

EXÁMEN METALOGRAFICO

CONCEPTOS FUNDAMENTALES DE LA PREPARACIÓN

El examen estructural de los materiales y aleaciones por vía microscópica es una de las armas principales que posee el metalurgista, ya sea en investigación científica como en el control de la calidad de los materiales, teniendo en cuenta la conocida relación estructura – propiedades.

Pese a las nuevas técnicas e instrumental aparecidos durante los últimos tiempos, tales como el microscopio electrónico y el de emisión, el microscopio metalográfico óptico no ha sido desplazado en modo alguno y conjuntamente con los medios indicados y los Rayos X, puede dar un panorama bastante completo del estado estructural del metal o aleación en estudio.

La importancia de la observación micrográfica está dada por la influencia que ejercen los componentes químicos de una aleación que pueden encontrarse en forma de una solución sólida homogénea, en forma de un compuesto intermetálico de composición química definida, dispersa en el seno de una solución sólida, en forma de una mezcla eutéctica, etc.

Estos componentes reciben el nombre de constituyentes metalográficos y de sus proporciones, formas y estados dependen las propiedades físicas de una aleación. Por lo tanto, el desarrollo de la técnica que nos permite observar dichos constituyentes deberá ser objeto de un trabajo conciente y criterioso. El primer paso dentro de esta área técnica metalográfica será la zona micrográfica a estudiar y que deberá ser representativa del fenómeno a observar, teniendo en cuenta la forma, función y origen del material.

La obtención de una superficie perfectamente plana y pulido especular, nos permitirá llegar a conclusiones exactas y ello dependerá exclusivamente de la prolijidad y esmero con que se realice esa tarea, siguiendo las técnicas usuales.

La elección de los reactivos de ataque y de los aumentos a los que serán observados los distintos constituyentes, están dentro de las variables que juegan en un análisis metalográfico, como son la calidad de lo que se quiere observar y la dimensión apropiada de su magnificación para interpretar el problema que se desea estudiar.

Se puede concluir entonces, que el objetivo de la preparación de una muestra metalografía es la revelación de la estructura verdadera, llamando en teoría estructura verdadera a la cual no posea deformaciones, rayas, arranques de material, elementos extraños, aplastamientos, relieves, bordes redondeados y daños térmicos. Esto se logra con la realización de un método sistemático de preparación.

MÉTODO DE PREPARACIÓN:

Se divide en varias etapas:

- Selección y extracción
- Montaje (en caso de ser necesario)
- Esmerilado grueso - fino
- Pulido final.

SELECCIÓN Y EXTRACCIÓN:

Hay veces que una vez recibido el material es necesario seccionarlo o cortarlo en una forma determinada. Se trata de lograr superficies planas con la menor deformación posible. En general, los mejores resultados se obtienen con corte por abrasivo húmedo (disco abrasivo: de Al_2O_3 para metales ferrosos y S_iC para no ferrosos). En general, materiales blandos se cortan con discos duros

y viceversa. Un factor a tener en cuenta es la temperatura generada por rozamiento en el corte, el cual debe realizarse con un liquido lubrirefrigerante, (en el caso del disco abrasivo y/o serrucho mecánico o manual), de lo contrario se estaría modificando la estructura original. Si se corta con soplete se debe eliminar la zona afectada por el calor mediante algún método mecánico.

En todos los casos, y como ya se ha mencionado, la muestra que se extraiga, debe representar las características del material de origen.

En general de deben obtener por lo menos dos cortes: uno longitudinal y otro transversal, para analizar las estructuras y las propiedades en esas dos direcciones (salvo en el caso de materiales directos de colada - fundidos). Es decir, es necesario conocer de antemano el proceso de fabricación y/o tratamientos térmicos del espécimen para determinar las zonas de extracción y los tipos de corte a realizar. Si se realiza un estudio de falla, la muestra debe tomarse lo más cerca posible de la falla o en la iniciación de esta.

El método de de preparación de muestras metalográficas se encuentra normalizado en la norma ASTM E 3.



Cortadora metalográfica



Cortadora metalográfica



Realización de un corte metalográfico



Discos abrasivos

MONTAJE:

Cuando se considere necesario para una mejor manipulación de la muestra o para evitar la conservación de los bordes o alguna capa constituyente, es necesario montar la muestra en lo que llamamos "inclusión". La pieza debe estar libre de grasa o contaminante que interfiera en la adherencia.

