ch. T., Kobayashi S. (1965) Mechanics of Plastic Deformation in Metal Processing. The Macmillan Company, New York.
- Wilson D.V. (1969) Controlled Directionality of Mechanical Properties in Sheet Metals. Metals and Materials 3 12, 175.
- Wright J.C. (1961) Quantitative Assessment of Deep Drawing and Stretch-forming Qualities. Sheet Metal Industries 38 413, 649.
- Yoshida K., Komorida H., Usuda M., Watanabe H. (1971) Significance of the X Value and the Work-hardening exponent (n) under equibiaxial tension in the Assessment of Sheet Metal Formability. Sheet Metal Industries 48 534, 772.

■ ANEXO

ACTUACIÓN DEL LABORATORIO DE METALURGIA Y TECNOLOGÍA MECÁNICA DE LA UNS EN EL CAMPO DEL CONFORMADO DE CHAPAS METÁLICAS.

Esta línea de investigación se inició a fines de la década de 1960. Para entonces, varios integrantes del Laboratorio habían hecho una iniciación en la investigación trabajando durante un período en el entonces Departamento de Metalurgia del Centro Atómico Constituyentes de la Comisión Nacional de Energía Atómica. En el mismo, fueron guiados por el Ing. Carlos Martínez Vidal. Este factor fue decisivo para que, dentro del amplio espectro de la Metalurgia, se orientaran hacia el comportamiento mecánico de los metales y con una fuerte impronta hacia la transferencia de tecnología.

Una vez interesados en el tema, la posibilidad de desarrollarlo dependía de dos elementos imprescindibles: Antecedentes para conocer el estado del arte y elementos para realizar las expe-

riencias de laboratorio necesarias.

Lo primero provino nuevamente del Centro Atómico Constituyentes que poseía a la sazón una excelente biblioteca con las últimas revistas metalúrgicas. Lo segundo era una prensa manual del tipo de las que se utilizaban para desarmar los cojinetes de los ejes de motores, una cierta capacidad para fundir metales hasta los bronce y, sobre todo, una preciosa mano de obra dada por un técnico de primer nivel de los que las escuelas de artes y oficios formaban en aquellos tiempos y que fueron parte del personal anónimo que contribuyó en forma significativa al desarrollo tecnológico del país. Algún día habrá que rendirles el merecido homenaje.

Poco tiempo después, mediante un préstamo que consiguieron las universidades, se pudo adquirir una prensa hidráulica industrial como la que se ilustra en la figura 15, se diseñó y construyó la primera matriz Swift (figura 11) y se hicieron ensayos con diversos metales para adquirir experiencia y comprobar lo leído



Figura 15: Máquina de ensayo, ensayando probeta en deformación plana.

en las revistas de conformado de chapas. La cercanía de nuestro laboratorio con el de Estudio y Ensayo de Materiales de la Universidad, del cual algunos de nosotros habíamos estado a cargo en períodos anteriores, permitió completar la realización de los ensayos de tracción, tan relevantes en el tema de la conformabilidad de chapas metálicas.

De este modo llegamos a las Jornadas de la SAM (Sociedad Argentina de Metales) de 1970 en la ciudad de Córdoba en las cuales presentamos nuestro primer trabajo, en el que reseñábamos los conceptos en boga en los centros de desarrollo e investigación mundiales hasta entonces, corroborados por el comportamiento que habíamos logrado experimentar con tres materiales metálicos a saber: un acero común, uno especial de embutido profundo y un acero inoxidable. Todas chapas compradas en las ferreterías de la ciudad.

En esas Jornadas de Córdoba quedó en evidencia que había solamente otro grupo que trabajaba en este tema en el país, justamente en Córdoba, centro industrial muy importante en aquel tiempo y siempre. Y tuvo nuestra presentación dos consecuencias importantes: Por un lado, un funcionario de ILAFA (Instituto Latinoamericano del Fierro y del Acero) nos pidió que participáramos en un encuentro que ese Instituto estaba programando para el año siguiente en Santiago de Chile sobre la calidad de los productos laminados. Eso nos permitió trascender las fronteras del país y vincularnos con otros grupos que desarrollaban tareas afines en el continente.

Por otro lado, profesionales y ejecutivos de una empresa siderúrgica nacional presentes en las Jornadas interesados en el trabajo presentado y en las posibilidades experimenta-

les que el mismo ponía en evidencia ofrecieron su apoyo para continuar los desarrollos en este campo. De esta manera, comenzó una vinculación con la industria siderúrgica nacional que se mantuvo inalterable y sin solución de continuidad en todos estos cuarenta y tres años, continúa y marcó, además, a nuestro laboratorio, embarcándolo en el tratamiento preferencial, si no exclusivo, en el estudio de la conformabilidad de chapas de acero. Reforzaba este vínculo, por otra parte, la lamentable falta de requerimientos de servicios por parte de la industria local puesto que Bahía Blanca había empezado un declive muy pronunciado en su actividad industrial, que recién repuntaría años más tarde, al instalarse en sus proximidades un polo industrial de envergadura.

La actividad en la década de los años setenta en nuestra área se tradujo en la prosecución de caracterización de chapas de acero mediante los ensayos descritos en el trabajo, la fabricación de nuevas matrices, el análisis de otros parámetros tales como la fricción y la rugosidad superficial de las chapas, etc. Un equipo muy importante se diseñó y construyó en ese período en el laboratorio. Se trata de la máquina de acopado hidráulico, única entonces en el país. De este modo se pudo llegar por tracción a valores más altos de deformación antes de que se produjera la rotura.

Institucionalmente, en el seno de la SAM se formó el Comité de Chapas. En el mismo se organizaron reuniones mensuales a las que asistían investigadores del sector académico junto con profesionales y ejecutivos de plantas siderúrgicas del país y de empresas usuarias de chapas metálicas. Esas reuniones cimentaron el conocimiento personal y aprecio mutuo de quienes fabricaban las chapas, de los que

las utilizaban y de quienes las estudiábamos y prestábamos servicios a los anteriores. Era usual que esas reuniones se llevaran a cabo en las mismas empresas. Fueron un medio muy importante para vencer la estéril separación que había entre el sector productivo y el académico. En ese período se formó otro centro universitario importante destinado a estos temas en la Facultad de Ingeniería de la Universidad Nacional de La Plata. En ese centro, se logró montar un excelente laboratorio de ensayos de conformado.

A mediados de los años setenta se consolidó la formación del Instituto Argentino de Siderurgia (IAS) que agrupaba a las empresas productoras de artículos de acero en el país. Poco a poco las actividades del Comité de Chapas de la SAM fueron pasando al ámbito de este Instituto. De todos modos, trascendieron algunas de las realizaciones de este Comité como fue la elaboración de una norma, luego aprobada por IRAM, sobre la nomenclatura de las operaciones de conformado en la que había bastante confusión. Afianzado el IAS como representante de las empresas siderúrgicas en el país, las actividades de servicio de nuestro laboratorio en el área del estudio del conformado de chapas se canalizaron a través del mismo. Además de los servicios, se llevaron a cabo actividades de formación profesional dictándose varios cursos sobre el tema organizados por el IAS.

En las operaciones de conformado de chapas un parámetro muy importante es la fricción entre el material y la estampa. Ese tema había sido abordado pero se trata de un fenómeno muy complejo que requiere una aproximación interdisciplinaria. La misma se logró recién en la década del noventa con la incorporación al laboratorio de investigadores con



Figura 16: Equipo de fricción de chapas.

formación física y química. Hay que destacar que la lubricación de procesos de trabajado de metales es un fenómeno muy diferente de la lubricación de motores y elementos de máquinas en general. Se construyó entonces un equipo de fricción figura 16, 17 y 18 que permite realizar ensayos como los recomendados para caracterizar lubricantes usados en el estampado. Uno de estos lubricantes es en realidad un aceite protector que los fabricantes de chapas utilizan para proteger a las mismas entre su terminación en la planta siderúrgica y su estampado, un período que puede durar meses. Existen diferentes proveedores de este tipo de lubricantes. Con nuestro equipo y experiencias hemos colaborado con plantas siderúrgicas en la selección de los más convenientes.

Nos faltaba en el laboratorio ingresar en las experiencias de grilla-do de chapas, figura 14. Un oportuno intercambio con un centro de

investigación de España nos permitió hacerlo. Aprendimos esa técnica y les brindamos nuestra concepción de la máquina de acopado hidráulico. Fue un intercambio mutuamente beneficioso que se completó con el dictado de varios cursos en una Universidad de Barcelona sobre conformado de chapas por parte de un miembro de nuestro laboratorio. No fue la única experiencia internacional. Se repitió en Colombia con una presenta-

ción en una Jornada, un curso y asesoramiento a un centro de desarrollo tecnológico de ese país.

La última etapa en las actividades del laboratorio tiene que ver con el estudio de las curvas límite de conformado. Puestos a punto va-



Figura 17: Detalle del equipo de fricción de chapas con probeta.



Figura 18: Detalle del equipo de fricción de chapas.

rios de los ensayos necesarios para determinarlas es motivo de los desarrollos encarados en los últimos años. Se han diseñado y construido nuevas matrices, como la Marciniak



Figura 19: Matriz de ensayo Marciniak.

figura 19, se llevan a cabo experiencias con variadas geometrías de probetas, etc. En cuanto a servicios, se determinan curvas de este tipo para chapas fabricadas en el país o las que utilicen empresas productoras de autopartes provenientes del exterior. Y hay un par de jóvenes profesionales haciendo sus estudios de posgrado en el tema.

Ha pasado mucho tiempo desde el momento en que, al presentar nuestro primer desarrollo en Córdoba, nos preguntaban los profesionales de planta por qué estába-

mos en contra del Ensayo Erichsen. Costó trabajo explicar que no era así. Que sólo pretendíamos comprender un poco más acerca de la relación entre la deformación a la que era sometido el material y el ensayo que la representaba. Todos aprendimos en el camino. Valió la pena.

■ GLOSARIO

Conformado: conjunto de procesos mediante los cuales una chapa se convierte en una pieza de forma deseada.

Conformabilidad: capacidad de un material de ser deformado para llegar a una forma prefijada.

Estampado: proceso de fabricación por el cual se somete un metal a una carga de compresión dentro de un molde o matriz.

Tensión de fluencia: La fuerza por unidad de área que es necesario aplicar a un material para que comience a deformarse plásticamente.

Recuperación de tecnologías ancestrales y sustentables en Jujuy

La vicuña como modelo de producción sustentable

Ciencia e historia se unen para preservar a la vicuña

*Cazando vicuñas anduve en los cerros
Heridas de bala se escaparon dos.*

*- No caces vicuñas con armas de fuego;
Coquena se enoja, - me dijo un pastor.*

*- ¿Por qué no pillarlas a la usanza vieja,
cercando la hoyada con hilo punzó ?*

*- ¿Para qué matarlas, si sólo codicias
para tus vestidos el fino vellón ?*

Juan Carlos Dávalos, Coquena

Lo primero es pedir permiso a la Pachamama. Porque a ella, en la cosmovisión andina, pertenecen las vicuñas que se extienden por el altiplano de Perú, Bolivia, Chile y Argentina. Una ceremonia ancestral, unida a la ciencia moderna, permite que comunidades y científicos argentinos exploten de manera sustentable un recurso de alto valor económico y social.

La vicuña es una especie silvestre de camélido sudamericano que habita en la puna. Hasta 1950-1960 estuvo en serio riesgo de extinción debido a la ausencia de planes de manejo y conservación. Desde la llegada de los españoles se comenzó con la caza y exportación de los cueros para la obtención de la fibra, que puede llegar a valer U\$600 por kilo, lo que llevo a la casi desaparición de estos animales. Por ese entonces, la población de vicuñas en América era cercana a los 4 millones de ejemplares, en 1950 no eran más de 10.000.

A fines de la década del 70 Argentina, Bolivia, Chile, Perú y Ecuador firmaron un Convenio para la conservación y manejo de la vicuña que permitió recuperar su población hasta contar en la actualidad con más de 76 mil ejemplares en nuestro país.

En Santa Catalina, Jujuy, a 3.800 metros sobre el nivel del mar, investigadores de CONICET, junto a comunidades y productores locales, han logrado recuperar una tecnología prehispánica sustentable para la obtención de la fibra de vicuña. Se trata de una ceremonia ancestral y captura mediante la cual se arrean y esquilan las vicuñas silvestres para obtener su fibra. Se denomina chaku y se realizaba en la región antes de la llegada de los conquistadores españoles. Según Bibiana Vilá, investigadora independiente de CONICET y directora del grupo Vicuñas, Camélidos y Ambiente (VICAM) *"Hoy podemos pensar en volver a hacer ese chaku prehispánico sumado a técnicas que los científicos aportamos para que las vicuñas pasen por toda esa situación sufriendo el menor stress posible. Las vicuñas vuelven a la naturaleza, la fibra queda en la comunidad, y nosotros tomamos un montón de datos científicos."*

El chaku

El chaku es una práctica ritual y productiva para la esquila de las vicuñas. Durante el imperio inca, las cacerías reales o chaku eran planificadas por el inca en persona. En esta ceremonia se esquilaba a las vicuñas y se las liberaba nuevamente a la vida silvestre. La fibra obtenida era utilizada para la confección de prendas de la elite y su obtención estaba regulada por mecanismos políticos, sociales, religiosos y culturales. Se trata de un claro ejemplo de uso sustentable de un recurso natural. Hugo Jacobaccio, zoológico e investigador principal de CONICET, explica que *"actualmente el chaku concentra hasta 80 personas, pero durante el imperio inca participaban de a miles. Hoy las comunidades venden esa fibra a acopiadores textiles y obtienen un ingreso que complementa su actividad económica principal, el pastoreo de llamas y ovejas"*.

El proceso comienza con la reunión de todos los participantes, luego toman una soga con cintas de colores reunidos en semicírculo y arrean lentamente a las vicuñas guiándolas hacia un embudo de red de 1 km de largo que desemboca en un corral. Cuando los animales están calmados se los esquila manipulándolos con sumo cuidado para reducir el stress y se los libera. Hoy, 1500 años después del primer registro que se tiene de esta ceremonia, la ciencia argentina suma como valor agregado: el bienestar animal y la investigación científica. En tiempo del imperio Inca, el chaku se realizaba cada cuatro años, actualmente se realiza anualmente sin esquila a los mismos animales *"se van rotando las zonas de captura para que los animales renueven la fibra"* explica Jacobaccio. Según Vilá *"es un proyecto que requiere mucho trabajo pero que demuestra que la sustentabilidad es posible, tenemos un animal vivo al cual esquilamos y al cual devolvemos vivo a la naturaleza. Tiene una cuestión asociada que es la sustentabilidad social ya que la fibra queda en la comunidad para el desarrollo económico de los pobladores locales."*

Yanina Arzamendia, bióloga, investigadora asistente de CONICET y miembro del equipo de VICAM, explica que se

esquilan sólo ejemplares adultos, se las revisa, se toman datos científicos y se las devuelve a su hábitat natural. Además destaca la importancia de que el chaku se realice como una actividad comunitaria *“en este caso fue impulsada por una cooperativa de productores locales que tenían vicuñas en sus campos y querían comercializar la fibra. Además participaron miembros del pueblo originario, estudiantes universitarios y científicos de distintas disciplinas. Lo ideal es que estas experiencias con orientación productiva tengan una base científica.”*

Paradojas del éxito.

La recuperación de la población de vicuñas produjo cierto malestar entre productores ganaderos de la zona. Muchos empezaron a percibir a la vicuña como competencia para su ganado en un lugar donde las pasturas no son tan abundantes. En este aspecto el trabajo de los investigadores de CONICET fue fundamental, según Arzamendia *“el chaku trae un cambio de percepción que es ventajoso para las personas y para la conservación de la especie. Generalmente el productor ve a las vicuñas como otro herbívoro que compite con su ganado por el alimento y esto causa prejuicios. Hoy comienzan a ver que es un recurso valioso y ya evalúan tener más vicuñas que ovejas y llamas. Nuestro objetivo es desterrar esos mitos”,* concluye.

Pedro Navarro es el director de la Cooperativa Agroganadera de Santa Catalina y reconoce los temores que les produjo la recuperación de la especie: *“Hace 20 años nosotros teníamos diez, veinte vicuñas y era una fiesta verlas porque habían prácticamente desaparecido. En los últimos años se empezó a notar un incremento y más próximamente en el último tiempo ya ese incremento nos empezó a asustar porque en estas fincas tenemos ovejas y tenemos llamas”. Navarro identifica la resolución de estos problemas con el trabajo del grupo VICAM: “Yo creo que como me ha tocado a mí tener que ceder en parte y aprender de la vicuña y de VICAM, se puede contagiar al resto de la gente y que deje de ser el bicho malo que nos perjudica y poder ser una fuente más productiva.”*

La fibra de camélido

Además de camélidos silvestres como la vicuña o el guanaco, existen otros domesticados como la llama cuyo manejo es similar al ganado, para impulsar la producción de estos animales y su fibra, el Estado ha desarrollado dos instrumentos de fomento. En la actualidad se encuentran en evaluación varios proyectos para generar mejoras en el sector productor de fibra fina de camélidos que serán financiados por el Ministerio de Ciencia, Tecnología e Innovación Productiva. Se trata de dos Fondos de Innovación Tecnológica Sectorial destinados a la agroindustria y al desarrollo social que otorgarán hasta \$35.000.000 y \$8.000.000 respectivamente. Los proyectos destinados a la Agroindustria son asociaciones entre empresas y organismos del sector público con el objetivo de mejorar la calidad de la fibra de camélido doméstico a partir del desarrollo de técnicas reproductivas, mejoramiento genético e innovaciones en el manejo de rebaños; incorporar valor a las fibras a partir de mejoras en la materia prima o el producto final; permitir la trazabilidad de los productos para lograr su ingreso en los mercados internacionales y fortalecer la cadena de proveedores y generar empleos calificados.

La convocatoria Desarrollo Social tiene como fin atender problemas sociales mediante la incorporación de innovación en acciones productivas, en organización social, en el desarrollo de tecnologías para mejorar la calidad de vida de manera sostenible y fomentar la inclusión social de todos los sectores. Otorgará hasta \$8.000.000 por proyecto que mejore las actividades del ciclo productivo de los camélidos domésticos, la obtención y/o el procesamiento de la fibra, el acopio, el diseño y el tejido, el fieltro y la confección de productos.



TENACIDAD A LA FRACTURA DE CEMENTOS DE USO PETROLERO: EFECTO DE TRATAMIENTOS SUPERFICIALES EN FIBRAS DE REFUERZO

Palabras clave: cementación, fibras, tratamientos superficiales, tenacidad a la fractura, Jc.
Key words: protection pipe, fibers, surface treatments, fracture toughness, Jc.

En la industria hidrocarburífera para generar un sello entre las formaciones de interés del pozo, y a fin de proteger y asegurar la tubería de revestimiento en el mismo, se utilizan cementos con ciertos aditivos. En forma similar al uso de la grava en el concreto para la construcción, uno de los refuerzos mecánicos comúnmente empleado con el cemento de pozos petroleros son las fibras poliméricas. Si bien éstas provocan una mejora en el comportamiento mecánico del cemento el mismo está limitado a sólo algunos adelantos. Así dado que las fibras no tienen afinidad química con el cemento, se requiere de tratamientos superficiales para mejorar la adhesión con la matriz cementícea. En este trabajo presentaremos los resultados que hemos obtenido cuando se realizan sobre ellas tratamientos de tipo químico en base a surfactantes, ácido sulfúrico y dicromato de potasio y los efectos de estos tratamientos en sus propiedades a la fractura. Se observaron mejoras en esas propiedades sólo con algunos de los tratamientos resultando el más satisfactorio el de ácido sulfúrico al 10 %. Los tratamientos con surfactantes no arrojaron resultados positivos. Se realizaron también observaciones de las fibras por medio de microscopía electrónica de barrido. En las fibras tratadas no se observó un esperado daño superficial (variación de rugosidad) importante. Se estudió también con esa técnica la interfase fibra-cemento constatándose en todos los casos la pobre interacción mecánica entre estos elementos aún con las fibras tratadas químicamente. Se concluye que las mejoras a la tenacidad alcanzadas son pequeñas dada la interacción casi exclusivamente de tipo mecánica, debiendo indagarse para mejorarla tratamientos que posibiliten cierta afinidad química fibra - matriz.

