

TRABAJO PRACTICO DE LABORATORIO - Metalografía

Objetivos:

- Aprender y poner en práctica una técnica para la preparación de muestras metalográficas.
- Aprender a interpretar una fotomicrografía.

Requerimientos para el alumno:

- Conocer el método de medición de dureza Rockwell (Ver Anexo)

Materiales a utilizar:

-
- Pieza de acero laminado (tornillo).
- Reactivo de ataque rápido (50% ácido clorhídrico puro y 50% de agua destilada)
- Reactivo de ataque : ácido nítrico y alcohol etílico. (Nital)
- Trocitos cortados de material de acero (1020) recocido.
- Probeta de pieza trabajada en frío de acero 1020.
- Baquelita (resina sintética obtenida con fenol y formol), en polvo.
- Materiales para esmerilar: papeles lijas con distintos tamaños de grano.
- Materiales para pulir : paño sujeto sobre disco de la pulidora automática y abrasivo alúmina.
- Probeta de acero con % de C desconocido.
- Probetas adicionales para observación por microscopio, ya preparadas y listas para su observación.
- Microscopio metalográfico.

Introducción y conocimientos previos:

La metalografía consiste en el estudio de la constitución y la estructura de los metales y las aleaciones. La forma mas sencilla de hacerlo es examinando las superficies metálicas a simple vista, pudiendo determinar de esta forma las características macroscópicas. Este examen se denomina macrográfico y de ellos se extraen datos sobre los tratamientos mecánicos sufridos por el material, es decir poder determinar si el material fue trefilado, laminado, forjado, etc., comprobar la distribución de defectos como grietas superficiales, de forja , rechupes, partes soldadas, etc.

Obtenemos información de carácter general.

Los exámenes macroscópicos se realizan generalmente sin preparación especial, pero a veces es necesaria una cuidadosa preparación de la superficie para poner de manifiesto las características macroscópicas. En macroscopía, se utilizan criterios para el tipo de corte a realizar (transversal o longitudinal) para extraer la muestra dependiendo el estudio a realizar, por ejemplo:

Corte transversal: Naturaleza del material, homogeneidad, segregaciones, procesos de fabricación de caños, y otros.

Corte longitudinal: Proceso de fabricación de piezas, tipo y calidad de la soldadura y otros.

El examen micrográfico, es una técnica más avanzada y se basa en la amplificación de la superficie mediante instrumentos ópticos (microscopio) para observar las características estructurales microscópicas (microestructura). Este tipo de examen permite realizar el estudio o controlar el proceso térmico al que ha sido sometido un metal, debido a que los mismos nos ponen en evidencia la estructura o los cambios estructurales que sufren en dicho proceso. Como consecuencia de ello también es posible deducir las variaciones que experimentan sus propiedades mecánicas (dependiendo de los constituyentes metalográficos presentes en la estructura).

Los estudios ópticos microscópicos producen resultados que no solo son útiles a los investigadores sino también a los ingenieros. El examen de la microestructura es muy útil para determinar si un metal o aleación satisface las especificaciones en relación a trabajos mecánicos anteriores, tratamientos térmicos y composición general. La microestructura es un instrumento para analizar las fallas metálicas y para controlar procesos industriales.

Para un estudio de la estructura microscópica se necesita una preparación aún más cuidadosa de la superficie. No obstante el procedimiento de preparación de la superficie es básicamente el mismo para ambos ensayos metalográficos.

Esta experiencia delinea una forma de preparar muestras pequeñas (de acero blando) con el fin de realizar un examen metalográfico. Los cuatro pasos básicos que se requieren para preparar la superficie para su observación son:

- 1) Corte transversal.
- 2) Montaje.
- 3) Desbaste y pulido.
- 4) Ataque .

Los pasos a seguir en el procedimiento de preparación es el mismo para todos los materiales difiriendo solo las herramientas de corte y el grado de finura de los papeles de esmeril, según la dureza del material. El reactivo de ataque a utilizar depende del tipo de aleación.

Procedimiento de preparación de una muestra:

Corte transversal: Por lo general, se deben cortar varios trozos pequeños del material a examinar. La ubicación de las muestras y la forma en que se corten afectarán los resultados y su interpretación. Dependiendo del tipo de pieza a examinar es la zona donde se efectuara la muestra. No existe una regla fija que determine el lugar a elegir. Los criterios varían. Por ejemplo: Si se estudian perfiles o barras laminadas, deben extraerse probetas de sus extremos y parte media.