Montaje en caliente:

La muestra se coloca en una prensa generalmente hidráulica (incluidota), se añade luego un polímetro o baquelita. Los polímetros pueden ser de dos tipos: termoendurecibles o termoplásticos. Luego se somete el polímetro o baquelita a una presión y temperatura determinada según el caso y posteriormente se enfría. Luego se saca la muestra de la prensa.



Incluidota metalográfica



Polímeros para inclusión metalográfica



Bakelita para inclusión metalográfica



Inclusiones metalográficas en caliente

Montaje en frío: reacción química

La muestra se coloca en un molde, y luego se añaden las partes necesarias de las resinas mezclándolas previamente y luego se vierten sobre la muestra cubriendo a esta y todo el volumen entre la muestra y el molde.

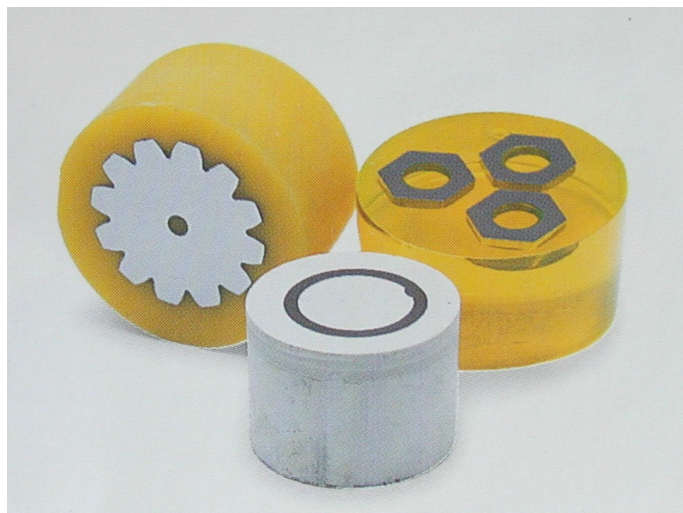
Hay tres tipos de resinas en frío: **Epoxi** (menor contracción, excelente adherencia tiempo largo de solidificación), **Acrílicas** (menor tiempo y buena adherencia y son termoplásticos), **de Poliester** (idem anterior pero duro plásticas).



Polímeros para inclusión metalográfica



Polímeros para inclusión metalográfica



Inclusiones metalográficas en frío

Impregnación al vacío:

Se utilizan resinas epoxi de baja viscosidad y baja presión de vapor. Se colocan en materiales porosos (cerámicos o revestimientos aplicados por pulverización). De esta manera todos los poros son rellenados con la resina, reforzando esas zonas. Así se disminuyen los defectos de preparación tales como arranques, poros, grietas, etc.



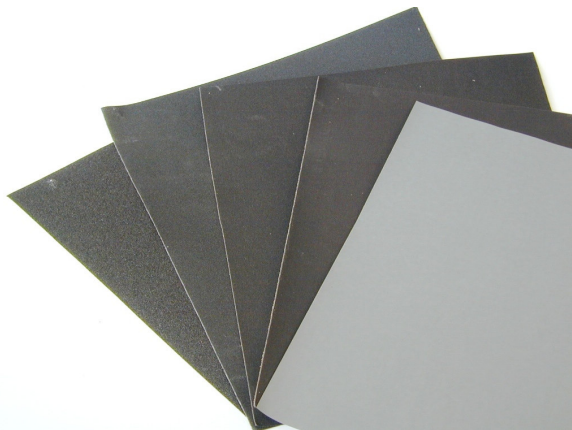
Máquina para impregnación al vacío

PREPARACIÓN MECÁNICA:

Para eliminar material de la superficie de la muestra, se utilizan abrasivos cada vez con partículas mas finas. Esto puede ser en forma manual o con pulidoras mecánicas.

Esmerilado grueso:

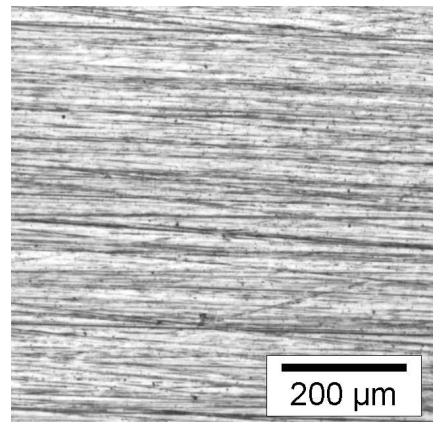
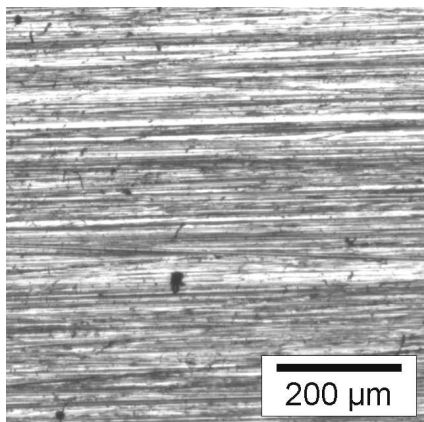
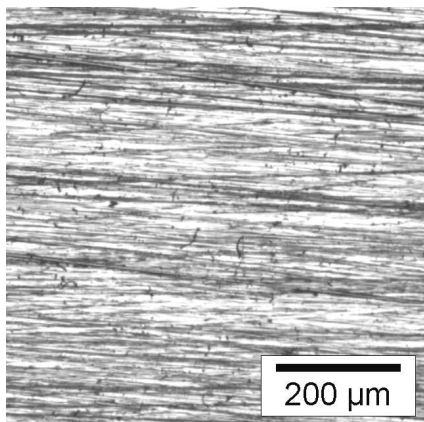
Su objetivo es eliminar la superficie de la muestra que fue deformada por el proceso anterior y lograr un solo plano de pulido para las etapas posteriores. Se utilizan abrasivos de grano grueso (80 - 320), discos o papeles abrasivos al agua. El agua tiene por objeto refrigerar y barrer de la superficie las partículas de material tanto de la muestra como del abrasivo. Para pasar de un papel a otro se debe obtener una superficie plana, uniforme y las rayas deben estar en una misma dirección. Una vez logrado esto, se gira la muestra 90° y se procede de la misma forma. Luego ya se esta en condiciones de pasar al otro papel. Se recomienda en esta etapa cambiar el agua para que no queden partículas en suspensión.



Papeles para esmerilado manual



Papeles para esmerilado mecánico



Fotomicrografías luego de varias etapas de esmerilado

Esmerilado fino:

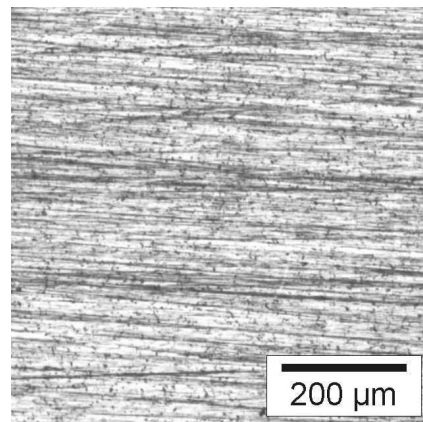
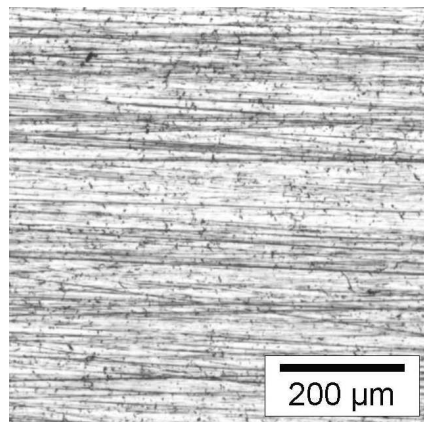
Es la etapa final del esmerilado. El procedimiento es igual al anterior con papeles (400 a 1200) o diamante en pasta desde 3 a 0,25 micrones.



Máquina para esmerilado mecánico



Máquina para esmerilado mecánico

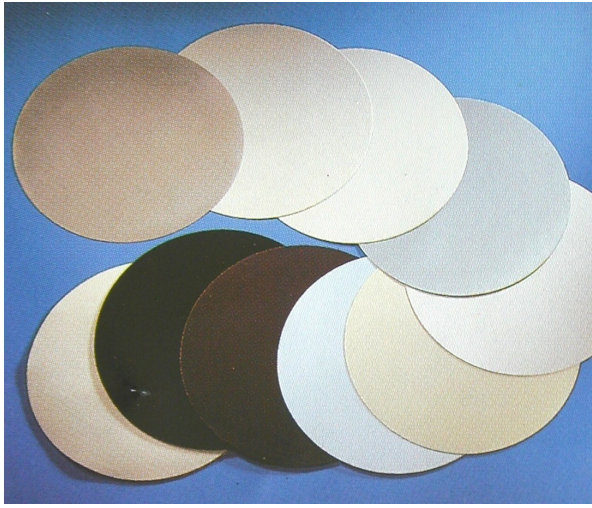


Fotomicrográficas luego de varias etapas de esmerilado

PULIDO MECÁNICO:

Con diamante:

Se utiliza para lograr una eliminación efectiva y rápida de material. Se obtienen los mejores resultados en cuanto a planitud. Se realiza en paños especiales colocados en platos giratorios. (Ver tablas de selección de paños). Se debe utilizar lubricante (etilenglicol). En general la elección del paño, tamaño de grano del diamante y el lubricante, dependen del material a pulir.