■ **Pablo Cirimello¹,
Walter Morris² y
Juan E. Pérez Ipiña³**

1 INVAP INGENIERIA S.A;

2 YPF S.A;

3 UNIVERSIDAD NACIONAL DEL COMAHUE
- CONICET

Cement based composites are used in oil well industry as annular protection of casing (well protection pipe) and as a seal in order to isolate production zones. As gravel-stone is used as concrete reinforcement, polymeric fibers are used as oil well cements reinforcement.

Although polypropylene fibers are commonly used as cement based composites reinforcement its toughening effect is limited because of poor adhesion to matrix. Different alternatives have been proposed to overcome this drawback. We show in this work the effect on fracture properties by applying chemical treatments to the fibers: surfactants, sulfuric acid and potassium dichromate. Treatment with H₂SO₄-2% had no-effect on fracture toughness; however treatment with H₂SO₄-10% presented the best toughening effect.

Electronic microscopy imaging was used to see fiber surfaces and to evaluate the damage caused by different treatments (roughness changes). This technique was also used to see fiber-cement interface, and a poor mechanical interaction was seen, still in chemical treated fibers. Little fracture toughness improvements were achieved because we only provoked mechanical fiber-cement interaction. Other treatments that permit fiber matrix chemical affinity should be investigated.

1. INTRODUCCIÓN

En el proceso de cementación utilizado en la completación de pozos petroleros el material es diseñado según sean las características del pozo de manera que su composición se establecerá en función de los requisitos de tiempo de bombeabilidad, tiempo de fragüe, densidad, viscosidad y resistencia a la compresión del material luego del fraguado. No obstante, ha sido reportada (Bosma, 1999; Banthia, 1996) la necesidad de evaluar otras propiedades mecánicas y en particular las propiedades a la fractura del cemento utilizado, debido a exigencias de la vida en servicio como lo son el punzado y la fractura hidráulica (Cirimello et al., 2004).

En trabajos anteriores (Cirimello et al., 2003) ha sido evaluada la tenacidad de fractura mediante ensayos de determinación de K_{IC} (ver Anexo) del material y se ha determinado la incidencia de la temperatura y tiempo de fragüe en la tenacidad a la fractura. También ha sido reportado que el agregado de fibras poliméricas implica un cambio de comportamiento mecánico respecto al material sin aditivar: de un comportamiento marcadamente frágil pasa a observarse crecimiento subcrítico de fisura.

Los compuestos cementíceos reforzados con fibras exhiben, en general, el comportamiento de compuestos frágiles (Singh (2004)): la falla de la matriz precede a la ruptura de las fibras, produciéndose un puenteo (*bridging*) de las mismas a través de la fisura. Los mecanismos de absorción de energía de este tipo de compuestos incluyen *bridging*, arranque de las fibras de la matriz (*pull-out*), despegue de las fibras, deslizamiento y rotura de fibras.

La contribución de las fibras po-

liméricas a la tenacidad a la fractura de este tipo de compuestos es limitada debido a la escasa o nula adherencia de las fibras a la matriz cementícea. En el caso de fibras de polipropileno es aceptado que no existe adhesión físico - química al cemento ya que las fibras de polipropileno tienen una superficie hidrofóbica y un menor módulo de elasticidad que la matriz (Peled et al., 1992).

Esta falencia ha sido abordada en la literatura, (Li et al., 1997) buscándose mejorar la adhesión fibra-matriz por distintas metodologías: tratamientos mecánicos, químicos, de atmósfera gaseosa (plasma) y densificación de la interfase fibra matriz.

Chan et al. (1997) analizan en extenso este último mecanismo. Llegan a la conclusión de que en algunos tipos de compuestos la microestructura de la zona de transición cercana a la interfase puede no ser el factor que gobierna la adhesión. En particular, en el caso de pobre adhesión fibra-matriz, la baja energía de unión es un factor que predomina por sobre las propiedades de la zona de transición. Las fibras poliméricas (Ej: polipropileno) poseen baja energía superficial y son prácticamente inertes frente a la matriz cementícea. En este caso, entonces, la densificación de la zona de transición no será un factor que mejore la unión de la fibra- matriz y en consecuencia las propiedades mecánicas del compuesto. Se requieren por lo tanto modificaciones superficiales de las fibras.

Las modificaciones de tipo mecánicas buscan aumentar el área de contacto con la matriz y en consecuencia una mayor adhesión mecánica por mayor fricción. Esto se logra variando la morfología de las fibras: fibrilado, curvado, enlulado, microindentaciones superficiales, etc.

Si bien han sido reportadas (Peled et al., 1992; Li, 1997) mejoras en las propiedades mecánicas de compuestos con fibras tratadas mecánicamente, en el caso de aplicación que este trabajo presenta este tipo de modificación superficial sería contraproducente con respecto al uso del compuesto: su bombeabilidad hacia el interior del pozo se vería seriamente afectada.

Son así las modificaciones de tipo químicas y gaseosas las de mejor aplicabilidad y posible efectividad al tipo de compuesto aquí analizado. Peled et al. (1992) realizan un estudio del efecto de distintos tratamientos químicos sobre la superficie de las fibras, las propiedades de interface y las propiedades mecánicas medidas en términos de resistencia al *pull-out*. La finalidad de estos tratamientos es provocar una mayor rugosidad superficial en las fibras y quizás alguna afinidad química entre fibra y matriz.

Algunos de estos tratamientos han sido tomados como referencia en este trabajo a fin de investigar el efecto en las propiedades a la fractura del compuesto, medida en términos de los parámetros K_{IC} y J_c .

2. MATERIAL

El material base empleado es: Cemento tipo API "G" + 44% en peso de Agua + 0,4 % de fibras de polipropileno sin tratar (ST).

Tratamientos químicos

Se realizaron tratamientos químicos a las fibras de polipropileno con la finalidad antes mencionada de mejorar la adhesión a la matriz ya sea a través de la interacción mecánica como la de generar algún tipo de reactividad química con la matriz cementícea. Los tratamientos se realizaron por inmersión de las

fibras durante 18 h a 50° C en distintos reactivos que son descriptos a continuación:

1) Surfactantes: (Estos productos comerciales buscan mejorar el mojado de las fibras a la pasta de cemento)

- Con el producto comercial Aqua Free: AF10 (0,1% tiempo 10seg)

AF1 (1min + secado)

- Con el producto comercial SC40:

SC10 (0,1% 10seg)

SC1 (1min + secado)

SCH (0,1% 1 min, sin secar)

2) Ataques:

- Con Acido Sulfúrico H_2SO_4 2%: SU2

H_2SO_4 10%: SU10

- Con Acido Sulfúrico H_2SO_4 2% + Dicromato de Potasio 5%: SU2Di

- Con Acido Sulfúrico H_2SO_4 10% + SC40: SU10SC

- Con Acido Sulfúrico H_2SO_4 2% + Dicromato de Potasio 5% + SC40: SU2DiSC

3. METODOLOGÍA

3.1 Construcción de probetas

Para la obtención de las pastas se mezcló el cemento en agua agitando en dos etapas a 4000 y 12000 rpm, respectivamente, de acuerdo a normas API (1990). Las fibras tratadas o sin tratar se incorporan a la pasta de cemento recién preparada. En la figura 1 se muestra el dispositivo de mezclado.

Se prepararon probetas del tipo

de flexión en tres puntos SE(B) de acuerdo a norma ASTM E1820/01 (2001) mediante colado de la pasta en moldes metálicos desarmables. Las dimensiones nominales de las probetas fueron de 50 mm de alto (W), 25 mm de ancho y 200 mm de largo (L).

El fragüe se realizó en inmersión en agua durante 7 días a 50 °C.

Una vez completado el tiempo de fragüe deseado, se realizó en cada probeta una entalla mecánica buscando una relación longitud de fisura / profundidad (a/W) de 0.5.

3.2 Ensayos de medición de tenacidad de fractura

Se implementó la medición de tenacidad de fractura de acuerdo a norma ASTM E1820/01 (2001) (ver figura 2).

El ensayo de medición de tenacidad de fractura consiste en obtener un registro de la carga aplicada (P) vs. el desplazamiento de la apertura de boca de fisura (CMOD) y desplazamiento del punto de aplicación de la carga (V_I). Estas magnitudes se miden mediante celda de carga y transductores de desplazamiento (clip y LVDT) dispuestos en el tren de carga y el clip en la boca de la entalla mecánica (CMOD).

4. RESULTADOS

En las figuras 3 y 4 se muestran

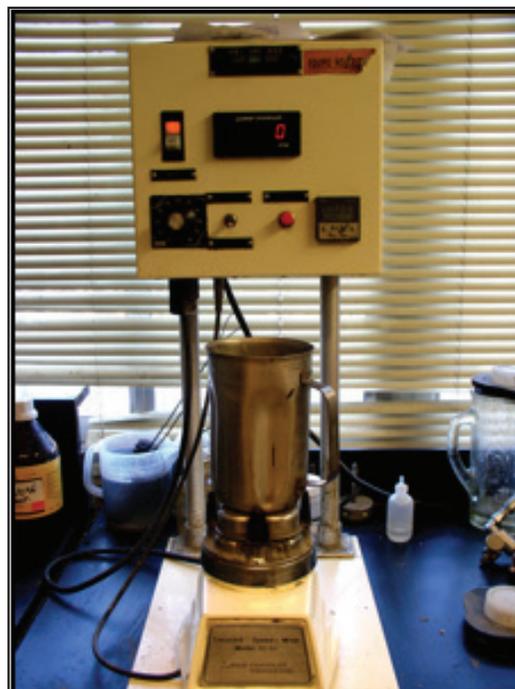


Figura 1: Dispositivo de mezclado para la elaboración de la pasta de cemento y aditivos.

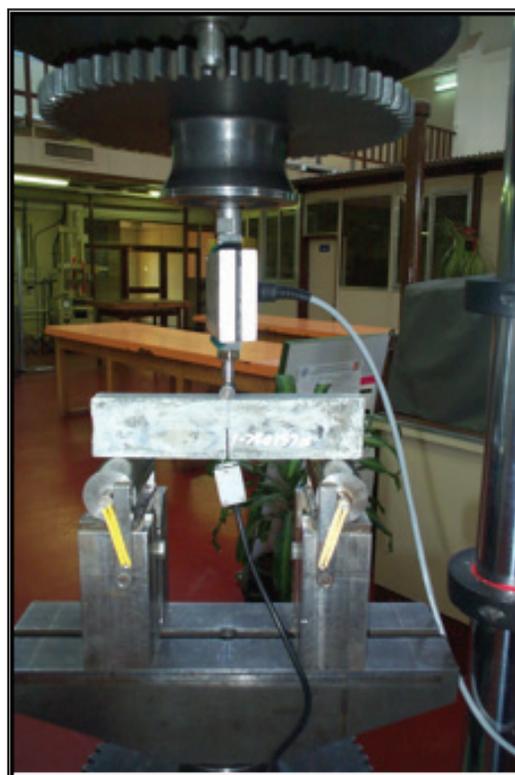


Figura 2: Dispositivo utilizado para ensayos de determinación de la tenacidad a la fractura de los cementos.

los resultados de los ensayos de tenacidad a la fractura de probetas de cementos reforzadas con fibras de

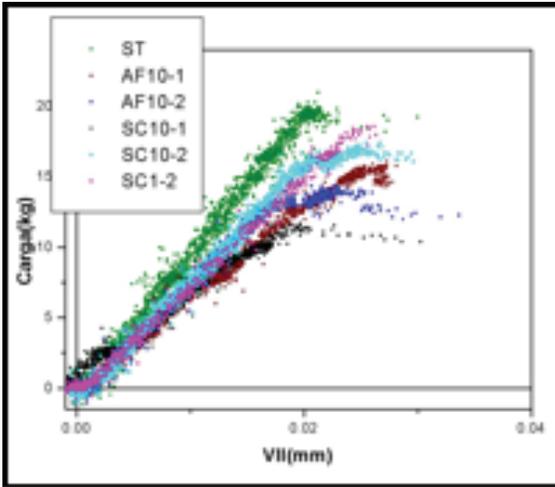


Figura 3: Registro Carga-desplazamiento obtenido en ensayos de cementos reforzados con fibras tratadas con surfactantes.

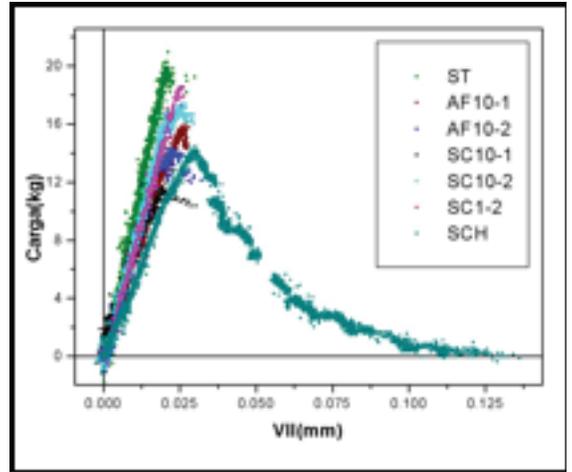


Figura 4: Registro Carga-desplazamiento obtenido en ensayos de cementos reforzados con fibras tratadas con surfactantes.

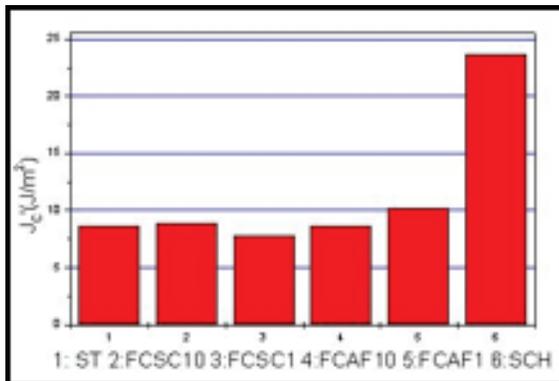


Figura 5: Tenacidad J_c de cementos reforzados con fibras tratadas con surfactantes.

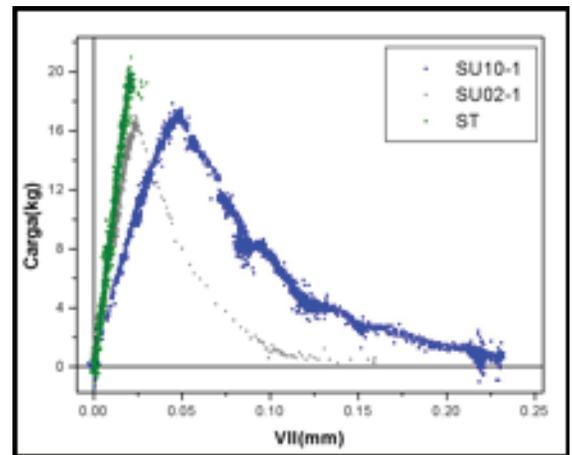


Figura 6: Registro Carga-desplazamiento obtenido en ensayos de cementos reforzados con fibras tratadas con H₂SO₄.

polipropileno tratadas con los surfactantes AQUA FREE y SC40.

Se ha observado que el tratamiento de las fibras con los surfactantes no produce un cambio sustancial en el comportamiento mecánico del compuesto. Hay una escasa variación en el módulo elástico y las cargas alcanzadas son análogas a las del compuesto con fibras sin tratar. Desde el punto de vista de la tenacidad de fractura medida como J_c , no hay mejoras de la tenacidad por el tratamiento con los surfactantes. Esto se muestra en la figura 5.

A pesar de ello el tratamiento con el surfactante SC40 arrojó algún resultado positivo al modificar el pro-

cedimiento, al tratar con el surfactante las fibras y sin secar incorporarlas a la pasta de cemento para formar el compuesto (SCH). Esto se vio reflejado en un incremento de J_c , respecto a los valores del compuesto con fibras ST.

El tratamiento con ácido sulfúrico induce un comportamiento de mayor absorción de energía y posible crecimiento subcrítico de fisura (figura 6). El incremento en concen-

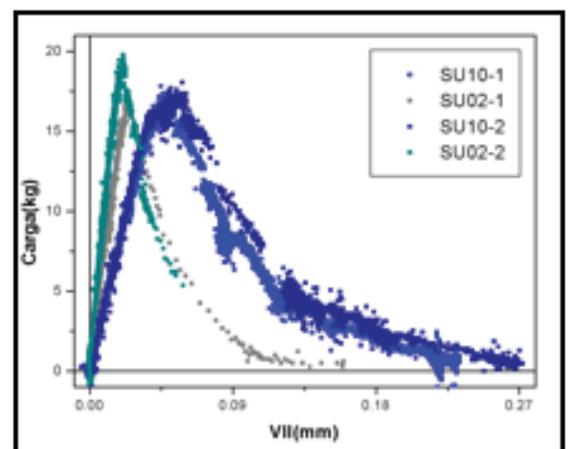


Figura 7: Registro Carga-desplazamiento obtenido en ensayos de cementos reforzados con fibras tratadas con H₂SO₄ (2 y 10 %).

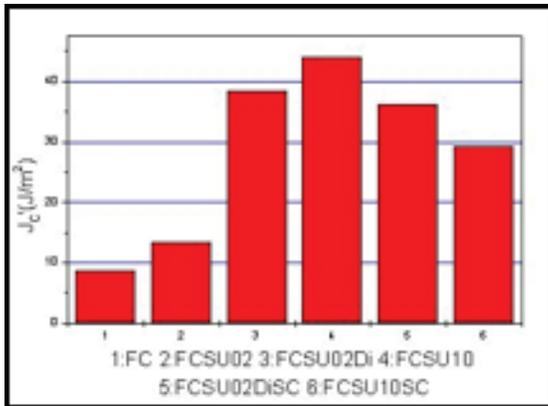


Figura 8: Tenacidad J_c de cementos reforzados con fibras tratadas con H_2SO_4 y surfactantes.

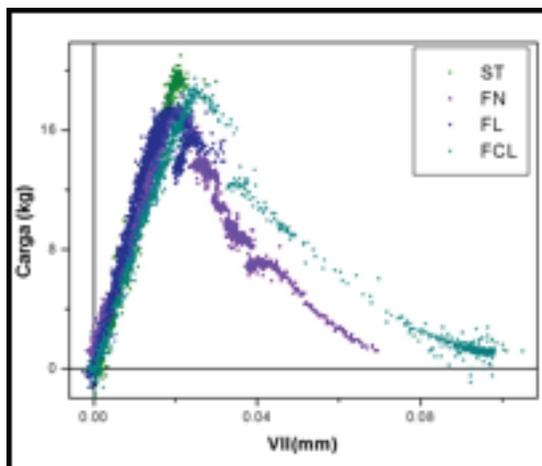


Figura 10: Registro Carga-desplazamiento obtenido en ensayos de cementos reforzados con fibras tratadas con H_2SO_4 (2%) y dicromato de potasio.