Por ejemplo, una varilla de acero estirado en frío puede cortarse de tal forma que quede expuesta una sección transversal o una longitudinal, y ambas secciones variarán notablemente su aspecto. En el caso del acero (y de algunas otras aleaciones), es necesario evitar el calentamiento de la muestra al hacer el corte.

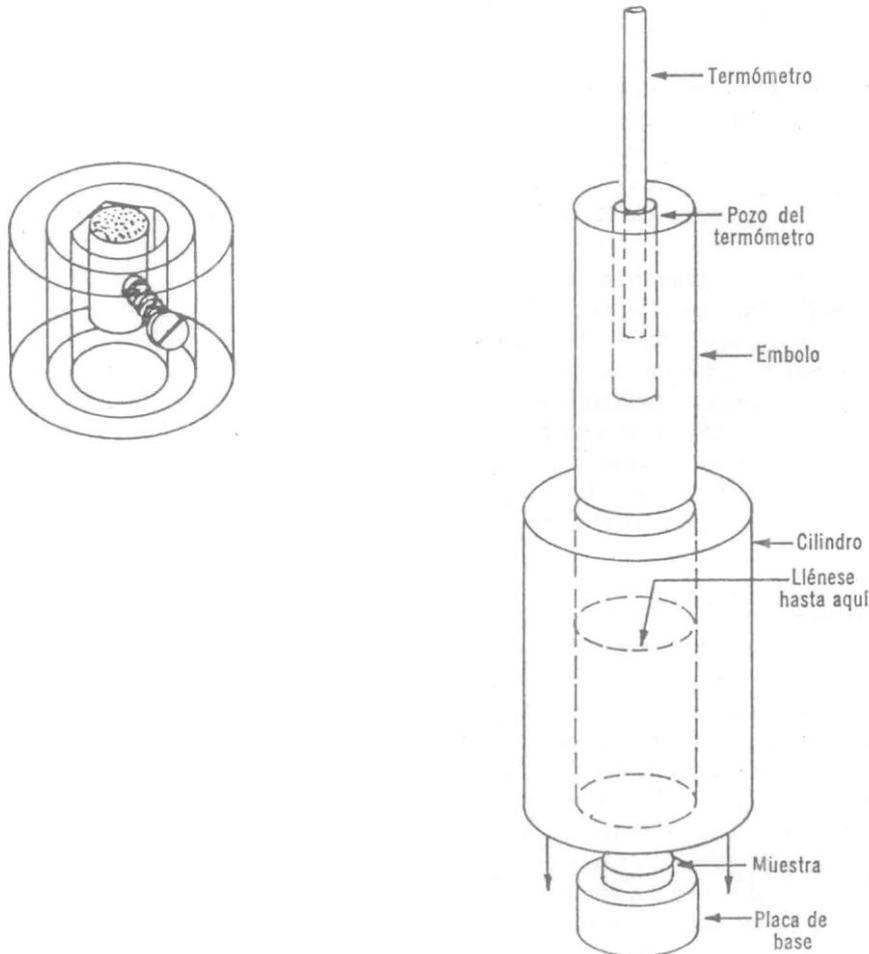
Dado que el material a examinar es un acero blando (acero al carbono recocido, aleaciones livianas), el corte se realizara con una sierra a mano y de diente grande. (Mientras mas blando sea el material, mas grande debe ser el diente de la sierra a utilizar, con el objeto de que la viruta se fácilmente extraída de la zona de corte, evitando que al agruparse se adhiera a la superficie a estudiar, falseando la observación posterior.)

Los materiales duros (aceros aleados, templados, no ferrosos endurecidos) deben cortarse con discos abrasivos muy delgados de carbundum a altas velocidades y gran refrigeración.

Los metales frágiles como fundición blanca, aceros templados, bronce ricos en estaño, etc, pueden romperse con golpe de martillo para extraer la probeta.

