

ENSAYOS ESTRUCTURALES: METALOGRAFÍA Y MICROSCOPIA

FUNDAMENTOS DE LA METALOGRAFIA Y MATERIALOGRAFIA

Puede definirse la **Metalografía** como la técnica que revela la organización espacial de fases y compuestos que conforman un material metálico.

Igualmente, puede definirse la **Materialografía** cuando se aplica a cualquier material.

A partir de su propia definición, la Metalografía puede resolver:

- a) Los diversos compuestos y fases.
- b) Las diferentes formas y tamaños que adoptan en la estructura.
- c) Las diversas configuraciones entre las fases y compuestos.

El campo de aplicación de la Metalografía y materialografía es amplísimo. No sólo es herramienta básica requerida para la caracterización de los metales y aleaciones sino también lo es para materiales compuestos de matriz metálica o de fibras metálicas; así como en los materiales cerámicos, compuestos o no.

FUNDAMENTO TEÓRICO

Dentro de los sólidos podemos distinguir sólidos cristalinos y sólidos amorfos. Los sólidos cristalinos están constituidos por átomos ordenados a larga distancia, o sea que están dispuestos de tal forma que su ordenamiento se repite en las tres dimensiones, formando un sólido con una estructura interna ordenada. Si esta estructura es regular en todo el material se denomina **MONOCRISTAL**. Sin embargo, lo más habitual es que la estructura sea regular por zonas del material, cambiando la orientación cristalina de una zona a otra, pero no la estructura. Se dice entonces que el material es **POLICRISTALINO**, integrado por numerosos granos que poseen la misma estructura cristalina, pero que cambian de orientación de unos a otros. La región donde se unen los granos se denomina límite de grano.

La organización de esos granos da lugar a la **microestructura del material**, que contempla:

- La forma y tamaño de los granos
- Si hay varias fases presentes: granos de diferentes fases
- La configuración de dichas fases

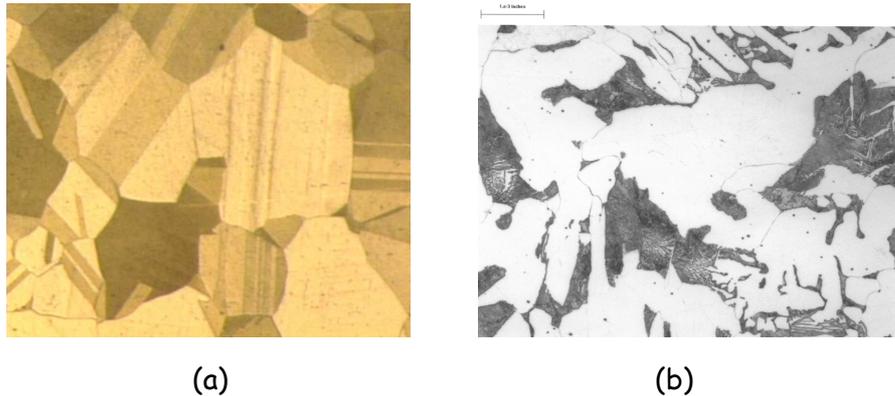


Figura 1: Ejemplos de microestructuras: (a) Latón y (b) Ferrita.

El instrumento que nos permite determinar la microestructura de los materiales es el microscopio, que puede ser óptico o electrónico. En nuestro caso nos centraremos en el óptico. En aquellos materiales que son opacos a la luz visible sólo la superficie es susceptible de ser observada, y la luz del microscopio se debe usar en reflexión (microscopio metalográfico). Para lograr el objetivo de visualizar la microestructura de un material es necesaria una cuidadosa preparación de la superficie. Ésta debe desbastarse y pulirse hasta que quede como un espejo. Esta condición se consigue utilizando papeles abrasivos y polvos cada vez más finos. Se releva la microestructura tratando la superficie con un reactivo químico (ataque químico). El tipo de reactivo y el tiempo de tratamiento dependerán de la naturaleza del material.

ANÁLISIS DE LA TÉCNICA METALOGRAFICA

Los ensayos metalográficos requieren la ejecución de las etapas siguientes:

- a) Selección de la muestra.
- b) Preparación de las probetas.
- c) Observación de las probetas.
- d) Tratamiento de la información.

BIBLIOGRAFÍA

Magnífico sitio sobre microscopía: <http://microscopy.fsu.edu>

Microscopía óptica y preparación de muestras:

<http://www.msm.cam.uk/doitpoms/tlplib/CD1/index.php>

Archivo de imágenes: <http://www.msm.cam.uk/doitpoms/miclib/index.php>

Metalografía en general: <http://www.metallography.com>

Microscopio virtual: <http://www2.umist.ac.uk/material/research/intmic>

REALIZACIÓN DE LA PRÁCTICA

1. SELECCIÓN DE LA MUESTRA

La muestra escogida debe satisfacer las condiciones de amplitud y representatividad estadística, más cuando la dimensión de la probeta unitaria se reduce a unos pocos milímetros.