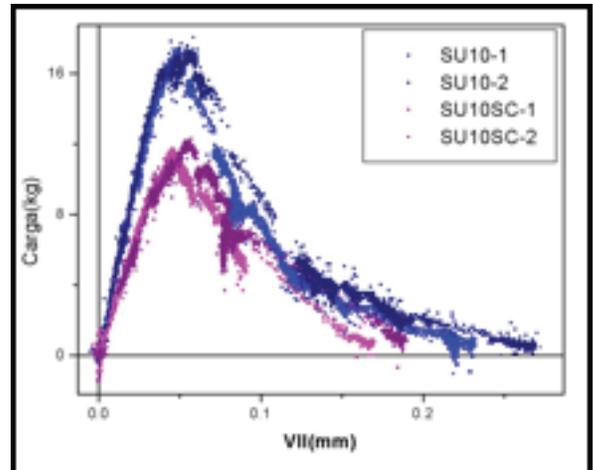


Figura 9: Registro Carga-desplazamiento obtenido en ensayos de cementos reforzados con fibras tratadas con H_2SO_4 (10 %) y surfactante SC-40.

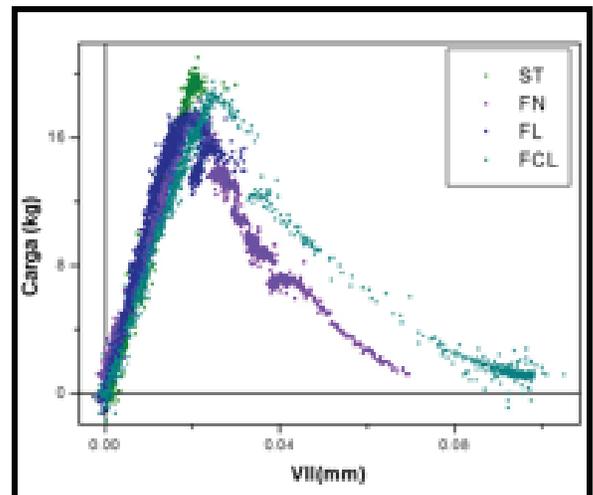


Figura 11: Registro Carga-desplazamiento obtenido en ensayos de cementos reforzados con fibras cortas (1/2"), largas (1"), de nylon y con látex.

tración de H_2SO_4 muestra un incremento en el área debajo de la curva P-VII, deduciéndose que el tratamiento con ácido redonda beneficiosamente en cuanto a propiedades mecánicas (figura 7). En general, las probetas tratadas con la participación de H_2SO_4 presentan valores de J_c superiores a los del material con fibras sin tratar (figura 8). El incremento de J_c es mayor, cuanto mayor la concentración de H_2SO_4 .

En la figura 9 se muestra que al incorporar SC al tratamiento con ácido sulfúrico se observa una peor respuesta mecánica indicando la inutilidad de este tipo de combina-

ción. En la figura 8 el J_c se ve disminuido respecto al material que presenta exclusivamente el tratamiento ácido.

En las probetas en que se realizó un tratamiento a las fibras con H_2SO_4 y Dicromato de Potasio, la incorporación de este último parece ser beneficiosa en cuanto al comportamiento P-VII. Esto puede verse comparando las figuras 10 y 8: desde el punto de vista de J_c , la incorporación del dicromato produce un incremento respecto al tratamiento con ácido sulfúrico al 2%.

Si bien el trabajo básico fue realizado con probetas preparadas según se describe en 2, el uso de las fibras de nylon (FN) también fue ensayado. Éste no dio lugar a un cambio sustancial en el comportamiento mecánico mostrando una respuesta similar a la obtenida con las fibras de polipropileno de 2,5 cm de largo (FL). En este tipo de ensayos mecánicos el mejor resultado lo arrojó el uso del compuesto con fibras cortas de 1,25 cm mezcladas con látex (FCL) (figura 11). Desde el punto de vista de J_c la tenacidad se ve incrementada por

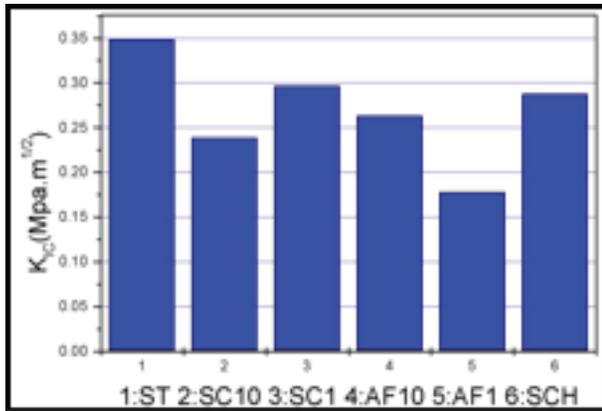


Figura 12: Tenacidad K_{IC} de cementos reforzados con fibras tratadas con H₂SO₄ y surfactantes.

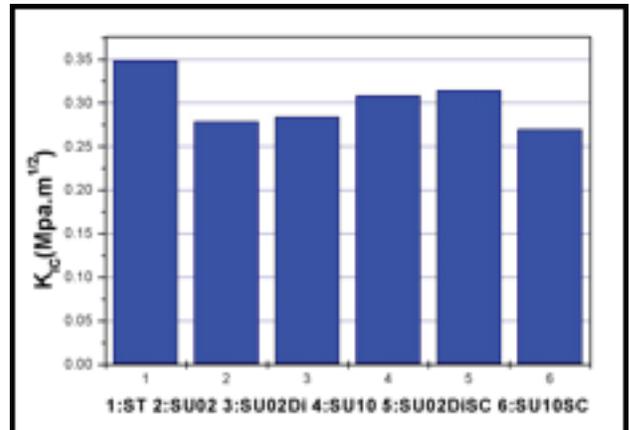


Figura 13: Tenacidad K_{IC} de cementos reforzados con fibras tratadas con H₂SO₄ y surfactantes.

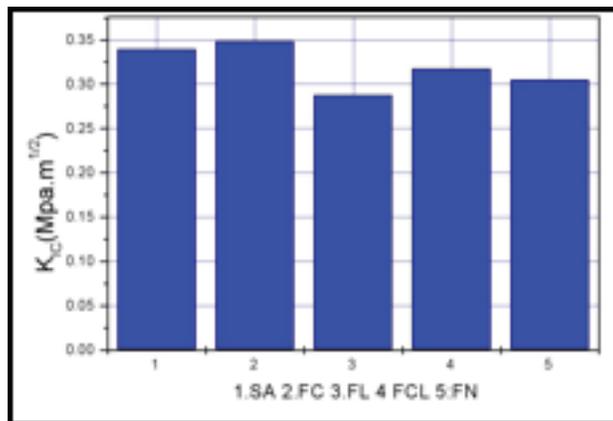


Figura 14: Tenacidad K_{IC} de cementos reforzados con fibras cortas 1,25 cm, largas 2,5 cm, de nylon y con látex.

un mayor largo de las fibras y también por la incorporación del látex.

Por último la incorporación del surfactante SC40 al compuesto reforzado con fibras tratadas con H₂SO₄ y dicromato de potasio no produce más mejoras al comportamiento mecánico respecto a las ya obtenidas con el tratamiento ácido. Puede observarse en la figura 8 que el J_c correspondiente a este tratamiento es menor al medido en el caso de fibras tratadas sólo con H₂SO₄ al 2 % y dicromato de potasio.

Desde el punto de vista del área debajo de la curva P-VII el tratamiento con H₂SO₄ en su mayor concentración (10%) es el que presenta mejor comportamiento. Esto se ve

reflejado en el mayor J_c obtenido en los ensayos mostrados en las figuras 6 y 7.

La evaluación de la tenacidad a la fractura desde el punto de vista de K_{IC} muestra que el tratamiento con surfactantes no arroja mejoras en las propiedades respecto al material base. Esto se representa en la figura 12. Se ve, al igual que con J_c, que el material SCH presenta una mejor respuesta mecánica.

En el caso del ataque con ácido sulfúrico, el K_{IC} no da cuenta de mejoras en la tenacidad de fractura como lo hace la evaluación con J_c (figura 13). Dado que K_{IC} es función de la carga máxima y longitud inicial de fisura, no se tienen en cuenta

la energía absorbida por el material una vez superada carga máxima.

Algo similar ocurre con los materiales FL, FCL y FN, en los cuales se observaba una carga soportada (cada vez menor) pasada carga máxima. Si analizamos la figura 14 notamos que el incremento en tenacidad que se había observado en J_c no se hace evidente al evaluar la tenacidad como K_{IC}.

Los estudios de las propiedades mecánicas se complementaron con observaciones en el microscopio electrónico de barrido a fin de analizar el efecto de los tratamientos químicos sobre las superficies de las fibras. Las fibras poliméricas que no tenían ningún tratamiento (ST) pre-

sentan una superficie exterior lisa, casi sin rugosidad y algunas estriaciones transversales al eje de la fibra (figura 15) posiblemente producto del proceso de fabricación (extrudado). En las fibras tratadas con H_2SO_4 (2%) encontramos estriaciones más marcadas (figura 16) sin una variación significativa de la rugosidad. En este caso el ataque parece simplemente haber profundizado e incrementado la estriación transversal, incipiente en el caso de las fibras ST.

Las tratadas con una concentración del 10% se ven con una rugosidad más marcada y el daño superficial que presentan es en el sentido

longitudinal de las fibras. En este caso parece haber un efecto adicional al notado con el ataque del sulfúrico a 2% (estriaciones o rugosidad en el sentido longitudinal) (figura 17). Asumimos que las marcas transversales se observan aleatoriamente (en algunas fibras) mientras que las marcas longitudinales son sistemáticas, producto del ataque efectuado.

Las interfaces fibra-cemento fueron también observadas en el microscopio electrónico de barrido. La foto de la figura 18 corresponde a una micrografía de la interfase fibra de polipropileno no tratada y la matriz de cemento. Se ve, en general,

una muy pobre o nula interacción mecánica entre ambas. Asimismo y con este mismo medio de observación, la misma no parece variar significativamente con las fibras atacadas con ácido sulfúrico (figura 19). No obstante en estas últimas se nota mayor daño superficial, indicativo quizás de mayor roce y abrasión, un mecanismo importante de disipación de energía. También se observan partículas de cemento sobre las superficies de las fibras expuestas a diferencia de las fibras ST que también puede ser indicativo de mayor interacción fibra-matriz.

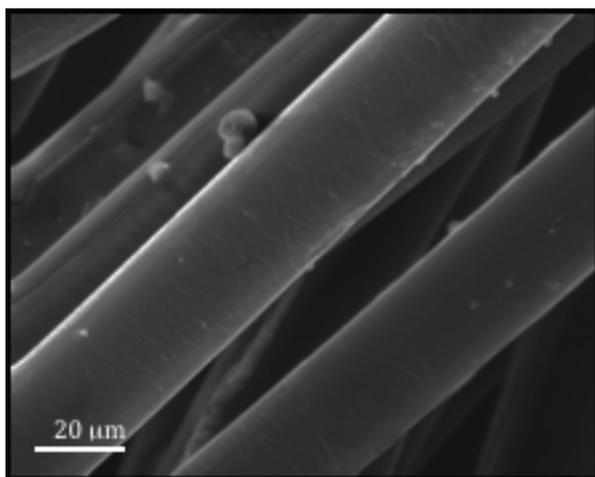


Figura 15: Micrografía de fibras de polipropileno sin tratamiento (600x).

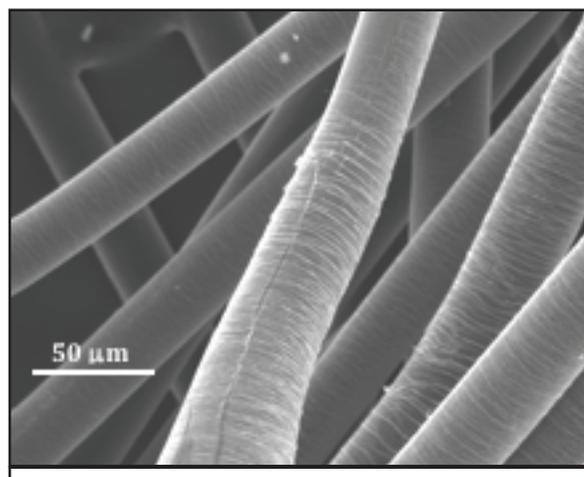


Figura 16: Micrografía de fibras de polipropileno tratadas con H_2SO_4 al 2% (320x).

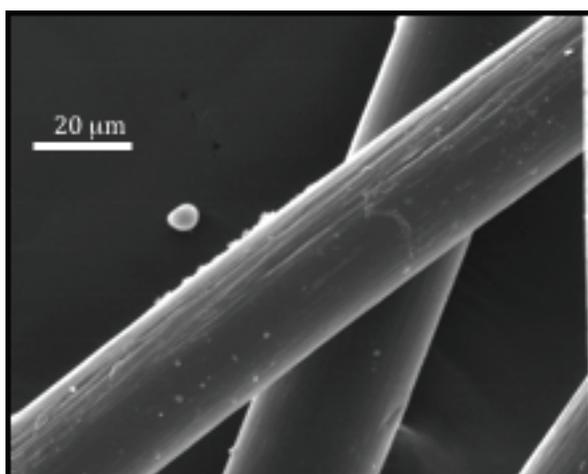


Figura 17: Micrografía de fibras de polipropileno tratadas con H_2SO_4 al 10% (640x).

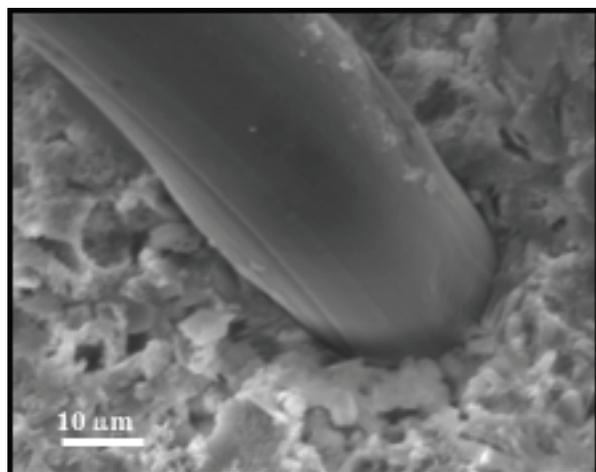


Figura 18: Micrografía de la interfase entre las fibras de polipropileno sin tratar y el cemento (1120x).

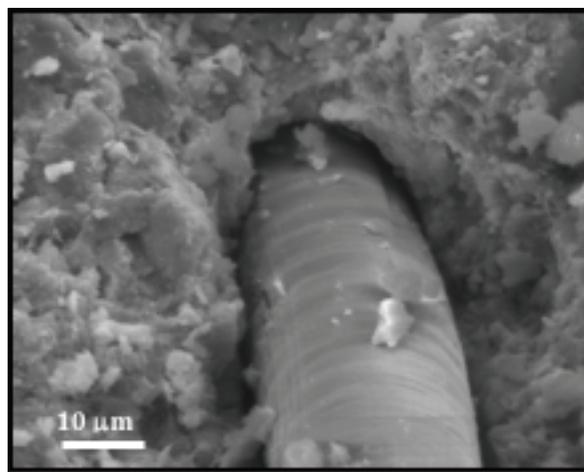


Figura 19: Micrografía de la interfase entre las fibras de polipropileno tratadas con H₂SO₄ al 10% y cemento (1120x).

5. DISCUSIÓN

Asumiendo que en los ensayos mecánicos realizados se inicia la fisuración en la matriz a valores cercanos a la carga máxima, la rama descendente de los registros carga-desplazamiento puede ser interpretada como la de propagación estable de la fisura, siendo el mecanismo de absorción de energía operante el de *bridging* y *pull-out* de las fibras. De hecho, al finalizar el ensayo la fisura se ha propagado a lo largo de todo el ligamento remanente a través de la matriz cementícea mientras que las fibras no han sufrido daño, sólo se han despegado de la matriz. Si se buscara un comportamiento óptimo del compuesto, en una contribución más efectiva de las fibras, éstas deberían operar antes y después de la iniciación de la fractura. Los ensayos mostrarían mayor alinealidad antes de alcanzar carga máxima y un descenso de la carga mucho menos pronunciado después de alcanzada ésta. Esto significa la necesidad de tener una unión fibra-matriz no sólo mecánica, también de tipo química. Los tratamientos empleados en este trabajo no parecen inducir una afinidad química sino un leve incremento en el roce mecánico, consumiendo más energía el *pull-*

out de la fibra por el incremento de la fricción. En este sentido creemos que futuros trabajos de investigación deberían encararse sobre el problema de afinidad química, utilizando algún reactivo que vincule a las fibras con los compuestos cementíceos por ejemplo: PVAC, Titanatos (orgánicos).

Por otro lado, dado el incremento de tenacidad con el tratamiento a mayor concentración de sulfúrico sería importante profundizar en el conocimiento del efecto del mismo a mayores concentraciones y tiempos de exposición en las propiedades a la fractura.

6. CONCLUSIONES

Las fibras de polipropileno proveen de un refuerzo al cemento que induce, en general, a cierto grado de crecimiento subcrítico de fisura. El mecanismo de absorción de energía fundamental es el de *bridging* y *pull-out*. No se observa rotura de fibras por lo que se asume que la adhesión de las fibras a la matriz es pobre. Se desarrollaron tratamientos químicos que buscan variar la morfología superficial de las fibras y de esa manera aumentar la superficie de contacto con la matriz: aumenta

la energía consumida por fricción. De estos tratamientos, el que mejor resultados arroja desde el punto de vista de propiedades mecánicas es el del ácido sulfúrico al 10%. Esta mejora se traduce en un incremento de valores de J_c respecto al sin tratamiento. La incorporación al tratamiento superficial del dicromato de potasio también parece inducir mejoras en propiedades, no así el surfactante SC40. Se plantea como trabajos futuros profundizar en el conocimiento del efecto del tratamiento químico superficial con ácido sulfúrico e indagar en tratamientos que redunden en afinidad de tipo química fibra-matriz.

■ BIBLIOGRAFÍA

- A.P.I. Specification 10 (1990) Specification for Materials and Testing for Well Cement, 5th ed., American Petroleum Institute.
- ASTM E 1820 – 01 (2001) Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness.
- Banthia N., Sheng. J. (1996). Cement and Concrete Composites 18, 251-269.
- Bosma M. (1999). Society of Petro-

leum Engineers, SPE 56536.

Chan Y.W., Li V. (1997). Effects of Transition Zone Densification On Fiber /Cement Paste Bond Strength Improvement. *Advanced Cement Based Materials* 5, 8-17.

Cirimello P., Morris W., Pérez Ipiña J. (2003) Evaluación del comportamiento a la fractura de cementos petroleros. Jornadas SAM 2003.

Cirimello P., Morris W., Robles J., Pérez Ipiña J. (2004) Comportamiento mecánico de los cementos en operaciones de fracturamiento hidráulico. V Seminario SEFLU – CEMPO, PDVSA.

Li V., Stang H. (1997) Interface Property Characterization and Strengthening Mechanisms in Fiber Reinforced Cement Based Composites, *Advanced Cement Based Composites* 6, 1-20.

Peled A., Guttman H., Bentur A. (1992) Treatments of Polypropylene Fibres to Optimize their Reinforcing Efficiency in Cement Composites. *Cement and Concrete Composites* 14, 277-285.

Singh S., Shukla A., Brown R. (2004) Pullout behaviour of polypropylene fibres from cementitious matrix. *Cement and Concrete Research*.