Montaje: si la muestra que va a examinarse es lo suficientemente grande como para que pueda sujetarse bien con la mano, no es necesario montarla. Siempre que se pueda se eligen probetas de 20 x 20 mm y alturas de 15 mm. No obstante la mayoría de las veces la muestra es demasiado pequeña como para que pueda sostenerse de esta forma (por ejemplo un tramo de varilla, alambre, lámina), mientras se esmerila o pule. El montaje puede efectuarse de varias maneras. Con sujetadores tipo tenazas (figura de la izquierda). La muestra puede también encerrarse en una resina epóxica de dos compuestos, que se solidifican después de que se mezclan y vacían; asimismo pueden usarse resinas termoplásticas transparentes. Al emplear esta técnica, la muestra se coloca en el molde con plástico en polvo, luego se aplican presión y calor, hasta que el plástico se suaviza y densifica. El enfriamiento se logra a presión, hasta que el plástico se endurece, y por último se saca del molde el objeto ya montado. En la

figura de la derecha se muestra un montaje de molde típico y a continuación se escribe el procedimiento a seguir.



La superficie de la muestra que va a examinarse se coloca cara abajo sobre la placa de base y el cilindro se desliza sobre la muestra y la placa. Luego se llena el cilindro con baquelita, hasta la mitad o 2/3 de su volumen. Puesto que la baquelita se compacta, pero la muestra no cambia de tamaño, es necesario llenar a mayor altura cuando la muestra es pequeña, que cuando es grande, a fin de tener un montaje con las dimensiones. Después, el embolo se inserta en el cilindro y alrededor del ensamblaje se coloca un calentador o elemento térmico. Luego, ambos se colocan entre las planchas de una prensa y se inserta un termómetro a través de un soporte, por la parte superior hasta el cilindro. La presión se efectúa mientras se continúa el calentamiento. A aproximadamente 140 °F (60°C), la baquelita en polvo se suaviza y entonces se reduce la presión. Esta debe mantenerse alrededor de 35 lb/plg² hasta que la temperatura llegue a 148 °C (300°F). En este punto, el plástico se habrá endurecido, y entonces puede eliminarse la presión; luego puede extraerse la muestra ya montada. Cuando este lo suficientemente fría como para poder manejarse, se puede iniciar el esmerilado.

Desbaste y pulido:

Desbaste grueso: Este se logra mejor en un esmeril húmedo de banco o en una acabadora de superficies de bandas húmedas, usando bandas de granos **120, 140, 160**. El objetivo del esmerilado es obtener una superficie plana, libre de toda huella de marcas de herramientas, y en la que todas las marcas del esmerilado sigan la misma dirección. Se puede esmerilar en seco a condición de no producir cambios estructurales por el calentamiento de la muestra. También se deben evitar presiones excesivas que calienten o distorsionen la superficie a observar. Luego, la muestra se lava y se seca antes de pasar a la próxima etapa de esmerilado.

Desbaste fino: Este proceso se efectúa utilizando granos cada vez mas finos de lija metalográfica para esmerilar. Se utilizan papeles de grano **320 en adelante**. La lija se sostiene sobre una superficie plana y dura, que puede ser acero o vidrio, y la muestra se pasa sobre el papel de lija SIN seguir un movimiento rotatorio. Cuando se termina de esmerilar con un papel de lija, las marcas deben estar todas en la misma dirección, como se indica en la figura 3. Antes de proseguir con la siguiente lija mas fina, deben lavarse la muestra como las manos del operario.

Ahora la muestra debe desplazarse en forma tal que las rayas hechas por las distintas lijas formen ángulos rectos con las del inmediatamente anterior. Así, puede verse con claridad si se han eliminado las rayas mas gruesas que se hicieron en la operación anterior. Ver figura 3.

El desbaste se da por terminado cuando se obtiene una cara perfectamente plana, con rayas muy finas en toda la superficie, producidas en un solo sentido, por el papel de esmeril de mayor finura. Cuando mas blando es el material, mayor es la finura del grano del papel de esmeril utilizado en ultimo término.



Figura 3

Pulido: Se procede a hacer el pulido solo después de lavar con sumo cuidado tanto las manos como la muestra, a fin de evitar cualquier contaminación de la rueda de pulido. Este procedimiento se basa en el uso de una rueda cubierta con una tela, cargada con una suspensión de alúmina. Al principio, la muestra se sostiene en una posición sobre la rueda, sin hacerla girar, hasta que se hayan eliminado la mayoría de las rayas anteriores. Luego puede hacerse girar con lentitud en sentido contrario al de rotación de la rueda, hasta que solo puedan verse las marcas de alúmina. La rotación de la muestra reduce a un mínimo el peligro de formación de ranuras.