Paños de pulido para pasta de diamante



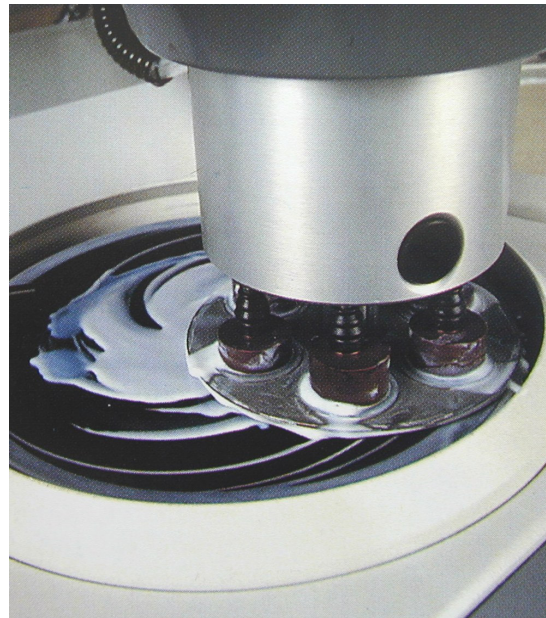
Insumos para pulido con pasta de diamante

Con óxidos:

Se usan para materiales muy blandos y dúctiles. (SiO_2 , Al_2O_3 , MgO). Son suspensiones coloidales en una proporción determinada en agua destilada.



Insumos para pulido con óxidos



Pulidora metalográfica mecánica



Fotomicrografía luego de la etapa de pulido mecánico

PULIDO ELECTROLÍTICO

El mecanismo general está asociado a la disolución anódica, las aristas salientes y las protuberancias de la probeta desbastada que se eliminan por dilución selectiva, mientras que los valles existentes entre las salientes quedan protegidos porque en ellos la velocidad de disolución es mucho menor.

El pulido electrolítico disminuye notablemente las distorsiones superficiales producidas durante el pulido mecánico. Evita la formación de capas distorsionadas en la superficie pulida de la muestra. Es ideal para metales blandos, aleaciones monofásicas y aleaciones que endurecen por deformación. Como desventaja se encuentra la destrucción parcial o total de las inclusiones no metálicas por reacciones químicas con los electrolitos utilizados. También algunos electrolitos actúan sobre los bordes de las microfisuras y hacen que las mismas se agranden y a su vez produzcan un redondeo de sus bordes.

De acuerdo a las circunstancias, los métodos de pulido electrolítico más utilizados son:

- Pulido en celda electrolítica.
- Pulido por medio de equipos automáticos.
- Pulido local por medio del método "tampón".



Pulidoras electrolíticas portátiles

ATAQUE QUÍMICO:

Todo el material distorsionado resultante de los varios pasos de la preparación debe ser completamente removido de la superficie antes de observar la muestra bajo el microscopio. El ataque se realiza sumergiendo la muestra metálica pulida en una solución ácida o básica débil que ataca a la superficie a una velocidad que varía con la orientación cristalina de la misma. Como los cristales de un metal tienen usualmente distintas orientaciones, los cristales adyacentes se disuelven por la solución de ataque a diferentes profundidades, produciendo el efecto de altiplano. Después del ataque las interacciones de los límites de grano atacados en la superficie, quedan marcados por una red de escarpaduras poco profundas. Estas superficies casi verticales no reflejan la luz en las lentes objetivos de un microscopio en la misma forma que las superficies horizontales y formas de los cristales que quedan entre ellos, y como resultado, se observará la posición de los límites de los cristales. Para la determinación del reactivo se tiene en consideración al material y el objetivo buscado por el ataque. Existen las NORMAS ASTM E 304 (macroataque) y E 407 (microataque).