■ GLOSARIO

En la industria hidrocarburífera la cementación de pozos productores es una operación que consiste en preparar y bombear una lechada de cemento al espacio anular existente entre la cañería de encamisado (*casing*) y las formaciones geológicas atravesadas por el pozo. La finalidad de la operación de cementado es la de generar un sello entre distintas

formaciones de interés (productoras de gas y petróleo) y acuíferos, puestas en comunicación durante la operación de perforación. Además se busca controlar la migración de gases, consolidar formaciones mecánicamente inestables, eliminar barros y residuos sólidos generados durante la perforación y proteger y ligar al encamisado.

Crecimiento subcrítico de fisura: La fisura crece mientras el material se encuentra sometido a carga externa, al remover la misma se detiene el avance de la fisura. Cuando se alcanzan condiciones de criticidad, la fisura crece en forma rápida (instantánea) y se produce la rotura del material.

Cementación de pozos: proceso que consiste en mezclar cemento seco y ciertos aditivos con agua para formar una lechada que es bombeada al interior del pozo. Constituye una barrera permanente e impermeable al movimiento de fluidos generando un aislamiento zonal.

Completación de pozos petroleros: conjunto de trabajos que se realizan en un pozo después de la perforación o durante la reparación para dejarlos en condiciones de producir eficientemente.

Tiempo de bombeabilidad (espesamiento): El tiempo de bombeabilidad de una lechada de cemento es el tiempo durante el cual la lechada de cemento puede ser bombeada y desplazada dentro del espacio anular (la lechada es bombeable durante este tiempo).

Punzado de pozos: disparo de cargas explosivas frente a una capa potencialmente productiva desde el interior del pozo: de esta forma se comunican los fluidos contenidos en la capa con el pozo.

Fracturación hidráulica o fractura hidráulica (comúnmente conocida en inglés como *hydraulic fracturing* o *fracking*): técnica para posibilitar o aumentar la extracción de gas y petróleo del subsuelo.

Fractura frágil: es aquella en la cual una fisura se propaga en forma rápida con muy poca deformación plástica en su vértice.

■ APÉNDICE

K_{IC} es uno de los parámetros que caracteriza la resistencia al crecimiento de fisura de un material y se lo denomina entonces tenacidad a la fractura o *fractotenacidad*. Un material es más tenaz (más resistente al crecimiento de fisura) cuanto mayor es su valor.

Otro parámetro cuya magnitud caracteriza el campo de tensiones en el vértice de la fisura es la integral J . El crecimiento de una fisura se producirá cuando el valor de la integral J tome un valor crítico J_c .

Ambos parámetros, K_{IC} y J_c están relacionados y se usa uno u otro para caracterizar la tenacidad a la fractura según que el análisis *fractomecánico* que se haga sea lineal-elástico o en el rango elasto-plástico dependiendo de las características de la fisura.

K_{IC} y J_c pueden ser obtenidos a partir de ensayos de medición de tenacidad de fractura, en particular en un ensayo de flexión en tres puntos. En este ensayo, a una muestra de determinadas dimensiones y a la que se le efectúa una entalla previa al ensayo se le aplica una carga como está esquematizado en la figura 20.

Durante el mismo se realiza un registro continuo de la carga aplicada en función de la apertura de la boca de la fisura (CMOD, designado

en la figura w por razones de claridad) y del desplazamiento del punto de aplicación de la carga (VII, indicado en la figura como δ por razones de claridad). Estas magnitudes se miden mediante celda de carga y trasductores de desplazamiento (clip y LVDT) dispuestos en el tren de carga y el clip en la boca de la entalla mecánica (CMOD). Formas típicas de las curvas que se obtienen son las que se presentan en las diversas figuras del trabajo.

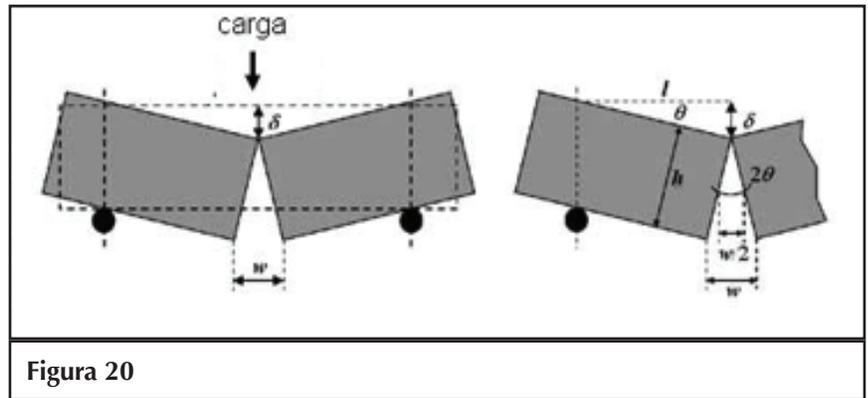


Figura 20

Trabajando con estas curvas pueden determinarse J_c o K_{Ic} de interés para caracterizar el comportamiento a la fractura de un dado material.

NANOTECNOLOGÍA E INGENIERÍA DE TEJIDOS

Palabras clave: Nanotecnología, Ingeniería de tejidos, sustitutos biológicos, regeneración de órganos.
Key words: Nanotechnology, Tissue engineering, Biological substitutes, Organs recovery.

El presente trabajo introduce los conceptos básicos y la aplicación de la nanotecnología en la ingeniería de tejidos. Ésta es una actividad que requiere conocimientos multidisciplinarios y en ella la ciencia de materiales tiene la primordial tarea de hacer posible las ideas y necesidades de la biología o la medicina en su búsqueda de sustitutos biológicos que mantengan, mejoren o restauren la función de órganos y tejidos en el cuerpo humano. El desarrollo de innovadores materiales modernos para aplicaciones médicas permitió, específicamente en las últimas décadas, contribuir sustancialmente al actual adelanto de la ingeniería de tejidos. Se discuten algunos ejemplos y se incluyen aspectos vinculados con el crecimiento celular y los cambios que se producen como consecuencia de las dimensiones nanométricas.

This paper introduces the basic concepts and the application of nanotechnology in tissue engineering. It is a multidisciplinary activity and the science of materials has the primary task of making possible the ideas and needs of biology or medicine in finding biological substitutes that maintain, improve or restore the function of organs and tissues in the human body. The development of modern innovative materials for medical applications allowed and, specifically in the last decades, contributed substantially to the current progress of tissue engineering. Some examples are discussed and include aspects related to cell growth and the changes that occur as a result of nanometric dimensions.

Javier I. Amalvy

Investigador Científico de la CICPBA.
Docente-Investigador de la Facultad Regional La Plata (UTN) y de la Facultad de Ingeniería (UNLP). Grupo de (Nano) Materiales Poliméricos INIFTA (CCT La Plata CONICET - UNLP) y Área Materiales Poliméricos CIDEPIINT (CIC - CCT CONICET La Plata).
E-mail: jamalvy@gmail.com

INTRODUCCIÓN

INGENIERÍA DE TEJIDOS

La ingeniería de tejidos y órganos o también llamada medicina regenerativa es una rama de la biomedicina relativamente nueva que involucra tanto a la biología, a la medicina, a la química, a la ciencia de los materiales y a la informática.

El objetivo de esta disciplina es la reparación de tejidos reproduciendo los mecanismos intervinientes en la renovación celular del organismo.

La ingeniería de tejidos se basa en el uso, de forma conjunta o separada, de tres elementos:

- Cultivo de células.

- Moléculas o grupos bioactivos (compuestos químicos que tienen un efecto o causan una reacción en el tejido vivo) que actúan enviando señales químicas (factores de crecimiento celular por ejemplo).
 - Estructuras soportes o andamios (*scaffolds en inglés*) que imitan la matriz extracelular (ECM, por sus siglas en inglés, Extra Cellular Matrix) del tejido.
- La figura 1 muestra el circuito

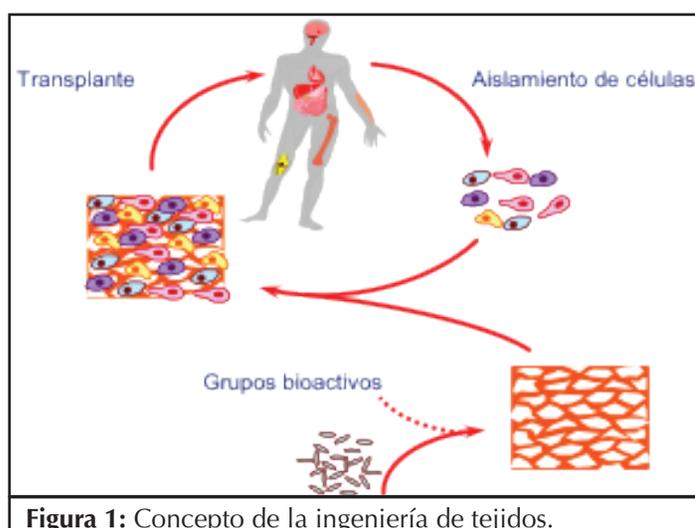


Figura 1: Concepto de la ingeniería de tejidos.

que acompaña al proceso de la ingeniería de tejidos. A partir de células aisladas del organismo se realiza un cultivo empleando un soporte o andamio y agregando moléculas activas. Luego del crecimiento celular se procede al implante.

En una forma más general el implante puede prepararse en otro organismo diferente del de origen de las células pudiendo emplearse células tanto de origen animal como humanas.

■ ANDAMIOS

Uno de los puntos clave en la regeneración de órganos o para la regeneración de parte de un tejido dañado es el de desarrollar estructuras 3D que sustituyan parte del órgano total o parcialmente o actúen como vehículo para transportar células y moléculas a lugares concretos del organismo. Estos soportes se construyen con materiales distintos en función de la estructura del órgano o tejido donde se vayan a implantar. Se pueden fabricar implantes (o estructuras) de diferentes materiales como metales, cerámicos, polímeros naturales o sintéticos y de compuestos formados por combinación de ellos. Los materiales más empleados son los polímeros por las características y versatilidad de los mismos.

De cualquier manera es necesario que esas estructuras cumplan con varios requisitos como:

1. Ser compatibles con el organismo, es decir, no generar rechazo ni daños.

2. Tener una determinada vida media para desarrollar su tarea. Esta duración puede ser más o menos larga. En el caso de las prótesis que reemplazan parte de un órgano tiene que ser permanente mientras que en otros casos puede tener una

duración limitada al tiempo necesario para realizar su función. En este último caso se suelen construir con materiales biodegradables que poco a poco se van "disolviendo" y van desapareciendo del organismo.

3. Aportar las prestaciones necesarias para realizar correctamente la función a la que van a ser destinados.

Esos andamios o soportes pueden fabricarse de diferentes formas con dimensiones micro o nanométricas (Bettinger et al.).

La nanotecnología permite, desde sus dos formas constructivas de nanomateriales (o materiales nanoestructurados), producir andamios adecuados para la ingeniería de tejidos "desde arriba" y "desde abajo" (figura 2). En el primer caso los mecanismos y las estructuras se miniaturizan a escala nanométrica. En el segundo caso se comienza con una estructura nanométrica como una molécula y mediante un proceso de montaje o auto ensamblado se crea una estructura mayor.

El gran impacto que tiene la nanotecnología en la ingeniería de tejidos se debe a que la matriz extracelular (ECM) es una red nanofibrilar (fibras con diámetros con tamaños nanométricos) compuesta de biomacromoléculas (moléculas con acción sobre los tejidos vivos) que rodean y soportan las células en los

tejidos. Desde el punto de vista estructural, la matriz extracelular tiene dimensiones características de una nanoestructura, que en este caso va de los 50 a 500 nm. Esa matriz posee características funcionales que permiten un mejor crecimiento celular.

En el campo de la ingeniería de tejidos se aplican varios métodos de fabricación también usados en otras áreas de la nanotecnología (los que no explicaremos en detalle en este trabajo ya que puede verse con amplitud en las referencias) como el autoensamblado de moléculas, la segregación de polímeros en nanofases, la litografía, el ataque químico selectivo y el electrohilado o "electrospinning" en inglés entre otros (Laurencin et al., 2008).

De las nanoestructuras posibles, las nanofibras son tal vez las más empleadas y pueden prepararse por autoensamblado, separación de fases o electrohilado. La figura 3 muestra algunos ejemplos de nanofibras preparadas por dos técnicas diferentes (Chen et al., 2004; Venugopal et al., 2008).

La más promisoría de las técnicas mencionadas es la de electrohilado. Esta técnica consiste en utilizar un gradiente de potencial para dirigir una solución de un polímero (figura 4) y permite obtener andamios de fibras al azar o alineadas (figura 5) (Zhang et al., 2009).

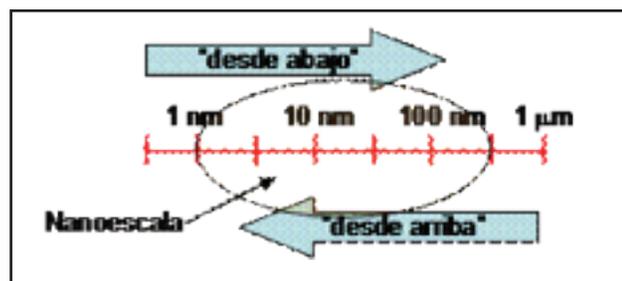


Figura 2: Diagrama esquemático de las formas desde abajo y desde arriba para alcanzar la nanoescala.

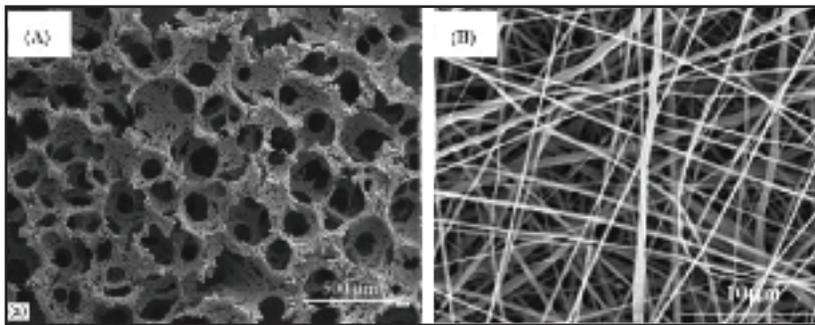


Figura 3: Imágenes de microscopía electrónica de barrido (SEM) de (A) nanofibras interconectadas con macroporos esféricos preparadas por técnica de separación de fases y (B) nanofibras preparadas por "electrospinning".

El hueso natural es un material compuesto formado por aproximadamente 30% de una matriz y 70% de un mineral rígido de tamaño nanométrico (figura 6). La matriz consiste de colágeno y de otros

compuestos orgánicos y la fase mineral está formada por cristales nanométricos de hidroxiapatita en forma de placas depositadas alrededor de las fibras proteicas (formadas por proteínas) (Zhang et al., 2009).

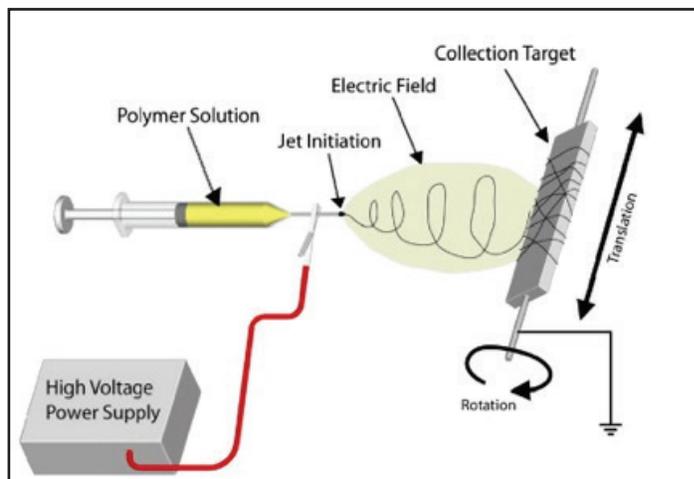


Figura 4: Esquema del método de "electrospinning" (Zhang et al., 2009).

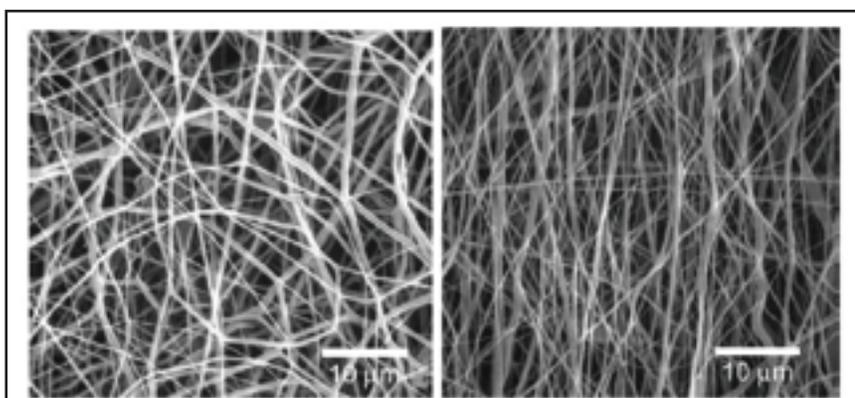


Figura 5: Fibras de poli(ácido glicólico) preparadas por el método de "electrospinning" orientadas al azar (izquierda) y alineadas (derecha) (Zhang et al., 2009).

Esta nanoestructura autoensamblada de la ECM en el hueso afecta favorablemente la adhesión, proliferación y diferenciación de las células. Los materiales nanoestructurados presentan por lo tanto una mejor biocompatibilidad, mejores propiedades mecánicas y eléctricas que los materiales convencionales. Esto se debe a las características únicas de los nanomateriales y en particular de las propiedades superficiales (topografía, naturaleza química, movilidad y energía superficial) debido al significativo incremento del área superficial comparada con los materiales convencionales. Existen diversas teorías sobre el mecanismo pero básicamente la mayor rugosidad, que permite un mayor anclaje, es responsable de la mejor regeneración ósea en nanomateriales (Zhang et al., 2009).

En el área de tejido vascular también se presentan características nanoestructurales debido a la presencia de colágeno y elastina en la ECM y los nanomateriales prometen ser útiles para mejorar funciones de las células vasculares y específicamente las endoteliales y células musculares lisas (células uninucleadas, delgadas y aguzadas en los extremos) para inhibir trombosis e inflamaciones severas.

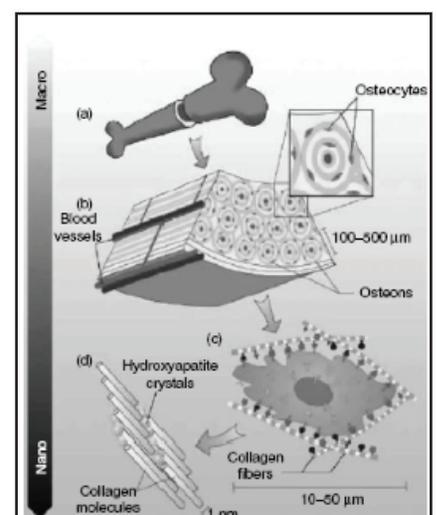


Figura 6: Nanoestructura jerárquica del hueso.