La muestra se hace girar con lentitud en sentido contrario al de giro de la rueda tendiendo a obtener una superficie especular. Si los pasos descritos se realizan debidamente, este pulido no debe requerir más de dos minutos. Los resultados del pulido pueden mejorarse si esta última etapa de pulido se realiza sobre la rueda girando a baja velocidad.

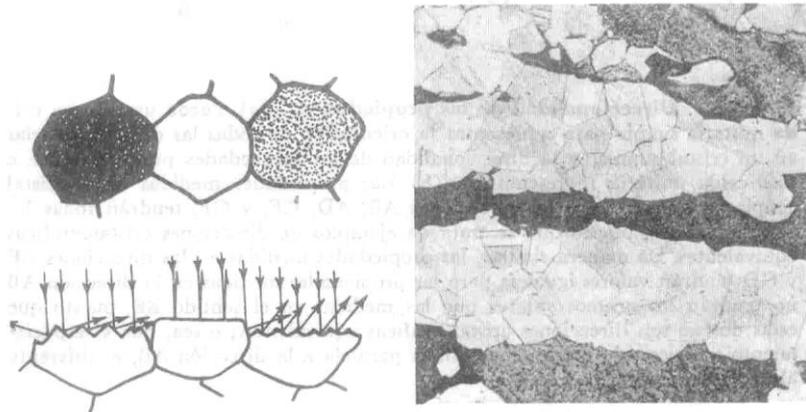
Para pulir aceros dulces, casi siempre es conveniente usar una alúmina de grano 600. En otros metales y aleaciones pueden lograrse mejores resultados si se acaba con alúmina rebajada, óxido de magnesio, diamante en polvo o cualquier otro tipo de compuesto pulidor que se dispone.

El electropulido es adecuado para el acabado de gran numero de muestras idénticas, puesto que requieren ajustes y control cuidadoso. Por otro lado alguno de los mejores electrolitos constituyen un peligro de explosión.

Ataque: Este permite poner en evidencia la estructura del metal o aleación. Existen diversos métodos de ataque pero el más utilizado es el ataque químico. El ataque químico puede hacerse sumergiendo la muestra con cara pulida hacia arriba en un reactivo adecuado, o pasar sobre la cara pulida un algodón embebido en dicho reactivo. Luego se lava la probeta con agua, se enjuaga con alcohol o éter y se seca en corriente de aire. El fundamento se basa en que el constituyente metalográfico de mayor velocidad de reacción se ataca más rápido y se

verá mas oscuro al microscopio, y el menos atacable permanecerá más brillante, reflejará más luz y se verá más brillante en el microscopio.

Por otro lado, en los metales con un solo constituyente metalográfico, los límites de grano están sujetos a ataques selectivos, puesto que representan zonas de imperfección cristalina e impurezas que aceleran el ataque local. Además los granos con orientaciones distintas son atacados con diferente intensidad, dado que esta diferencia en la orientación provoca velocidades de ataque diferentes. Observar figura siguiente . (Se observa como varía el aspecto superficial de cada uno de los granos.)

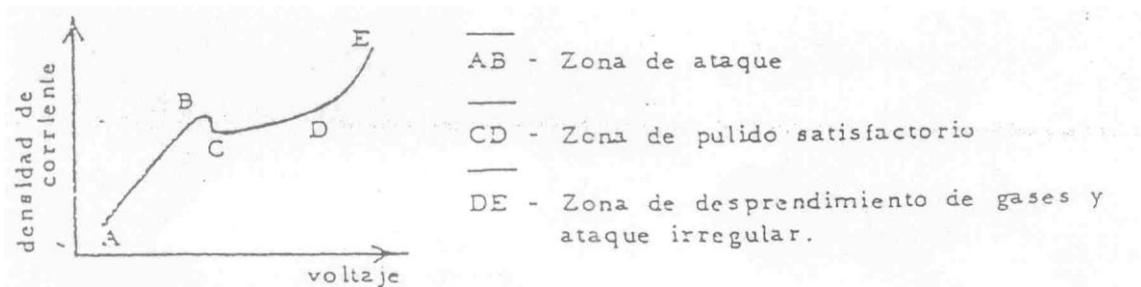


Se debe evitar el sobreataque, dado que la superficie se puede manchar y tapar la estructura o producirse manchas de corrosión.