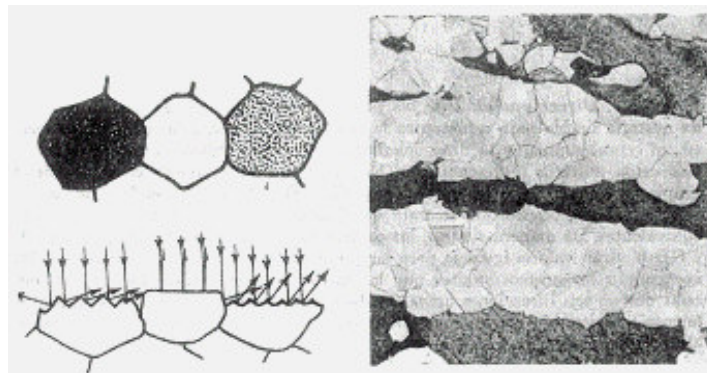
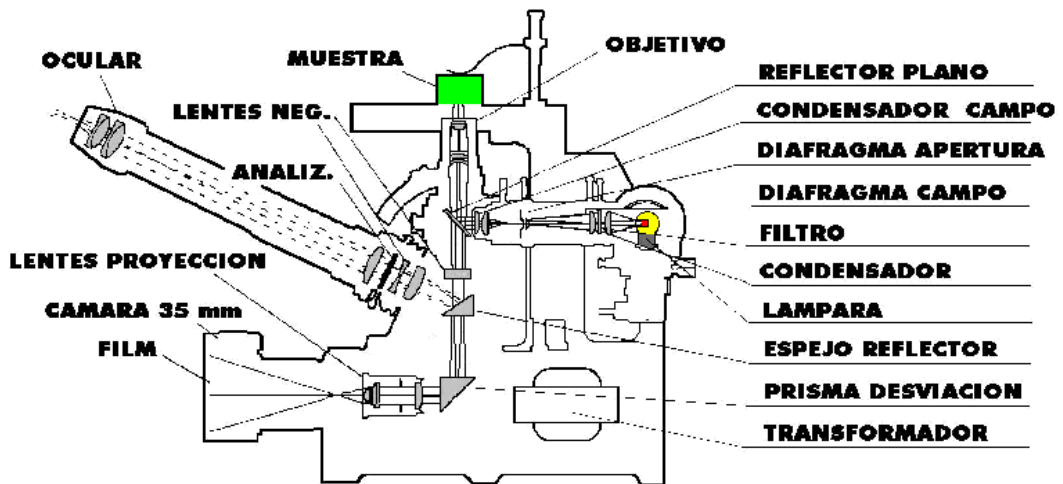
Reactivos para ataque químico



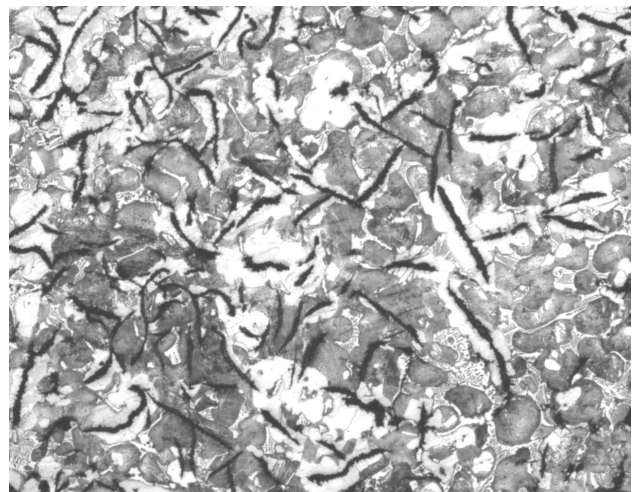
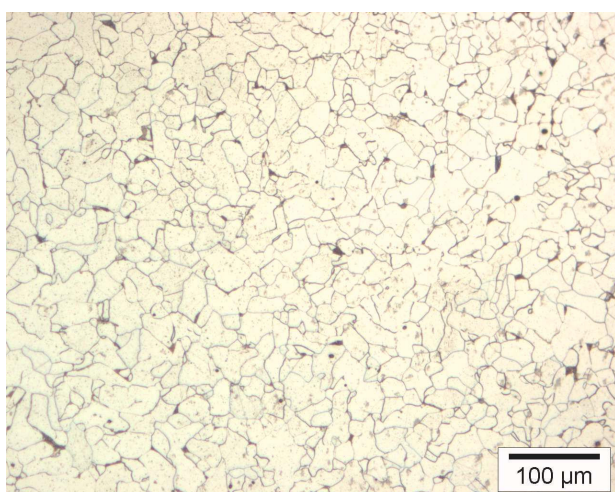
Microscopio metalográfico