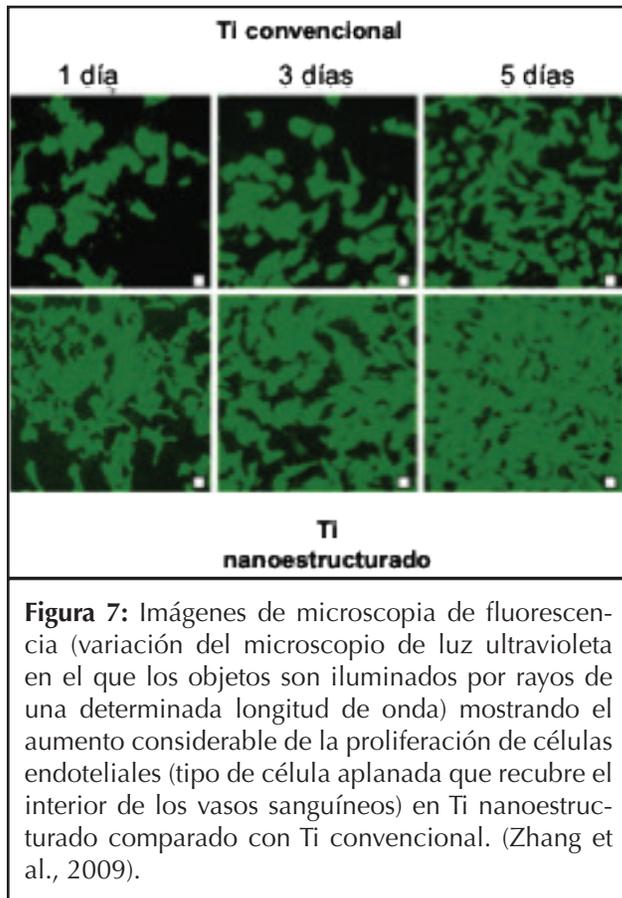


Figura 7: Imágenes de microscopía de fluorescencia (variación del microscopio de luz ultravioleta en el que los objetos son iluminados por rayos de una determinada longitud de onda) mostrando el aumento considerable de la proliferación de células endoteliales (tipo de célula aplanada que recubre el interior de los vasos sanguíneos) en Ti nanoestructurado comparado con Ti convencional. (Zhang et al., 2009).

Choudhary y colaboradores (2007) han reportado que la adhesión y proliferación celular se ven mejoradas en nanoestructuras de Ti cuando se compara con Ti convencional (figura 7).

Además, se observó una mayor síntesis de elastina y colágeno comparada con células musculares lisas. Uno de los eventuales problemas en el uso de *stents* vasculares es el crecimiento excesivo de células musculares lisas comparado con el de células endoteliales por lo que el uso de *stents* nanoestructurados podría aumentar la probabilidad de endotelización. Se especula que la nano-rugosidad y por ende el incremento de la superficie contribuye a esta situación favorable.

También en el área de tejido nervioso la nanotecnología puede ayudar a reparar nervios dañados. Los nanocompuestos formados por

nanofibras y nanotubos de carbono (tubos con diámetros en escala nanométrica) permiten desarrollar andamios con citocompatibilidad y conductividad excepcionales propiedades de suma importancia en tejidos nerviosos. Se ha reportado que el uso de nanotubos de multi-pared purificados (tubos formados por más de una pared que han sido sometidos a un proceso de purificación) aumenta la transferencia de señales eléctricas (Lovat et al., 2005).

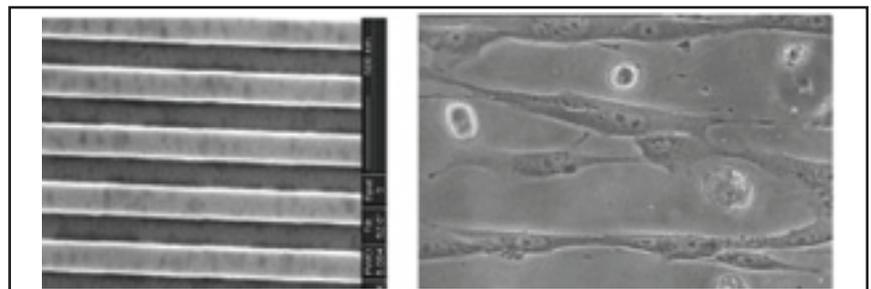


Figura 8: Efecto de la nanoestructura superficial ("nanopatrones") en el crecimiento de células (PMMA, 48 h) (200x). Adaptado de referencia Engel et al. (2008).

En ingeniería de tejidos blandos como la vejiga, la nanotecnología es promisoría para lograr una más eficiente regeneración del tejido debido a una rugosidad similar a las superficies biológicas, a una alta energía superficial y a una adsorción selectiva de proteínas (Harrington et al., 2008).

En un enfoque diferente se han empleado nanopartículas para modificar propiedades de tejidos naturales. Mondalek et al. (2008) han empleado nanopartículas de poli(ácido láctico-co-ácido glicólico) para modificar las propiedades de la submucosa de intestino delgado (membrana que se encuentra entre la mucosa y la capa muscular del intestino) de cerdo. Mediante la elección adecuada de las nanopartículas se reduce la permeabilidad, lo que puede mejorar el proceso de regeneración del tejido en la vejiga.

■ RESPUESTA CELULAR A LA NANOESTRUCTURA

Cabe preguntarse ahora cuál es la respuesta de la célula a la nanoestructura. Engel y colaboradores (2008) han reportado el efecto de la nanoestructura sobre la orientación de la célula que permitiría controlar el crecimiento celular. La figura 8 muestra cómo las células se orientan según el patrón de líneas de poli-metacrilato de metilo de 200 nm de ancho.

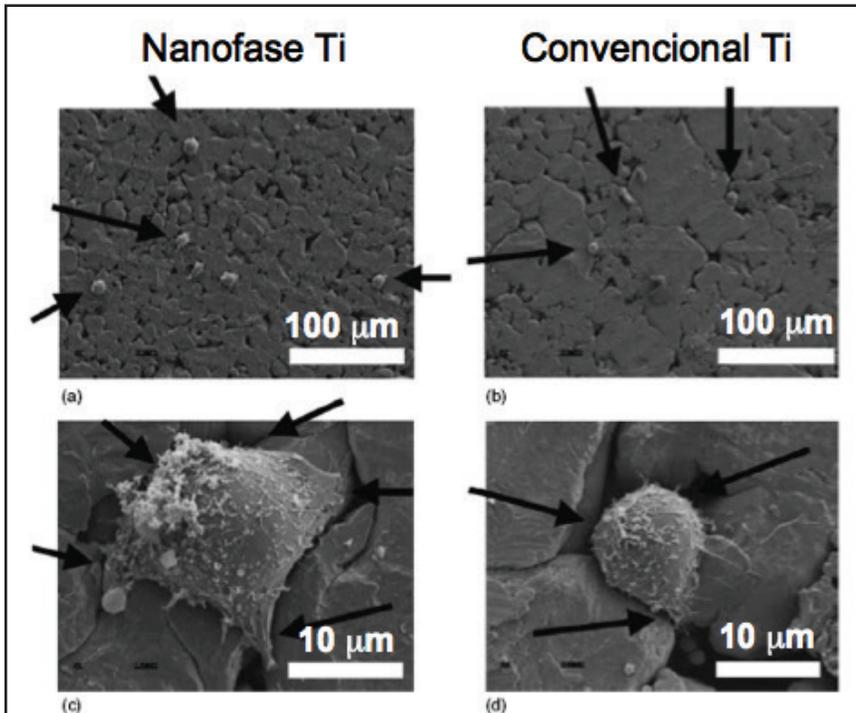


Figura 9: Imágenes de microscopía electrónica de barrido mostrando la adhesión de osteoblastos sobre fases de Ti de tamaño nanométrico. Las flechas indican células (imágenes superiores) y áreas de protrusión (desplazamiento anormal) de células en bordes de grano (imágenes inferiores) (Webster et al, 2004).

por regiones discretas denominadas granos y los límites físicos se denominan bordes) en la superficie de la nanofase de Ti comparado con el Ti convencional y que los osteoblastos se adhieren en los límites de las partículas metálicas podría explicar el mayor crecimiento sobre nanometales. También se ha comprobado que el aumento de la rugosidad (y por ende la superficie expuesta) juega un papel importante en la adhesión (Ejiofor et al., 2004).

Se ha reportado también efectos sobre la morfología celular. Así Gutwein y Webster (2002) han estudiado el efecto de la presencia de nanopartículas de alúmina sobre el crecimiento de osteoblastos (figura 10).

■ PERSPECTIVAS FUTURAS

La ingeniería de tejidos ha mostrado un gran interés en aplicar la nanotecnología por la capacidad de producir (mejores, más rápidamente etc). nanoestructuras similares a los tejidos naturales y el uso de nanopartículas para liberación de fármacos. Las estrategias en medicina regenerativa tienen hoy un enfoque

Por su parte se ha reportado cambios en la bioactividad. En este sentido Webster y colaboradores (2004) han estudiado la adhesión y actividad de osteoblastos (células del hueso) en Ti nanoestructurado y convencional (figura 9). El hecho de que haya más bordes de grano (los metales están formados

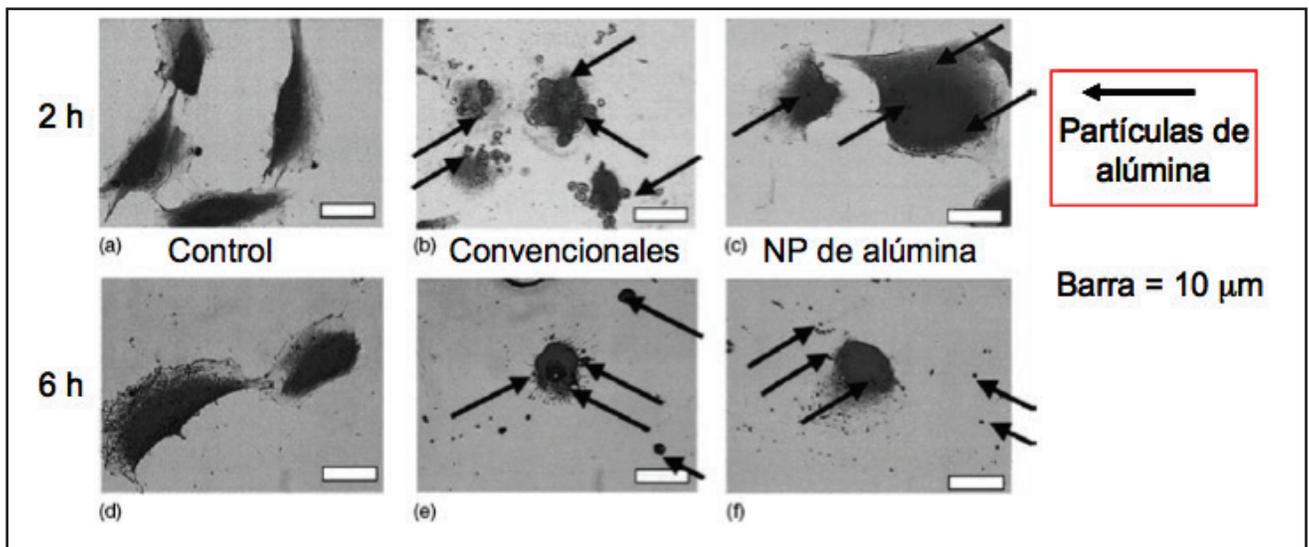


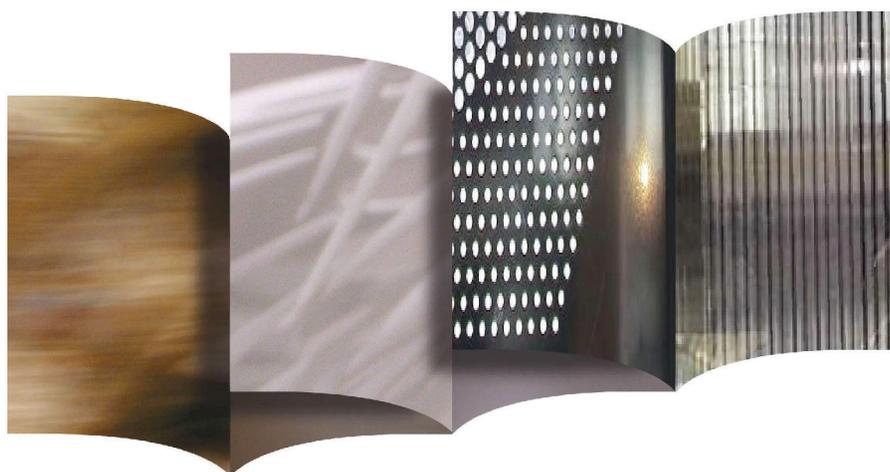
Figura 10: Efecto de la presencia de nanopartículas de alúmina sobre el crecimiento de osteoblastos. Morfología de osteoblastos sin partículas (a, d) en presencia de partículas convencionales (b, e) y en presencia de nanopartículas (c, f) a 2 y 6 horas de crecimiento (Gutwein et al., 2002).

convencional: el de cultivar células del paciente en andamios en un reactor y luego implantarlo en el paciente junto con factores de crecimiento. Sin embargo, esta forma tiene problemas de eficiencia. Una forma más efectiva sería desarrollar materiales inteligentes capaces de enviar señales para estimular el crecimiento celular. La nanotecnología es una herramienta poderosa en el camino de crear esos materiales inteligentes pero aún estamos lejos de alcanzar ese objetivo.

Un aspecto que aún queda por dilucidar es sobre la seguridad de esos nanomateriales en medicina regenerativa que aún está en discusión y se requieren estudios de inocuidad y/o toxicidad tanto durante la elaboración como durante la implantación. Las nanopartículas pueden entrar en el cuerpo a través de poros y los efectos son aún desconocidos.

■ REFERENCIAS Y LECTURAS COMPLEMENTARIAS

- Bettinger C.J., Borenstein J.T., Langer R. Micro- and Nanofabricated Scaffolds en *Principles of Tissue Engineering*, 3era Edición. (2007) Ed. Lanza R., Langer R., Vacanti J.P.
- Boland E.D., Wnek G. E., Simpson D., Pawlowski K. J., Bowlin G. L. (2001) *Journal of Macromolecular Science Pure & Applied Chemistry* 38, 1231.
- Chen V.J., Ma P.X. (2004) Nano-fibrous poly(l-lactic acid) scaffolds with interconnected spherical macropores. *Biomaterials* 25, 2065.
- Choudhary S., Haberstroh K.M., Webster T.J. (2007) Enhanced Functions of Vascular Cells on Nanostructured Ti for Improved Stent Applications. *Tissue Engineering* 13, 1421.
- Ejiofor J.U., Webster T.J. (2004) Bone cell adhesion on titanium implants with nanoscale surface features. *International Journal of Powder Metallurgy* 40, 43.
- Engel E., Michiardi A., Navarro M., Lacroix D., Planell J.A. (2008) Nanotechnology in regenerative medicine: the materials side. *Trends in Biotechnologies* 26, 39.
- Gutwein L.G., Webster T.J. (2002) Osteoblast and Chondrocyte Proliferation in the Presence of Alumina and Titania Nanoparticles. *Journal of Nanoparticle Research* 4, 231.
- Harrington D.A., Sharma A.K., Erickson B.A., Cheng E.Y. (2008) Bladder tissue engineering through nanotechnology. *World Journal of Urology* 26, 315.
- Laurencin C.T., Nair L.S. (2008) *Nanotechnology and Tissue Engineering. The Scaffold*. CRC Press.
- Lovat V., Pantarotto D., Lagostena L., Cacciari B., Grandolfo M., Righi M., Spalluto G., Prato M., Ballerini L. (2005) Carbon Nanotube Substrates Boost Neuronal Electrical Signaling. *Nano Letters* 5, 1107.
- Mondalek F.G., Lawrence B.J., Kropp B.P., Grady B.P., Fung K-M, Madhally S.V., Lin H-K (2008) The incorporation of poly(lactic-co-glycolic) acid nanoparticles into porcine small intestinal submucosa biomaterials. *Biomaterials* 29, 1159.
- Venugopal J.R., Low S., Choon A.T., Kumar A.B., Ramakrishna S. (2008) Nanobioengineered electrospun composite nanofibers and osteoblasts for bone regeneration. *Artif. Organs* 32, 388.
- Webster T.J., Ejiofor J.U. (2004) Increased osteoblast adhesion on nanophase metals: Ti, Ti6Al4V, and CoCrMo. *Biomaterials* 25, 4731.
- Zhang L., Webster T.J. (2009) Nanotechnology and nanomaterials: Promises for improved tissue regeneration. *Nano Today* 4, 66.



Desarrollo y gestión de proyectos científicos y tecnológicos innovadores

FUNINTEC es una organización sin fines de lucro creada por la Universidad de San Martín cuyo objetivo es promover y alentar la investigación, el desarrollo tecnológico y la transferencia de conocimientos a los sectores público y privado, sus empresas y en particular a las PyMES.

Dentro de los alcances previstos por la Ley de Innovación Tecnológica, funciona como vínculo entre el sistema científico tecnológico y el sector productivo.

CONTACTO:
www.funintec.org.ar

Fundación
Innovación
y Tecnología

FUNINTEC



UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN MARTÍN

El 98 por ciento de los doctores formados por el CONICET tiene empleo

Según un informe dado a conocer por este organismo científico acerca de la inserción de doctores, sólo un 1 por ciento de estos ex-becarios no tiene trabajo o no poseen ocupación declarada y un 10 por ciento posee remuneraciones inferiores a un estipendio de una beca doctoral.

Asimismo, proyecta que el 89 por ciento de los encuestados tiene una situación favorable en su actividad profesional, pero sobre todo asegura que más del 98 por ciento de los científicos salidos del CONICET consigue trabajo.

Los datos surgidos del estudio "Análisis de la inserción laboral de los ex-becarios Doctorales financiados por CONICET", realizado por la Gerencia de Recursos Humanos del organismo, involucró 934 casos sobre una población de 6.080 ex-becarios entre los años 1998 y el 2011.

Al respecto, en el mismo se considera que del número de ex-becarios consultados, el 52 por ciento (485 casos), continúa en el CONICET en la Carrera del Investigador Científico y Tecnológico.

De los que no ingresaron en el organismo pero trabajan en el país, sobre 341 casos, el 48 por ciento se encuentra empleado en universidades de gestión pública y un 5 por ciento en privadas; el 18 por ciento en empresas, un 6 por ciento en organismos de Ciencia y Técnica (CyT), un 12 por ciento en la gestión pública y el resto en instituciones y organismos del Estado.

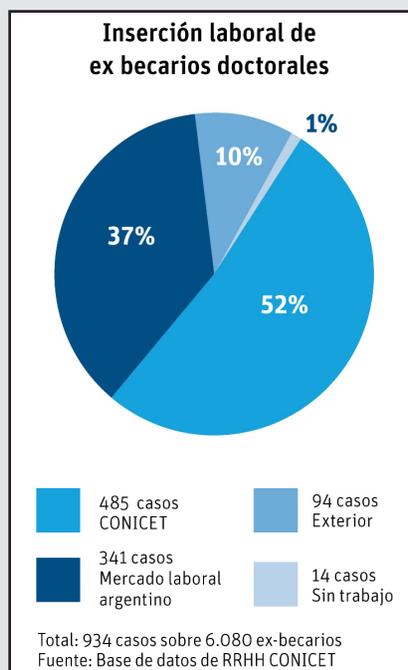
En tanto, en el extranjero, sobre 94 casos, el 90 por ciento trabaja en universidades, el 7 por ciento en empresas y el 2 por ciento es autónomo.

El mismo informe traduce que la demanda del sector privado sobre la

incorporación de doctores no es aún la esperada, pero está creciendo. La inserción en el Estado, si se suma a las universidades nacionales y ministerios, se constituye en el mayor ámbito de actividad.

Frente a ello, a los fines de avanzar en la inserción en el ámbito publico-privado el CONICET realiza actividades políticas de articulación con otros organismos de CyT, es decir, universidades, empresas, a través de la Unión Industrial Argentina (UIA), y en particular con YPF que requiere personal altamente capacitado en diferentes áreas de investigación.

Desde el CONICET se espera que en la medida que la producción argentina requiera más innovación, crecerá la demanda de doctores. Para cuando llegue ese momento el país deberá tener los recursos humanos preparados para dar respuestas. Es por ello se piensa en doctores para el país y no solamente doctores para el CONICET.