Un reactivo común utilizado para atacar hierros y aceros al carbono en general es el nital, que consiste en 5% de ácido nítrico concentrado en alcohol etílico (en 100cm^3 de alcohol etílico 95% agregar 5 cm^3 de NO_3H concentrado).

Para su aplicación, el nital se vierte en un plato y la muestra (lavada y secada previamente) se frota con un algodón impregnado en nital. Por lo común es adecuado de 3 a 5 segundos para que el ataque químico sea adecuado. El nital oscurece la perlita y pone de manifiesto los bordes de la ferrita. Ferrita y cementita blancos y perlita mas oscura (laminas claras y oscuras semejante a una impresión digital). Inmediatamente después se lava la muestra con elevada agua corriente, se enjuaga con alcohol y se seca mediante un golpe de aire.

Otro método de ataque muy utilizado en aleaciones no ferrosas y que actualmente se esta introduciendo en el campo de las ferrosas es el ataque electrolítico. Se hace generalmente a continuación del pulido electrolítico pero con un voltaje mucho menor. La diferencia con el pulido es que en el pulido la disolución anódica es indiferenciada y ahora es selectiva. Para tener una idea de las magnitudes de tensión y densidades de corriente manejadas:



Examen microscópico:

La muestra se coloca en la placa de un microscopio metalúrgico, de modo que la superficie sea perpendicular al ojo óptico. Puede observarse con ampliaciones diferentes, y elegir la adecuada. Si se examina con un aumento de 500x deben aparecer claramente el constituyente perlita, en una muestra de acero completamente recocido. Puede quizás tomarse una imagen de la microestructura. Si la muestra no ha sido bien atacada por el ácido, el aspecto de la perlita será prácticamente invisible o muy débil. Si el ataque ha sido excesivo la perlita tendrá un aspecto muy negro. Se puede hacer un repulido rápido y un nuevo ataque.

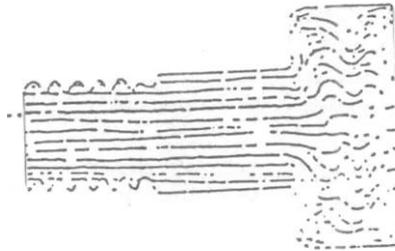
Aclaraciones: Todo lo explicado en el procedimiento anterior es válido para un examen macroscópico teniendo en cuenta para este examen algunas salvedades:

- Generalmente no es necesario la colocación de la muestra en soporte especiales dado que su tamaño es fácil de manipular.
- No es necesario esmerilado fino ni pulido. Con esmerilado grueso y mediano basta. El grado de pulido necesario depende del reactivo de ataque y de lo que se quiere poner de manifiesto. Reactivos más energéticos requieren superficie mas grosera. Cuanto más fino sea el grado de detalle alcanzado, mayor será el pulimento.
- Tratándose de aceros, se puede utilizar como reactivo de ataque una solución de 50% HCl y 50% H₂O (de ataque rápido) o una solución de 15% de H₂SO₄ y 85% de H₂O.

Actividades a desarrollar por el alumno:

- 1) Preparar una muestra de una pieza laminada en frío de acero, para un **examen macrográfico**. Interpretar los resultados.

Posible solución: Se realiza un corte longitudinal a un tornillo, se esmerila, se ataca con reactivo 50% de HCl. Se localizan las fibras y el efecto del estampado, con ayuda de una lupa.



- 2) Preparar para un **ensayo micrográfico**, una muestra extraída de la pieza de acero 1020 recocido. Indicar los pasos seguidos en la preparación y describir los materiales utilizados. Esquematizar si es necesario.

Posible solución: Seguir los pasos descritos anteriormente y utilizar reactivo de ataque nital. Esquematizar el dispositivo en el que se conformo el accesorio de sujeción para la muestra a partir de baquelita en polvo.

- 3) Realizar el examen microscópico del material preparado anteriormente, indicando el aumento utilizado. Reconocer los diferentes constituyentes metalográficos. Describir propiedades generales de cada uno y aspecto debajo del microscopio. Comparar con la muestra proporcionada por el operador, extraída de una pieza de acero 1020 sin recocer y sometida a esfuerzos mecánicos. ¿qué diferencias observa en la microestructura de cada una de las probetas? Ensayar dureza en muestras de ambos materiales e interpretar los resultados.