Electro pulidora y microscopio metalográfico portátil



Microscopio metalográfico – principio de funcionamiento



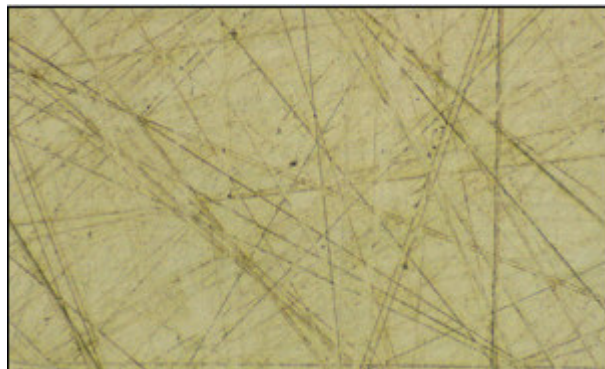
Fotomicrografías luego del ataque químico

PARAMETROS DE PREPARACION:

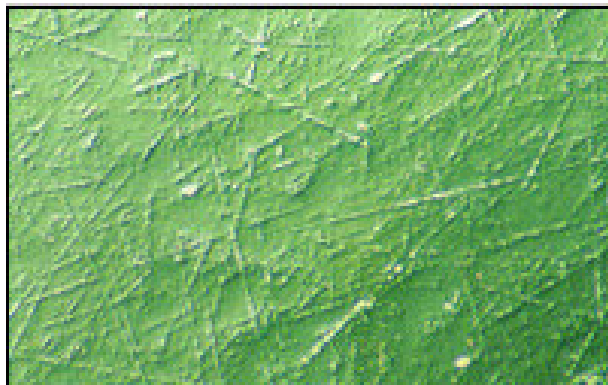
- **Superficie:** de los discos abrasivos, de esmerilado y paños de pulido.
- **Abrasivos:** El abrasivo debe tener entre 2,5 a 3 veces mayor dureza que el material a trabajar. La cantidad y dosificación del abrasivo depende de la superficie de la pieza a trabajar.
- **Tamaño del grano del abrasivo:** Debe elegirse al inicio del esmerilado el tamaño de grano mas chico posible y escalonar en la menor etapas sucesivas los otros tamaños, de manera de lograr el pulido en el menor tiempo posible.
- **Lubricante:** líquido utilizado para la refrigeración y lubricación. Dependen del material a utilizar. En general materiales blandos requieren de mucha lubricación y poco abrasivo y a la inversa.
- **Velocidad de rotación:** en caso de hacerse en forma mecánica, para el esmerilado grueso se utiliza una velocidad elevada para una eliminación rápida. Para el esmerilado fino, pulido con diamante y con óxido, se utilizan velocidades mas bajas. Si la velocidad fuese excesivamente alta, el abrasivo saldría despedido por fuerza centrifuga.
- **Fuerza:** se utilizan tablas en base a la superficie total de pulido (una o varias muestras incluidas la resina). Si la fuerza fuera elevada, daría origen a un aumento de la temperatura por rozamiento y al defecto de la cola de cometa.
- **Tiempo:** debe ser el menor posible para evitar defectos como relieves o redondeo de bordes. El tiempo se ajusta en función del tamaño de las muestras.

DEFECTOS DE PREPARACIÓN:

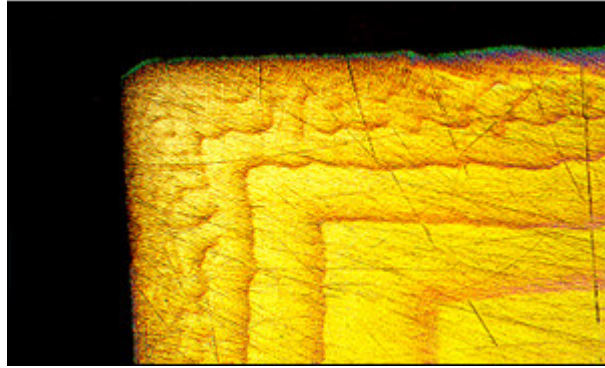
- **Rayas:** son surcos producidos por las puntas de los abrasivos.