Programa +VALOR.DOC

Sumar doctores al desarrollo del país

A través de esta iniciativa nacional, impulsada por el CONICET y organismos del Estado, se amplían las posibilidades de inserción laboral de profesionales con formación doctoral

El programa +VALOR.DOC bajo el lema "Sumando Doctores al Desarrollo de la Argentina", busca vincular los recursos humanos con las necesidades y oportunidades de desarrollo del país y fomentar la incorporación de doctores a la estructura productiva, educativa, administrativa y de servicios.

A partir de una base de datos y herramientas informáticas, se aportan recursos humanos altamente calificados a la industria, los servicios y la gestión pública. Mediante una página Web, los doctores cargan sus curriculum vitae para que puedan contactarlos por perfil de formación y, de esta manera, generarse los vínculos necesarios.

Con el apoyo del Ministerio de Ciencia, Tecnología e Innovación Productiva, este programa tiene como objetivo reforzar las capacidades científico-tecnológicas de las empresas, potenciar la gestión y complementar las acciones de vinculación entre el sector que promueve el conocimiento y el productivo.

+VALOR.DOC es una propuesta interinstitucional que promueve y facilita la inserción laboral de doctores que por sus conocimientos impactan positivamente en la sociedad.

Para conocer más sobre el programa www.masVALORDoc.conicet.gov.ar.

MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO EN LA CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES

Palabras clave: Poder de resolución, magnificación, haz electrónico, imágenes electrónicas, microanálisis.
Key words: Resolving power, magnification, electron beam, electron images, microanalysis.

Después de una breve introducción sobre el desarrollo de la microscopía óptica se describen los conceptos básicos de poder de resolución, longitud de onda, resolución y magnificación de imágenes. Se detallan luego las características principales y ventajas de un Microscopio Electrónico de Barrido (SEM), de un Microscopio Electrónico de Barrido Ambiental (ESEM) y de un sistema de Microanálisis Dispersivo en Energía (EDS). Se muestran finalmente algunas micrografías típicas SEM y ESEM como ejemplos de que el uso de esas técnicas es actualmente indispensable para la investigación científica y aplicada en las Ciencias de Materiales y de la Vida.

After a short introduction about the development of optical microscopy, basic concepts such as resolving power, beam wavelength, image resolution and magnification are reviewed. The main characteristics and advantages of a Scanning Electron Microscope (SEM), an Environmental Scanning Electron Microscope (ESEM) and an Energy Dispersive Spectrometer (EDS) are later described. Some typical micrographs are finally shown as an example of how SEM and ESEM techniques have become at present an indispensable tool in both advanced research and routine analysis for Materials and Life Sciences.

■ INTRODUCCIÓN

Con buena iluminación y a 30 cm de distancia, el ojo humano puede distinguir dos puntos separados 0,1 mm. Este es llamado *poder de resolución del ojo humano*. Si los dos puntos estuviesen más cerca, nuestro ojo vería una única imagen borrosa. Instrumentos como la lupa o los microscopios ópticos pueden ser utilizados para *magnificar* esta distancia y permitir distinguir detalles separados por distancias mucho menores que el valor mencionado de 0,1 mm.

Con el microscopio óptico se puede *magnificar hasta 2000 veces* (2000x) el tamaño de un objeto y resolver detalles de hasta $0,2 \mu\text{m}$.

Este límite está dado por la naturaleza ondulatoria de la luz visible, ya que la física nos dice que en ningún instrumento se pueden resolver detalles más pequeños que la longitud de onda de la radiación con la que se está observando. En el caso de la *luz visible*, la longitud de onda más pequeña que puede detectar el ojo es precisamente, de $0,2 \mu\text{m}$.

■ Miguel Ipohorski¹ y Patricia B. Bozzano²

¹ Doctor en Física, Universidad Nacional de Cuyo.

Investigador Consulto de la Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA).

Profesor Titular de Caracterización de Materiales, Instituto Sabato CNEA- Universidad Nacional de San Martín (UNSAM).

ipohorsk@cnea.gov.ar

² Doctora en Ciencia y Tecnología, Mención Materiales, Instituto Sabato, Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA) – Universidad Nacional de San Martín (UNSAM).

Investigadora de CNEA, Jefe de la División Microscopía Electrónica, Gerencia Materiales.

Docente del Instituto Sabato CNEA-UNSAM

pbozzano@cnea.gov.ar

■ MICROSCOPIA ELECTRÓNICA

Para poder sobrepasar el límite de resolución de un microscopio óptico es necesario diseñar instrumentos que utilicen otras radiaciones diferentes a la luz visible para formar la imagen. En la década de 1920 diversos descubrimientos comprobaron que un haz de electrones acelerados en el vacío, además de recorrer trayectorias rectas, se comportaba también como una onda similar a la luz visible caracterizada por una longitud de onda 100.000 veces más pequeña.

Cuando las distancias se acortan, las cifras decimales después de la coma aumentan y por eso los microscopistas utilizamos el *micrón* (que abreviamos "µm") y el *nanómetro* (nm) como medidas de longitud. Un micrón es la milésima parte de un milímetro (10^{-6} metros) y un nanómetro (nm) es la millonésima parte de un milímetro (10^{-9} metros).

Más aún, se encontró que el comportamiento de los electrones frente a campos eléctricos y magnéticos era similar al de la luz visible en espejos y lentes. Precisamente, un haz de electrones acelerados por un alto potencial eléctrico (25.000 Voltios) constituye la fuente de radiación de un microscopio electrónico de barrido (SEM por Scanning Electron Microscope).

Un haz de electrones acelerados a 100 000 V, posee una longitud de onda de $\lambda = 0.0037 \text{ nm}$

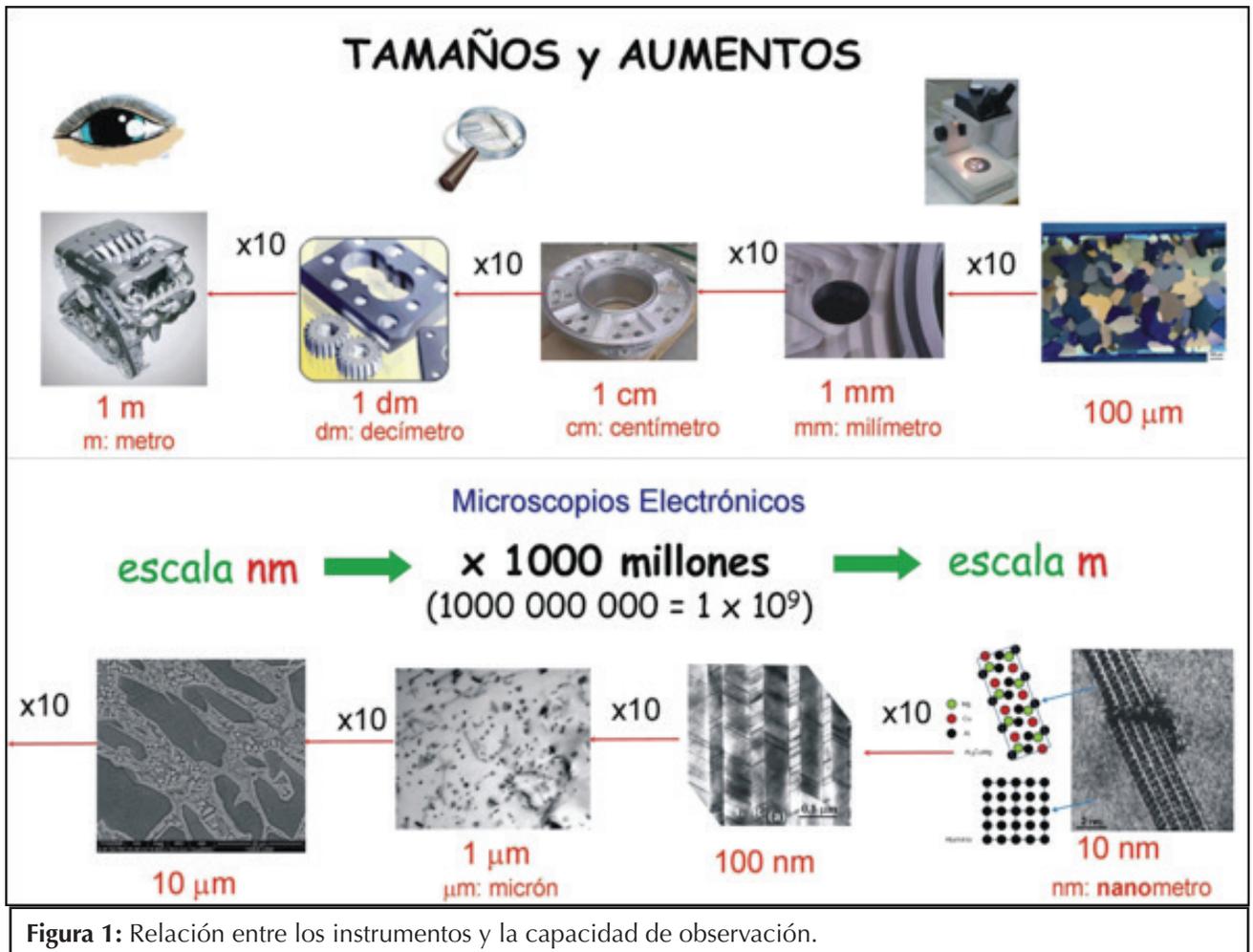


Figura 1: Relación entre los instrumentos y la capacidad de observación.

Si bien estos microscopios comenzaron a desarrollarse comercialmente alrededor de 1960, su performance y facilidad de operación fue mejorando continuamente. Un instrumento moderno permite observar muestras con una resolución de unos 4 nanómetros con magnificaciones de hasta 300.000x. Se pueden obtener así imágenes de todo tipo de materiales estructurales o de material biológico con un mínimo de preparación previa y observar directamente todo tipo de superficies con una gran *profundidad de foco*. Ésta es una característica privativa de los instrumentos electrónicos que permite la obtención de micrográficas en foco de superficies irregulares como una superficie de fractura.

Para esto solamente es necesario asegurar que las muestras sean limpias, secas, resistentes al alto vacío del instrumento y buenas conductoras eléctricas. Si se trata de observar un material no conductor, normalmente se recubren las muestras con una delgada capa metálica, p.ej. oro, o desecando previamente las muestras que tuviesen altos contenidos de vapor de agua.

Las continuas mejoras condujeron al desarrollo en la década de 1980 del denominado Microscopio Electrónico Ambiental (ESEM por Environmental Scanning Electron Microscope). En estos instrumentos avanzados se puede alterar el alto vacío alrededor de la muestra con una pequeña sobre-presión pudiéndose obtener imágenes electrónicas de resolución similar a la de un microscopio electrónico de barrido convencional. Este nuevo tipo de instrumentos permite entonces la observación de toda clase de muestras no conductoras, así como muestras biológicas hidratadas o contaminadas, superando las restricciones originales debidas al alto vacío exigido de la columna del microscopio.

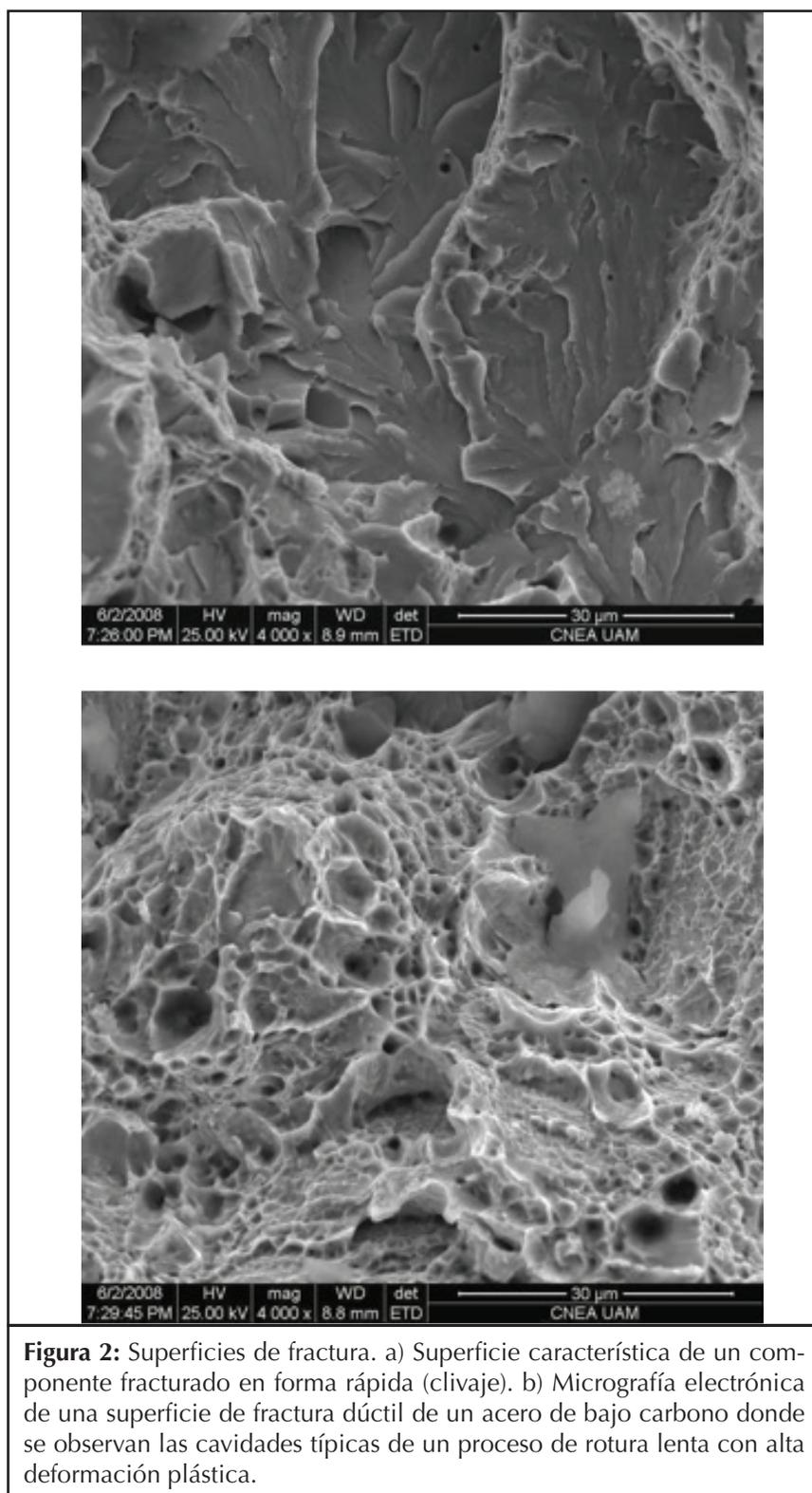


Figura 2: Superficies de fractura. a) Superficie característica de un componente fracturado en forma rápida (clivaje). b) Micrografía electrónica de una superficie de fractura dúctil de un acero de bajo carbono donde se observan las cavidades típicas de un proceso de rotura lenta con alta deformación plástica.

■ EL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO CONVENCIONAL

Las imágenes de un microscopio electrónico se obtienen mediante la detección, procesamiento y visualización

de las señales resultantes de las interacciones entre un haz de electrones de alta energía con la materia. Estas interacciones pueden proporcionar información sobre topografía, composición y estructura

La presión atmosférica normal es de 760 mm de Hg. Actualmente, se utiliza el Pascal (Pa) y la presión atmosférica expresada en esa unidad es igual a 100 000 Pa. La presión en la columna de un microscopio electrónico es aproximadamente $2.5 \cdot 10^{-5}$ Pa (0,000025 Pa). Luego, la cantidad de moléculas de aire es realmente pequeña y la probabilidad de que un electrón se encuentre con una de ellas prácticamente nula, permitiendo así obtener imágenes electrónicas con la máxima resolución.

cristalográfica. En esta sección se describirá el mecanismo de formación de las imágenes electrónicas y los principios que determinan su alto poder de resolución.

Todos los microscopios electrónicos de barrido constan de un cañón electrónico en una columna de alto vacío, del orden de 10^{-5} mm de Hg, en la cual se genera un haz de electrones de alta energía (5 - 30 kV). Este haz es colimado por una serie de lentes electrónicas y focalizado sobre la muestra analizada. Los detectores registran las señales originadas por la interacción entre el haz de electrones y la muestra, que son procesadas y visualizadas en el sistema final de observación (monitor o pantalla de computadora). El cañón electrónico es el primer componente de la columna del microscopio y es el que produce el haz de electrones. Consta de un filamento emisor de electrones que son luego acelerados por un ánodo polarizado positivamente a una tensión variable entre unos 5 y 30 kV. Actualmente existen diferentes tipos de cañones

electrónicos. El sistema original de filamento de tungsteno está siendo reemplazado por el cátodo de LaB_6 y el cátodo frío de emisión de campo (FEG). Los correspondientes diseños del cañón son ciertamente diferentes pero todos ellos constituyen la primera parte del sistema óptico electrónico que origina el haz de electrones. Este haz es luego colimado por una serie de lentes electrónicas y pequeñas aperturas hasta que es focalizado sobre la superficie de la muestra. Resulta intuitivo que el diámetro de este haz de electrones es uno de los factores que determina la resolución final de la imagen. Un sistema de bobinas desvía este haz de tal manera que una zona de la superficie de la muestra es continuamente explorada (scanning) y las señales resultantes son registradas por los detectores.

La parte final de la columna del microscopio electrónico es la cámara con cierre de vacío que contiene la platina donde se coloca la muestra. Un conjunto de controles externos permite desplazar esta platina

según los tres ejes **xyz** y variar su orientación según dos ejes de rotación. En esta cámara se colocan los detectores para registrar las distintas señales emitidas por la muestra.

■ FORMACIÓN DE IMÁGENES

En un microscopio electrónico de barrido la imagen se obtiene a partir de las señales emitidas por la muestra y se va formando a medida que el haz de electrones se desplaza sobre una porción de su superficie. Este barrido (*scanning*) se realiza línea por línea sobre una pequeña zona de forma rectangular (*raster*). Esta zona es la que se visualiza ampliada en la imagen final. A medida que el haz explora la muestra de esta manera la intensidad de la señal generada varía según el punto particular analizado en cada instante. La señal detectada puede ser entonces analizada y amplificada, tanto en su forma analógica como digital, y finalmente procesada convenientemente.

A diferencia de una imagen óptica, el microscopio electrónico de barrido no forma una imagen real del objeto sino que construye una imagen virtual a partir de alguna de las señales emitidas por la muestra. La imagen se visualiza en un tubo de rayos catódicos donde las bobinas de deflexión del haz están sincronizadas con el barrido del haz de electrones en el microscopio. Modulando la intensidad del haz del tubo de rayos catódicos se obtiene finalmente un registro punto a punto en la pantalla que es precisamente la imagen electrónica proporcionada por el microscopio. Actualmente la visualización se realiza en la pantalla de una computadora.