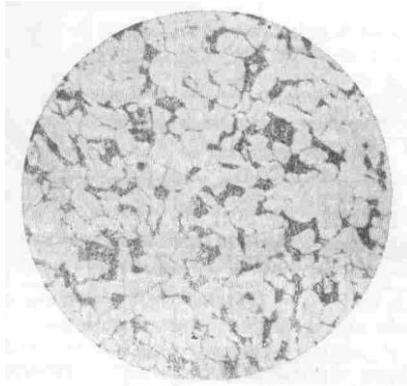
Posible solución:

Considerando un acero dulce hipoeutectoide (100x), se observa:

Ferrita: blanca, cristaliza en sistema BCC, es blando, poco tenaz, dúctil, magnética.

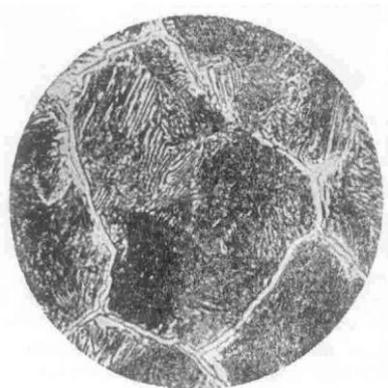
Perlita: Eutectoide formado por capas alternadas de ferrita y cementita, aspecto oscuro, elevada resistencia, poca ductilidad.

Podríamos decir que en la probeta de material recocido, el aspecto de los granos de ferrita es equiaxial. En el material sin recocer, se observan granos de ferrita alargados, producto del trabajo en frío, laminado, o de los esfuerzos aplicados. El recocido produce un ablandamiento del material, dado que los valores arrojados por el durómetro para el material recocido son menores que para el mismo material sin recocer.



- 3) Comparar la muestra preparada con una segunda muestra proporcionada por el operador y establecer si esta corresponde a un acero de mayor o menor porcentaje de carbono que la preparada. Estimar % de carbono en la segunda probeta teniendo como referencia la muestra analizada anteriormente.
- 4) Reconocer y describir la microestructura de las demás muestras proporcionadas por el operador.

Posible solución:

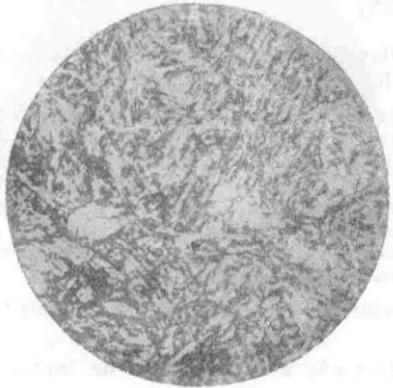


Acero hipereutectoide:
Perlita rodeada de cementita

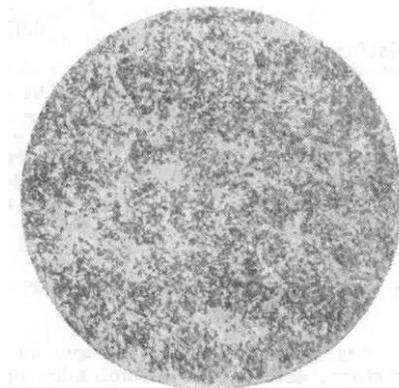


Acero eutectoide

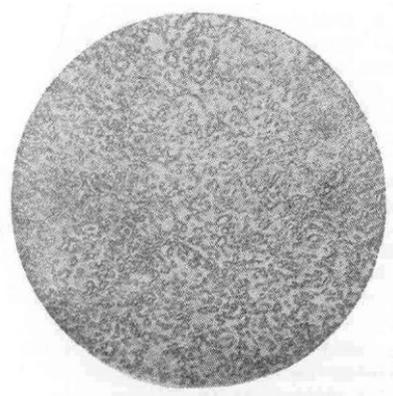
Martensita
Agujas entrelazadas



Sorbita
Menor veloc. de enfriamiento



Recocido subcrítico
Cementita globular en matriz ferrítica.



Bibliografía:

Keyser – Ciencia de los materiales para ingeniería.

Grinberg – Tratamientos térmicos de aceros.

Apuntes de clase de la cátedra Ciencia de los materiales. Recopilación de varias bibliografías.