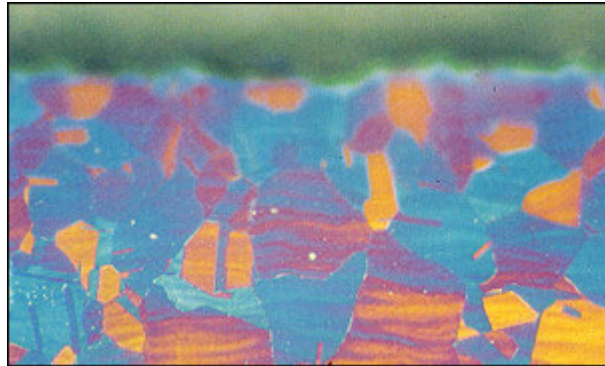
- **Deformación plástica:** puede provocar defectos superficiales después del esmerilado o el pulido. Se revela después del ataque.



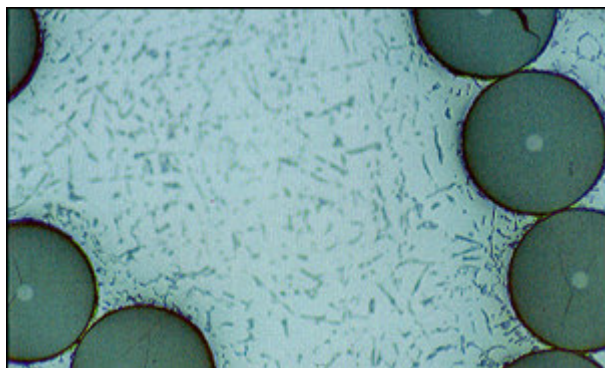
- **Aplastamiento:** es la deformación plástica de grandes zonas de la muestra. Se pueden producir por una elección incorrecta del abrasivo, lubricante o paño.



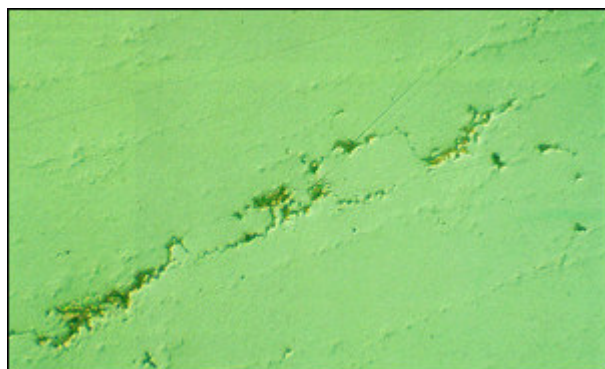
- **Redondeo de bordes:** se debe a la utilización de una superficie de pulido muy elástica. Provoca una eliminación del material tanto en la superficie como en los bordes.



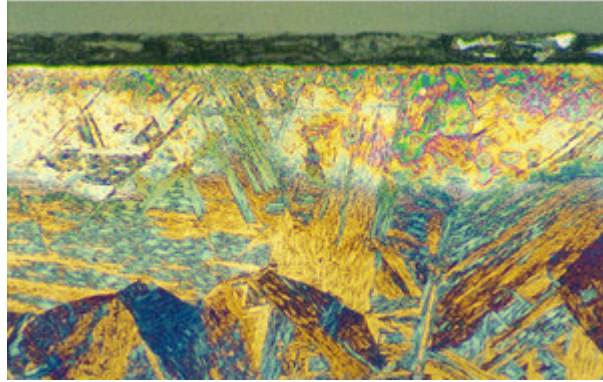
- **Relieve:** cuando se pule un material con varias fases se puede dar lugar este fenómeno debido a la diferente dureza o resistencia al desgaste de c/u. Aparece durante el pulido. Hay que tener en cuenta para evitarlo el tiempo adecuado de pulido y el tipo de paño.



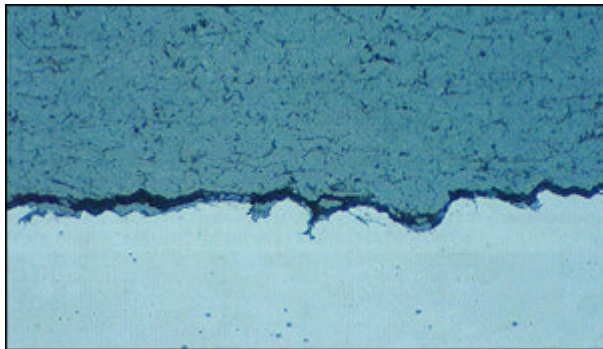
- **Arranques:** son cavidades que quedan después del pulido debido a la pérdida de material durante la abrasión. Aparecen en materiales duros y quebradizos o que tengan inclusiones. Son debidas a un exceso de fuerza o mal a selección del paño (pelo largo).