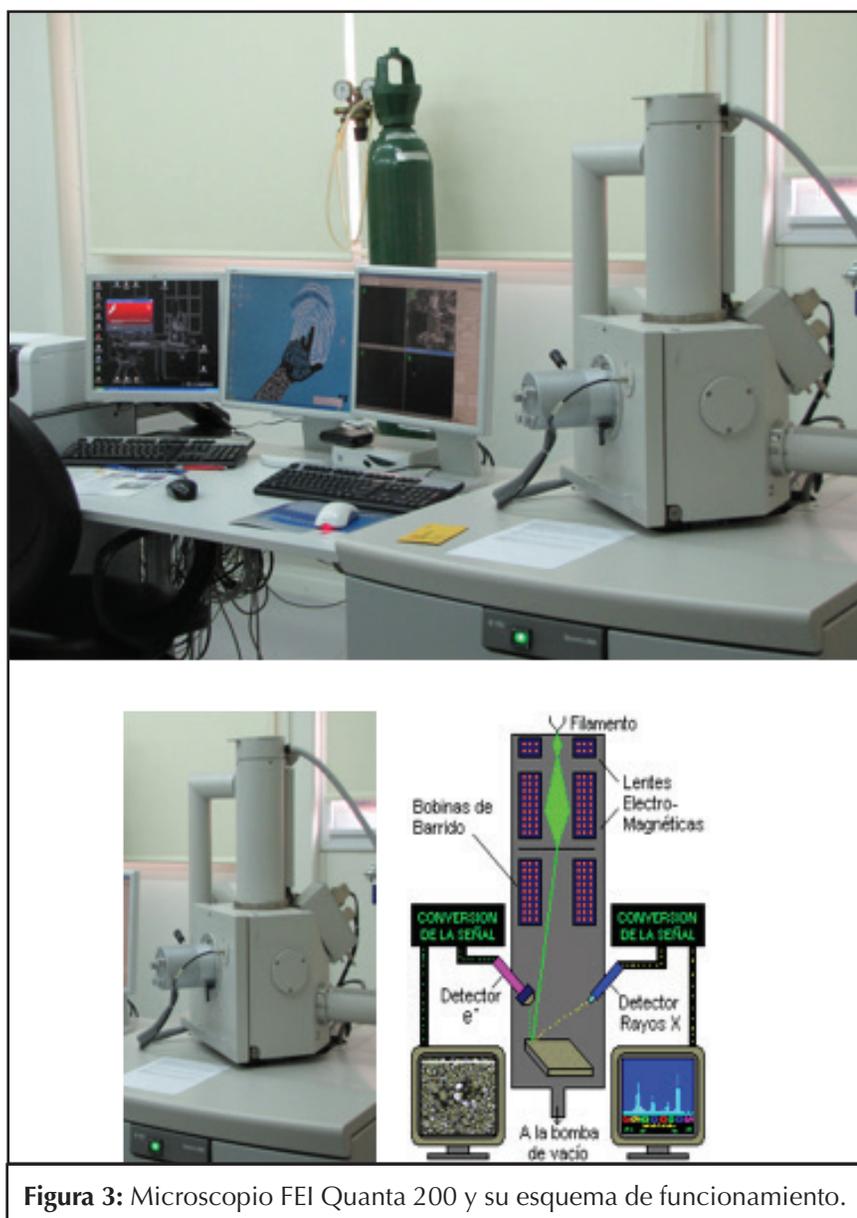


Figura 3: Microscopio FEI Quanta 200 y su esquema de funcionamiento.

■ LENTES ELECTRÓNICAS Y APERTURAS

Las lentes electrónicas (magnéticas) son las que desvían las trayectorias del haz de electrones de manera análoga a una lente óptica que desvía un haz de luz. Los electrones producidos por el filamento emisor son focalizados por el campo magnético de la lente electrónica. El objetivo del sistema óptico electrónico es proyectar sobre la muestra un haz de dimensiones mínimas.

Las lentes magnéticas, al igual que las lentes ópticas, presentan

aberraciones. La aberración esférica proviene del hecho que los rayos no paraxiales, los que forman ángulos mayores con el eje óptico del sistema, son más desviados que los rayos que forman pequeños ángulos con dicho eje. La aberración cromática proviene de los distintos ángulos de desviación de electrones que no tienen la misma energía. Debido a estas aberraciones no todos los electrones provenientes de la fuente convergen exactamente sobre el mismo punto de la muestra.

Las aperturas, que están centradas en el eje óptico del sistema,

limitan la divergencia angular y definen el diámetro final del haz de electrones sobre la muestra. También limitan los haces que forman altos ángulos con el eje óptico reduciendo de esta manera el efecto adverso de la aberración esférica. Para cada valor de la corriente del haz existe un diámetro óptimo de las aperturas para minimizar los efectos de las aberraciones sobre el diámetro final del haz.

A medida que el haz de electrones es focalizado por las distintas lentes, cada apertura elimina los electrones que se apartan del eje óptico mejorando el diámetro final del haz pero disminuyendo la intensidad del mismo. Es claro entonces que siempre existe un compromiso entre el tamaño final del haz sobre la muestra y la intensidad de la corriente electrónica. Aperturas más grandes y lentes menos potentes contribuyen a aumentar la intensidad de la corriente del haz pero a expensas de un aumento del diámetro final proyectado sobre la muestra. Para obtener imágenes de alta resolución se necesita un haz de sección mínima sobre la muestra.

Por otro lado, es necesario tener en cuenta que la información mediante la cual se forma la imagen en un microscopio electrónico de barrido proviene de variaciones de una dada señal. Para corrientes de haz bajas, las fluctuaciones estadísticas en su intensidad comienzan a influir en la calidad de la imagen y a cobrar importancia frente a las fluctuaciones de los detectores o amplificadores de la señal. Es decir que debajo de un cierto valor de la corriente o de la sección del haz, el ruido electrónico enmascara la mejora teórica de la resolución.

También es necesario aclarar que la corriente del haz electrónico, tal como se mediría después de la últi-

ma apertura del microscopio, es en realidad mayor que la corriente real que incide sobre la muestra. Esto es debido a la dispersión del haz por las moléculas de gas remanentes alrededor de la muestra. En el caso del microscopio SEM convencional, con una columna de alto vacío, el proceso de dispersión mencionado es mínimo pero no sucede lo mismo en un microscopio ambiental ESEM.

■ DIÁMETRO DEL HAZ - RESOLUCIÓN

La resolución es el parámetro que define la calidad de todo microscopio y se puede definir como la dimensión más pequeña que puede detectar o también como la mínima distancia entre dos puntos adyacentes a partir de la cual el instrumento proporciona una imagen definida de los dos puntos. La resolución se especifica en unidades de dimensión, nanómetros (nm) o unidades Ångström (Å) ($1 \text{ \AA} = 0,1 \text{ nm}$). Una mejor (*más alta*) resolución corresponde a un valor menor de esa dimensión.

El diámetro del haz de electrones que incide sobre la muestra es uno de los factores que determinan la máxima resolución de un microscopio electrónico. Es claro que un SEM no puede resolver detalles más pequeños que este diámetro. Con una adecuada combinación de la tensión de aceleración, corriente del haz y distancia de trabajo lente-muestra se pueden minimizar entonces las dimensiones del haz incidente. Otros factores que determinan la resolución dependen de la naturaleza de la muestra y el tipo de señal utilizada para obtener la imagen.

■ VOLUMEN DE INTERACCIÓN

Las señales que se utilizan para la obtención de la imagen provienen de un cierto volumen debajo de la superficie de la muestra. El haz de

electrones penetra una cierta distancia debajo de la superficie e interactúa con los átomos de la muestra a lo largo de su trayectoria. Las señales que se originan por estas interacciones provienen entonces del llamado **volumen de interacción**. La forma y dimensiones de este volumen son otros factores que determinan la resolución del microscopio. En la figura 4 se esquematiza la forma característica de este volumen y los tipos de señales generadas por la interacción electrón-muestra. Se puede ver que siendo las dimensiones de este volumen mayores que el diámetro del haz incidente son las que, finalmente, limitan el poder de resolución de un SEM.

■ TENSIÓN DE ACELERACIÓN DEL HAZ

La tensión de aceleración del haz, del orden de los 30 kV, determina la energía con la cual inciden los electrones sobre la muestra y por lo tanto las dimensiones del volumen de interacción. Los electrones de mayor energía pueden penetrar más en la muestra y pueden generar señales originadas a mayores profundidades. También la energía del haz primario determina la probabilidad de un tipo de interacción particular. Por un lado, un mayor volumen de interacción significa una peor resolución pero también para una mayor energía del haz las aberraciones de las lentes magnéticas son menores.

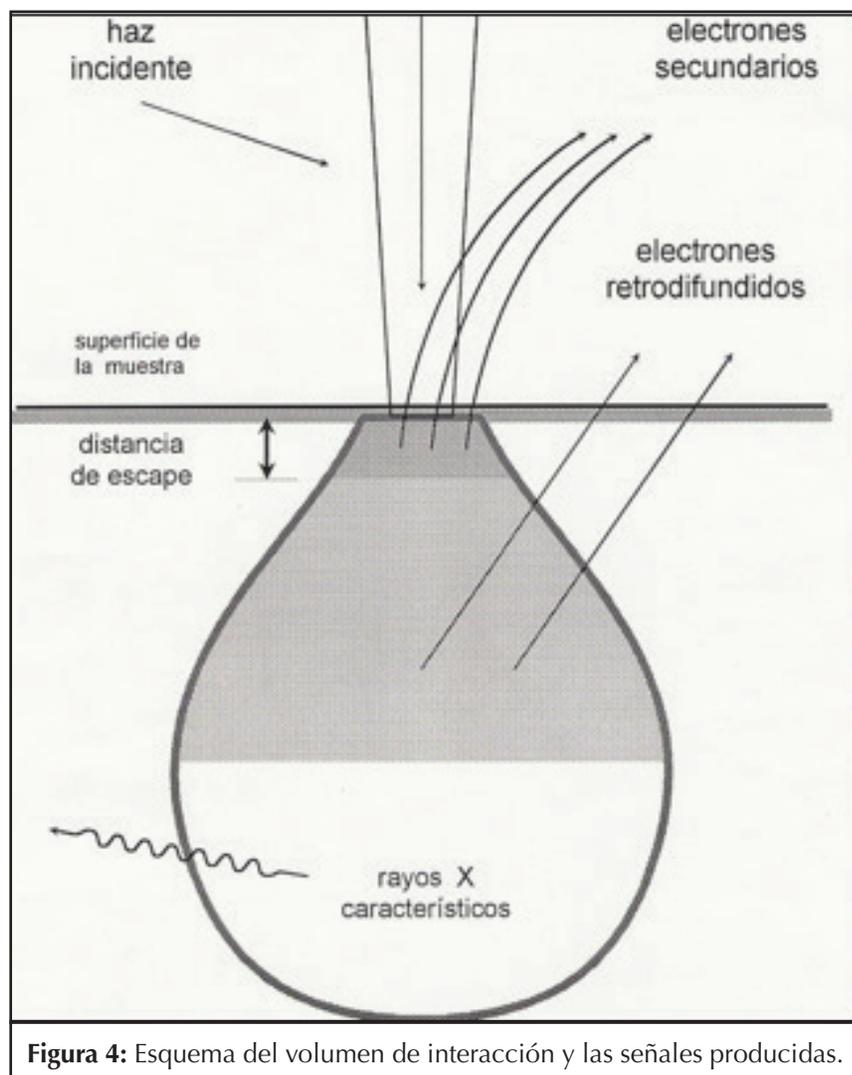


Figura 4: Esquema del volumen de interacción y las señales producidas.

Las condiciones particulares de la observación determinan cual de los dos efectos es el predominante.

■ COMPOSICIÓN DE LA MUESTRA

La composición de la muestra afecta tanto la profundidad como la forma del volumen de interacción. Muestras más densas o compuestas por elementos pesados tienden a reducir la penetración del haz y reducir además la distancia que pueden atravesar las señales generadas sin ser reabsorbidas por la muestra. El volumen de interacción tiende a ser más aplastado y de forma semejante a una semiesfera. Por el contrario, en muestras menos densas o compuestas por elementos livianos el volumen toma la forma característica de gota como se muestra en la figura 4.

■ SEÑALES

Como resultado de la interacción entre los electrones del haz incidente y los átomos de la muestra se originan electrones que salen de

la superficie y pueden ser detectados para formar una señal. Según su energía, se agrupan en retrodifundidos y secundarios.

■ ELECTRONES SECUNDARIOS Y RETRODIFUNDIDOS

Los electrones secundarios (Secondary Electrons) son electrones que han sido dispersados inelásticamente por la interacción de los electrones del haz incidente con la muestra. Están caracterizados por una energía baja del orden de los 20-50 eV. Dada esta baja energía, sólo pueden llegar a la superficie los originados en una pequeña zona contigua a la superficie de la muestra. Las pequeñas dimensiones de esta zona son las que permiten obtener las imágenes de máxima resolución.

Los electrones retrodifundidos (Backscattered Electrons) son los electrones del haz incidente que han sido dispersados en forma elástica por los átomos de la muestra. Su energía es próxima a la del haz incidente: 10-30 keV. Se originan en zo-

nas más profundas del volumen de interacción y la resolución espacial de las imágenes correspondientes es peor. Pero dada la fuerte dependencia de la emisión de electrones retrodifundidos con el número atómico Z , este modo de visualización permite detectar variaciones de la composición en distintos puntos de la muestra analizada. Zonas de mayor número atómico son más eficientes en la emisión de electrones retrodifundidos y aparecen por lo tanto más brillantes en la imagen.

■ OBTENCIÓN DE LAS IMÁGENES. INTERPRETACIÓN

El contraste de una micrografía en el modo de electrones secundarios (modo emisor) proviene de las variaciones en la topografía de la muestra. En efecto, la tensión aplicada entre la grilla del detector y la muestra favorece la recolección de electrones secundarios en bordes agudos puesto que el campo eléctrico es allí más intenso. Más electrones secundarios pueden ser colectados de una saliente o escalón de la muestra que de una depresión o

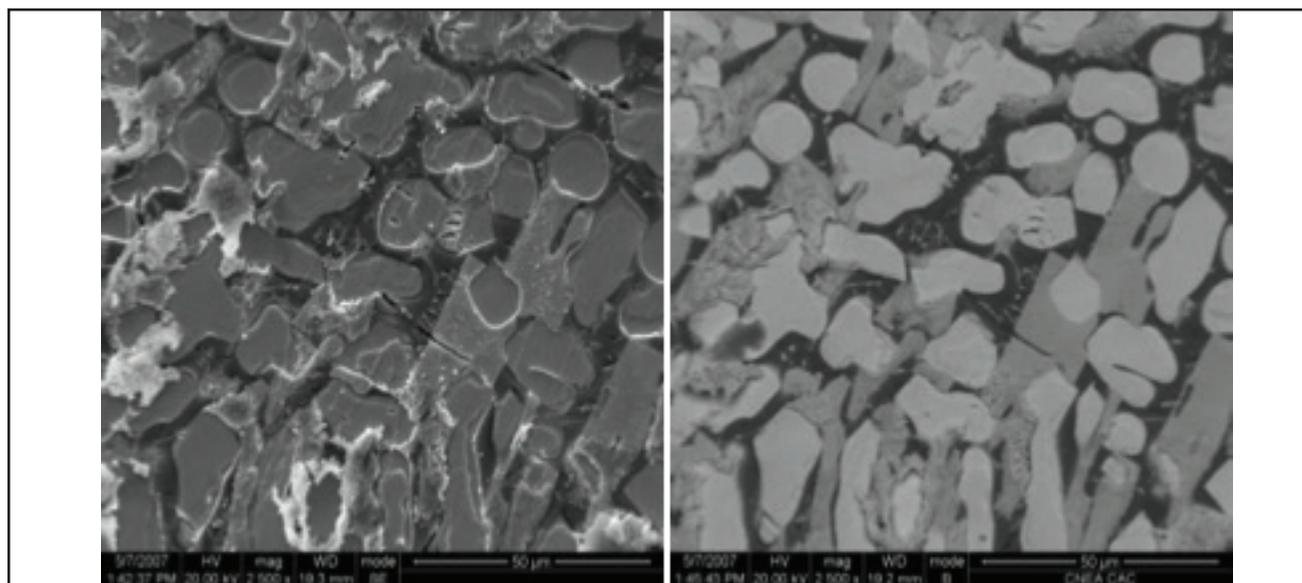


Figura 5: Sistema U – Mo - Al (Uranio, Molibdeno, Aluminio). La imagen de la izquierda corresponde a una micrografía de electrones secundarios donde la información sobre la topografía se aprecia con detalle. La micrografía de la derecha fue obtenida con el detector de electrones retrodifundidos donde la diferencia de contrastes está asociada a los diferentes pesos atómicos. Atención: Silvia N. Balart.

cavidad. Las salientes aparecen entonces más brillantes que las depresiones, hecho que hace que la interpretación de las micrografías sea inmediata. Las micrografías de SEM en el modo de electrones secundarios tienen entonces los mismos efectos de luz y sombra que una imagen óptica de la misma superficie (ver figura 5). En el modo emisivo los electrones secundarios emitidos por la muestra son acelerados hacia el detector por un potencial positivo de 250 volts aplicado entre la muestra y la grilla colocada frente al detector. El modo emisivo es el más utilizado puesto que en la mayoría de los casos interesa obtener imágenes definidas de detalles que no son visibles en un microscopio óptico.

En el modo de electrones retrodifundidos (modo reflectivo) el potencial de la grilla se lleva a cero y de esta manera sólo llegan al detector los electrones de alta energía retrodifundidos por la muestra. Las imágenes obtenidas con electrones retrodifundidos también aparecen como una micrografía óptica de la superficie pero son más contrastadas y presentan efectos de luz y sombra más definidos. Una superficie rugosa, p.ej. una superficie de fractura, aparece más contrastada con efectos más definidos de luz y sombra (figura 5). Este modo de observación se utiliza para detectar pequeños escalones o depresiones. Conviene aclarar finalmente que ambos modos son sensibles a las variaciones de la topografía de la superficie.

■ RESTRICCIONES DE LA MUESTRA

Para poder obtener imágenes electrónicas de una muestra en un microscopio electrónico de barrido convencional debe asegurarse que la muestra sea resistente y pueda conservarse en el entorno de alto vacío del microscopio y que tenga buena

conductividad eléctrica. Es claro que toda muestra metálica cumple con ambas condiciones. Este no es el caso de una muestra biológica o volátil. En estos casos se puede recurrir a un recubrimiento metálico o un proceso de deshidratación pero la observación de muestras de este tipo es generalmente un problema complejo. Además, la muestra no debe degradar el alto vacío de la columna ("vacuum friendly"). Cualquier alteración de la muestra que produzca vapores contaminantes puede dejar depósitos sobre los detectores o aperturas del sistema, degradando así la calidad de las imágenes.

Es también claro que siempre es necesario poder asegurar una buena conexión eléctrica entre la muestra y la platina del microscopio. En toda observación, el haz de electrones va cargando continuamente la muestra. Si la muestra es buena conductora, la carga eléctrica descarga a masa a través del portamuestras y la platina. Pero si la muestra es aislante o no existe una buena conexión eléctrica, las cargas se acumulan sobre la muestra y pueden llegar a desviar completamente el haz de electrones incidente. Para eliminar estos posibles efectos de carga, se recurre normalmente a un metalizado de la superficie de la muestra con una delgada capa de oro con lo que se asegura un continuo camino de descarga a tierra. Además, con un metalizado con elementos pesados se obtiene una mayor emisión de electrones secundarios y por lo tanto una mejor imagen. Este es un procedimiento normal en toda observación en un SEM. Solamente es necesario asegurar que la capa del recubrimiento metálico no afecte la estructura de la muestra observada, p.ej. que no cubra algún pequeño escalón o cavidad de la superficie. El efecto de carga eléctrica disminuye al bajar la tensión de aceleración del haz pero entonces empeora la

focalización del haz sobre la muestra disminuyendo por lo tanto la resolución de la imagen.

Varias de estas restricciones pueden ser sorteadas utilizando un microscopio electrónico de barrido ambiental, también llamado de presión variable.

■ EL MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO AMBIENTAL

(Environmental Scanning Electron Microscope ESEM)

Las primeras investigaciones que condujeron al desarrollo de un microscopio ambiental (ESEM) comenzaron en Australia al tratar de observar lana en su estado natural: fibras húmedas, contaminadas, no compatibles con un alto vacío y ciertamente no conductoras. Era necesario superar las dos limitaciones de un microscopio SEM convencional:

- 1) disminuir, aunque fuese parcialmente, el alto vacío de la columna en el entorno (environment) de la cámara donde se coloca la muestra.
- 2) desarrollar paralelamente un nuevo tipo de detector de electrones secundarios que pudiese operar en bajo vacío o en un entorno gaseoso.

En particular, el desarrollo del ESEM se basa en la separación de esta zona de alto vacío y la cámara donde se coloca la muestra. Mediante el sistema de aperturas limitadoras de presión (Pressure Limiting Apertures, PLA) la columna del microscopio se mantiene en alto vacío mientras que la cámara puede operar con una sobre presión de hasta ~ 50 mm de Hg. Este sistema es dinámico, dado que siempre habrá un flujo de gas (p.ej. aire) desde la cámara hacia la columna a través de las aperturas mencionadas. Este flujo está determinado por el diámetro

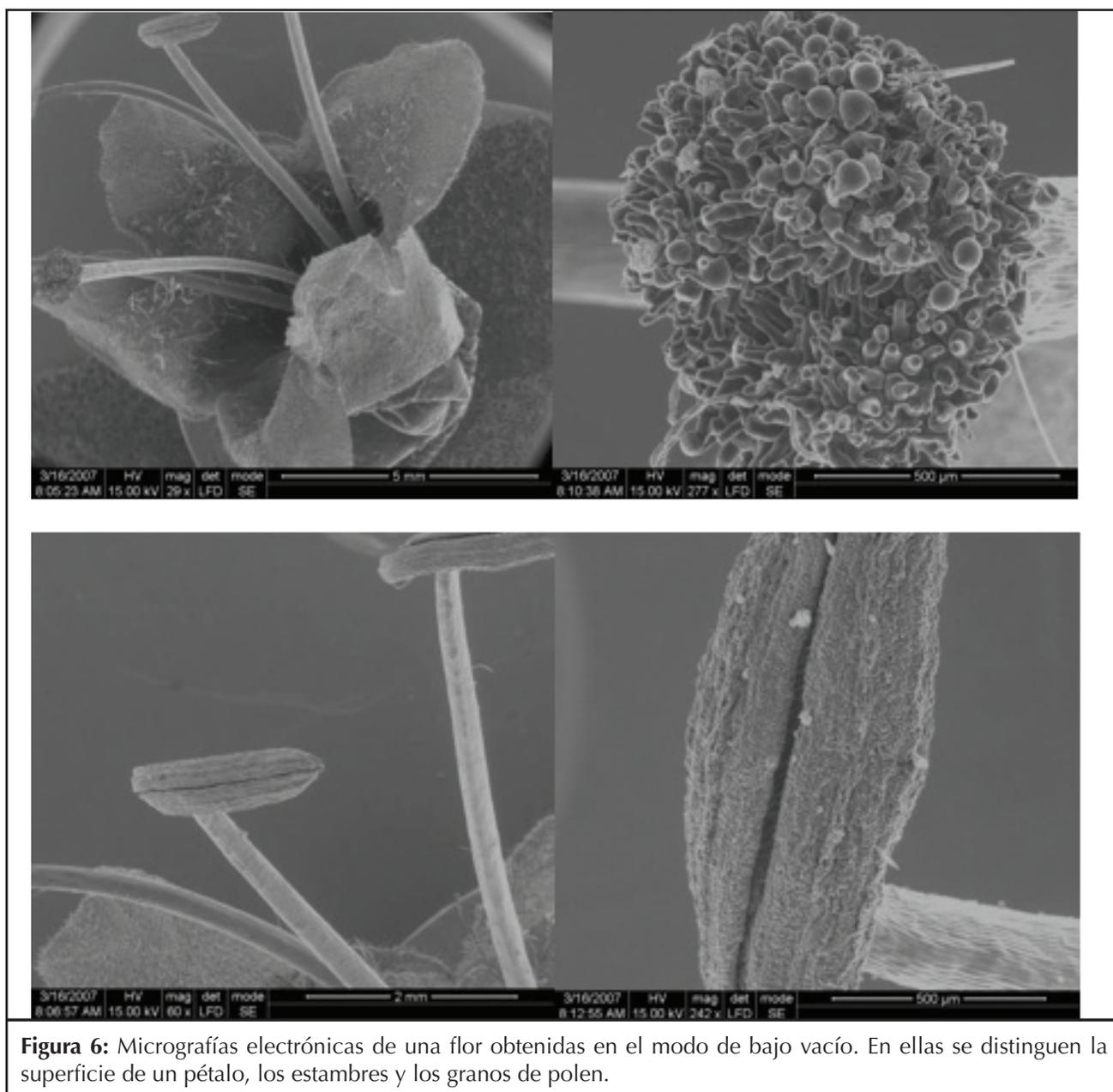


Figura 6: Micrografías electrónicas de una flor obtenidas en el modo de bajo vacío. En ellas se distinguen la superficie de un pétalo, los estambres y los granos de polen.

de las aperturas. La sobre presión de gas en la cámara se puede variar con una válvula controlada desde el exterior. Entonces, es posible observar todo tipo de muestras en una atmósfera controlada, inyectando un gas inerte, vapor de agua en el caso de muestras biológicas o cualquier gas compatible con las características propias y reactividad de la muestra.

■ MICROANÁLISIS DISPERSIVO EN ENERGÍAS DE RAYOS X

El análisis de los rayos X caracte-

rísticos emitidos por una muestra alcanzada por el haz de electrones de alta energía de un microscopio electrónico de barrido o una microsonda electrónica permite la identificación de los elementos que componen dicha muestra.

La identificación de estos elementos presentes se basa en la determinación de las energías E o de las longitudes de onda λ de los fotones X característicos emitidos. Ambas magnitudes caracterizan unívocamente la radiación emitida por los

elementos presentes en la muestra y están relacionadas por la expresión clásica:

$$E(\text{keV}) = \frac{12.398}{\lambda(\text{Å})}$$

Son dos las técnicas experimentales que se han desarrollado para ello. En el sistema de la Microsonda Electrónica de Castaing, desarrollada hace unas cinco décadas, se determina la longitud de onda de los fotones X haciendo incidir la ra-

diación sobre una familia de planos de un cristal de espaciado conocido d_{hkl} bajo un cierto ángulo de tal manera que se verifica la ley de Bragg

$$2 d_{hkl} \sin\theta = \lambda$$

existe un fuerte haz difractado para la radiación de longitud de onda λ cuya intensidad se puede determinar mediante un detector adecuado, generalmente un contador proporcional. Puesto que el análisis del fotón X emitido se basa en la determinación de su longitud de onda por técnicas de difracción este sistema se conoce como Microanálisis Dispersivo en Longitud de Onda (WDS Wavelength Dispersive Spectroscopy). Las características particulares de estas técnicas pueden consultarse en la bibliografía.

En el caso del Microanálisis Dispersivo en Energía (EDS Energy Dispersive Spectroscopy) los rayos X característicos emitidos por la muestra son detectados por un sistema que produce pulsos de altura proporcional a la energía de cada fotón incidente. Estos pulsos electrónicos son luego procesados por un analizador multicanal, y finalmente visualizados en un espectro que grafica la cantidad de pulsos en función de la energía característica de cada pulso. De esta manera, con el sistema dispersivo en energía, se pueden identificar rápidamente los elementos presentes en una muestra si su concentración es superior a $\approx 1\%$. El sistema EDS tiene una mejor eficiencia de colección de fotones X, permite la colección simultánea de todos los elementos presentes y es muy fácil de adosar a un microscopio electrónico de barrido.

Con la medición adicional de la intensidad de los rayos X característicos y procesos de cálculo adecuados también es posible analizar en

forma cuantitativa la composición de la zona analizada. La principal ventaja de las técnicas de microanálisis es el pequeño volumen de material que es analizado normalmente del orden del mm cúbico o 10^{-12} cm^3 . Suponiendo una densidad media de 7 g/cm^3 en el caso de un metal de transición, las técnicas mencionadas permiten analizar una cantidad de material igual a 7×10^{-12} gramos. Dado que las propiedades macroscópicas de los materiales dependen de su microestructura en

la escala del micrón es inmediato ver la importancia de poder analizar cantidades tan pequeñas. Otra de las ventajas de los dos sistemas es que el análisis es no destructivo y por lo tanto, utilizando la misma muestra, la información así obtenida puede luego ser complementada mediante otras técnicas.

■ MAPAS DE DISTRIBUCIÓN DE RAYOS X

Todo dispositivo de microanálisis

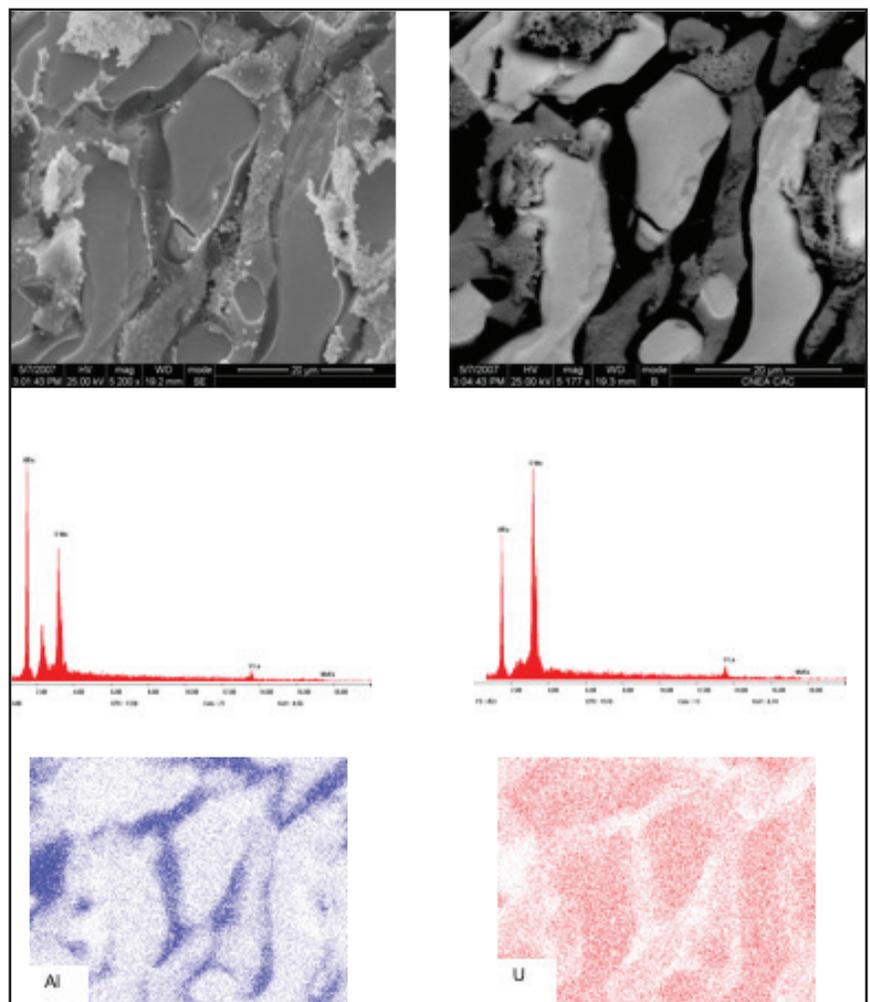


Figura 7: Micrográficas obtenidas con electrones secundarios, electrones retrodifundidos, espectros EDS de las diferentes zonas y mapeo de rayos X en una muestra de U- Mo - Al. Atención Lic. Silvia Balart

a) Micrografía obtenida con electrones secundarios. b) Micrografía obtenida con electrones retrodifundidos. Nótese la marcada diferencia de contraste. c) Espectro EDS obtenido de la zona rica en Al: zona oscura en la micrografía (b). d) Espectro EDS obtenido de la zona rica en U: zona brillante en la micrografía (b). e) Mapeo de Rayos X de Al. f) Mapeo de rayos X de U.

sis, tanto dispersivo en energía como en longitud de onda, permite la visualización de la distribución de un elemento dado en la zona observada de la muestra (Mapas de Rayos X o X-Ray Mappings). Mediante el sistema analizador es posible seleccionar un canal, denominado "ventana", coincidente con el pico de un elemento presente en la muestra. Durante el barrido de una zona de la muestra, el sistema electrónico modula la intensidad de la pantalla de observación con las señales provenientes solamente de la ventana seleccionada. Cada vez que el haz de electrones del microscopio incide sobre una zona de la muestra que contiene el elemento seleccionado aparecerá en la pantalla un punto brillante. El resultado final de un barrido completo será una distribución de puntos brillantes donde las zonas de mayor densidad de puntos corresponden a una mayor concentración del elemento. En la figura 7 se muestra un ejemplo donde se pueden observar las micrografías obtenidas con electrones secundarios, electrones retrodifundidos, los

espectros EDS de las diferentes zonas y el mapeo de rayos X en una muestra de uranio-molibdeno-aluminio (U - Mo - Al).

■ AGRADECIMIENTOS

Los autores desean agradecer especialmente a S. Adriana Dominguez y Gonzalo M. Zbihlej, técnicos del Laboratorio de Microscopia Electrónica de la Gerencia Materiales del Centro Atómico Constituyentes, CNEA, por toda su asistencia.

■ BIBLIOGRAFIA

Caneiro A., Serquis A., Montero R.J., Bozzano P.B. (2010) Del metro al nanómetro. ¿Qué tamaño tiene lo que vemos? ¿Y lo que no podemos ver?, http://www.cnea.gov.ar/pdfs/divulgacion/28_metro_nanometro.pdf

Echlin P. (2009) Handbook of Sample Preparation for Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis. Springer, New York.

Goldstein J.I., Newbury D.E., Joy D.C., Lyman C.E., Echlin P., E.Lifshin, Sawyer L., Michael J. (2007) Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis, Springer, New York, Third Edition.

Ipohorski M., Bozzano P.B., Versaci R.A. (2008) Microscopía Electrónica de Barrido. Instituto Sabato UNSAM-CNEA, IS/A - 78 / 08, Buenos Aires, Argentina.

Ipohorski M., Bozzano P.B., Versaci R.A. (1998) Microanálisis Dispersivo en Energía. Instituto Sabato UNSAM-CNEA, IT/A - 65 / 98, Buenos Aires, Argentina.

Stokes D. (2008) Principles and Practice of Variable Pressure / Environmental Scanning Electron Microscopy, Wiley.



34 CENTROS DE INVESTIGACIÓN PROPIOS, ASOCIADOS,
VINCULADOS O EN RED

INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA

CARRERA DEL INVESTIGADOR CIENTÍFICO Y TECNOLÓGICO

CARRERA DEL PERSONAL DE APOYO A LA INVESTIGACIÓN
Y DESARROLLO

PROGRAMA DE BECAS

- Becas de entrenamiento para alumnos universitarios
- Becas de estudio
- Becas de perfeccionamiento

SUBSIDIOS

- Para la Realización de Reuniones Científicas y Tecnológicas y Asistencia a Reuniones
- Para Publicaciones Científicas y Tecnológicas
- Para Proyectos de Investigación de Interés Provincial

INNOVACIÓN, TRANSFERENCIA TECNOLÓGICA Y CULTURA
EMPREDEDORA

PROGRAMA DE MODERNIZACIÓN TECNOLÓGICA

PROGRAMA EMPRECIC

CRÉDITO FISCAL

PROGRAMA DE FORMACIÓN DE FORMADORES EN
EMPREDEDORISMO

Ciencia
Tecnología
Innovación



comisionedeinvestigaciones.
cientificas

www.cic.gba.gov.ar

INSTRUCCIONES PARA LOS AUTORES

Revista CIENCIA E INVESTIGACION

Ciencia e Investigación, órgano de difusión de la Asociación Argentina para el Progreso de las Ciencias (AAPC), es una revista de divulgación científica y tecnológica destinada a educadores, estudiantes universitarios, profesionales y público en general. La temática abarcada por sus artículos es amplia y va desde temas básicos hasta bibliográficos: actividades desarrolladas por científicos y tecnólogos, entrevistas, historia de las ciencias, crónicas de actualidad, biografías, obituarios y comentarios bibliográficos. Desde el año 2009 la revista tiene difusión en versión on line (www.aargentinapciencias.org)

PRESENTACIÓN DEL MANUSCRITO

El artículo podrá presentarse vía correo electrónico, como documento adjunto, escrito con procesador de texto word (extensión «doc») en castellano, en hoja tamaño A4, a doble espacio, con márgenes de por lo menos 2,5 cm en cada lado, letra Time New Roman tamaño 12. Las páginas deben numerarse (arriba a la derecha) en forma corrida, incluyendo el texto, glosario, bibliografía y las leyendas de las figuras. Colocar las ilustraciones (figuras y tablas) al final en página sin numerar. Por tratarse de artículos de divulgación científica aconsejamos acompañar el trabajo con un glosario de los términos que puedan resultar desconocidos para los lectores no especialistas en el tema.

La primera página deberá contener: Título del trabajo, nombre de los autores, institución a la que pertenecen y lugar de trabajo, correo electrónico de uno solo de los autores (con asterisco en el nombre del autor a quién pertenece), al menos 3 palabras claves en castellano y su correspondiente traducción en inglés. La segunda página incluirá un resumen o referencia sobre el trabajo, en castellano y en inglés, con un máximo de 250 palabras para cada idioma. El texto del trabajo comenzará en la tercera página y finalizará con el posible glosario, la bibliografía y las leyendas de las figuras. La extensión de los artículos que traten temas básicos no excederá las 10.000 palabras, (incluyendo título, autores, resumen, glosario, bibliografía y leyendas). Otros artículos relacionados con actividades científicas, bibliografías, historia de la ciencia, crónicas o notas de actualidad, etc. no deberán excederse de 6.000 palabras.

El material gráfico se presentará como: a) figuras (dibujos e imágenes en formato JPG) y se numerarán correlativamente (Ej. Figura 1) y b) tablas numeradas en forma correlativa independiente de las figuras (Ej. Tabla 1). En el caso de las ilustraciones que no sean originales, éstas deberán citarse en la leyenda correspondiente (cita bibliográfica o de página web). En el texto del trabajo se indicará el lugar donde el autor ubica cada figura y cada tabla (poniendo en la parte media de un renglón Figura... o Tabla..., en negrita y tamaño de letra 14). Es importante que las figuras y cualquier tipo de ilustración sean de buena calidad. La lista de trabajos citados en el texto o lecturas recomendadas, deberá ordenarse alfabéticamente de acuerdo con el apellido del primer autor, seguido por las iniciales de los nombres, año de publicación entre paréntesis, título completo de la misma, título completo de la revista o libro donde fue publicado, volumen y página. Ej. Benin L.W., Hurste J.A., Eigenel P. (2008) The non Lineal Hypercycle. Nature 277, 108 – 115.

Se deberá acompañar con una carta dirigida al Director del Comité Editorial de la revista Ciencia e Investigación solicitando su posible publicación (conteniendo correo electrónico y teléfono) y remitirse a cualquiera de los siguientes miembros del Colegiado Directivo de la AAPC: abaladi@dna.uba.ar - nidiabasso@yahoo.com - miguelblesa@yahoo.es – xammar@argentina.com - sarce@cnea.gov.ar y con copia a secretaria@aargentinapciencias.org

Quienes recepcionen el trabajo acusarán recibo del mismo y lo elevarán al Comité Editorial. Todos los artículos serán arbitrados. Una vez aprobados para su publicación, la versión corregida (con las críticas y sugerencias de los árbitros) deberá ser nuevamente enviada por los autores.