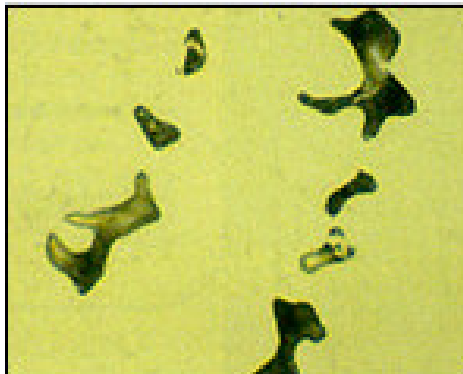
- **Separaciones:** son espacios que aparecen entre las resinas y el material luego de ser incluido. Puede ser debida a una mala elección de la resina, que la pieza tenga grasitud o impurezas, contaminantes o mala elección de los parámetros de inclusión.



- **Grietas:** Se producen por excesiva energía entregada en el proceso de preparación mayor a la que puede soportar. Se dan en materiales frágiles o con varias fases o estructura en capas. Se pueden provocar en el corte o en la etapa de inclusión.



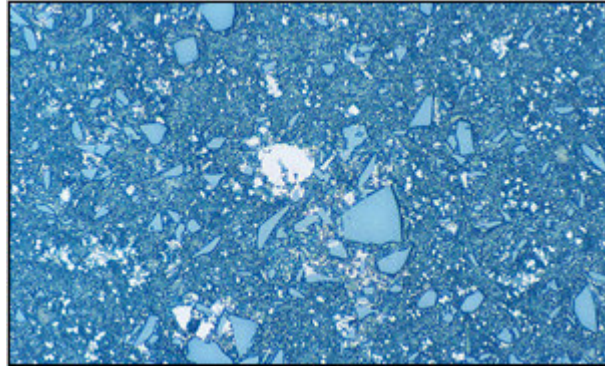
- **Falsa porosidad:** los materiales blandos que tienen poros se pueden llenar con material por aplastamiento, apreciándose un número menor de poros que los reales. Caso contrario los frágiles.



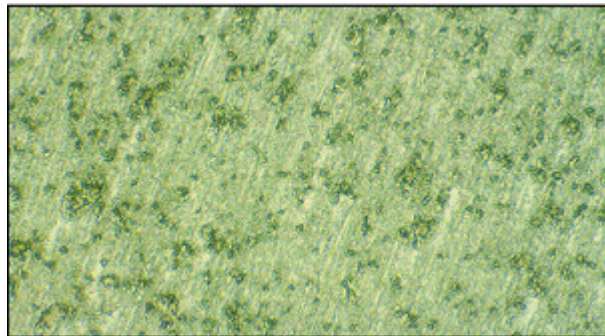
- **Colas de cometa:** aparecen junto con las inclusiones o los poros cuando el movimiento relativo de la muestra y el disco es unidireccional. Se evita realizando movimientos en todas las direcciones de pulido.



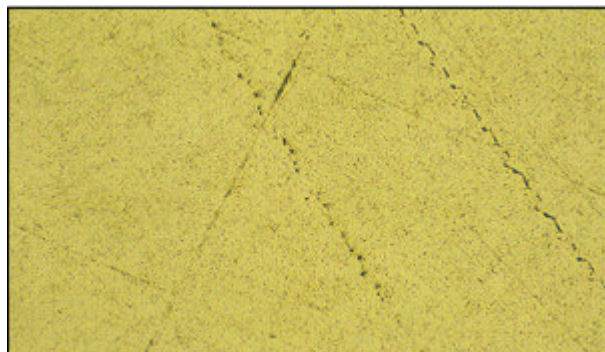
- **Contaminación:** material distinto al de la muestra que se deposita en las etapas de esmerilado o pulido. Pueden estar presentes en los discos, papeles o paños. Por eso es de suma importancia el lavado previo.



- **Abrasivo incrustado:** son partículas de abrasivos sueltas incrustadas por presión en la muestra. Se producen por una mala combinación en la selección del tamaño de abrasivo, paño y lubricante.



- **Huellas de lapeado:** son indentaciones producidas por las partículas del abrasivo. No forman una línea continua sino una línea entrecortada. La partícula salta sobre la superficie dejando ese aspecto. Se pueden producir por mala selección de fuerza y superficie de disco o paño.



- **Teñido:** es una decoloración de la superficie de la muestra debida al contacto con un cuerpo extraño. Aparece a menudo después de someter a una pieza a limpieza o ataque por haber quedado estos en las separaciones existentes entre material resinas.