Si corresponde a un control rutinario, la selección es por métodos aleatorios. Si, por el contrario, se investiga la causa de un fallo, la probeta debe ser tan próxima como se pueda a su hipotético origen. La probeta puede tener cualquier forma y dimensiones equivalentes a un paralelepípedo de 5 a 15 mm de lado.

La extracción de la probeta desde la pieza, o producto a ensayar, se realiza mediante corte con una sierra de disco con refrigeración evitando cualquier posible calentamiento pues podría modificar el estado del material a ensayar. Cada alumno tomará una muestra o probeta metálica de la colección disponible en el laboratorio.

2. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

El primer objetivo es obtener una superficie lisa y exenta de irregularidades mediante un proceso de desbaste. Para ello se utiliza una serie de **papeles de esmeril**, ordenados de mayor a menor tamaño de grano, con los que se actúa secuencialmente sobre la superficie. El tamaño de grano del papel se relaciona con la numeración de éste, que da cuenta del nº de partículas por pulgada², de manera que la secuencia será: 320, 800, 1000, 1200. Las partículas abrasivas del papel suelen ser de carburo de silicio (SiC).

La técnica consiste en actuar sobre dos direcciones perpendiculares consecutivamente, durante un cierto tiempo. El operador deberá decidir cuando el proceso es suficiente, en función del acabado de la superficie, en la medida que el rayado generado con el desbaste elimine rayados anteriores. Cada vez que se cambie el papel de esmeril se debe conseguir eliminar las líneas de rayado del papel anterior, así como cada vez que se gire la muestra 90°. En esta etapa es fundamental conseguir la **planaridad de la muestra**.

Durante el desbaste es importante tener en cuenta que cada vez que se cambie el papel de esmeril se debe lavar la muestra, para no introducir partículas de tamaño mayor al papel que se va a usar. Y también se ha de tener precaución con el calentamiento de la muestra.

Una vez desbastada la muestra con el papel esmeril más fino (de mayor numeración), se pasa al pulido de la muestra. Este se hace sobre una superficie relativamente blanda (caucho, corcho, fieltro) y no abrasiva, sobre la que se impregna una suspensión de polvos abrasivos. En nuestro caso utilizaremos **suspensión de alúmina** (Al_2O_3) de tamaño de partícula conocido: 5 y 1 μm . Para el pulido es altamente recomendable el uso de la pulidora.

Mediante el pulido se debe conseguir llevar la superficie de la muestra hasta **brillo especular**. Se observa entonces al microscopio con el fin de evaluar la calidad del pulido (quedarán arañazos residuales del último tamaño de alúmina empleado, no

perceptibles fácilmente a simple vista) y para comparar con la imagen que se obtenga tras el ataque químico.

3. ATAQUE QUÍMICO

El **ataque químico** se realiza utilizando los siguientes reactivos y tiempos de ataque, dependiendo del material en estudio:

MATERIAL	REACTIVO	TIEMPO	OBSERVACIONES
COBRE	cloruro férrico alcohólico (FeCl ₃ 5g /HCl cc 2ml / etanol 95ml)	1 min.	Empleo general
LATON	cloruro férrico acuoso (FeCl ₃ 10g /HCl cc 20ml / H ₂ O 80ml)		
BRONCE	agua oxigenada amoniacal (NH ₃ (0.880) /H ₂ O ₂ (20vol)/ H ₂ O (1/1/2))		Empleo general Cu y aleaciones (fresco)
ALUMINIO	mezcla de ácidos : H ₂ O(95ml)/ HCl(1.5ml)/ HNO ₃ (2.5ml) / HF (48%) (0.5ml)	Tiempo corto sin definir	
HIERRO	picral (ác. pícrico 4g / etanol 100 ml)		Resalta la perlita de los aceros y las juntas de los granos
ACERO CONSTR	nital (HNO ₃ cc 2ml/etanol 98ml)	20s - 45s	Ataque general de aceros y fundiciones
ACERO INOX.	agua regia (HNO ₃ cc 10ml / HClcc 25 ml/Glicerina 25 ml)	30 s - 2 m	Ataque de aceros Cr, Ni-Cr y austeníticos

Tras el ataque químico, se procede a la observación al microscopio metalográfico de la superficie obtenida, observando la forma y el tamaño de los granos de la muestra. Tener en cuenta para ello los aumentos del microscopio. Se toma una imagen representativa de la muestra con la cámara disponible en uno de los microscopios.

4. PREPARACIÓN DE LA RÉPLICA

Una vez preparada la muestra después del pulido y el ataque, y observada su microestructura, se procederá a la preparación de la réplica. Para ello se aplican 1-2

gotas de líquido de revelado (Transcopy) en la cara verde de la lámina de réplica. Inclinar la lámina para que el líquido fluya por toda la superficie. Debe evitarse que el líquido ablande el adhesivo de la parte de atrás de la lámina.

Al cabo de 10-30 seg, el líquido ha ablandado la lámina plástica y cuando casi todo el disolvente se ha evaporado, la superficie a revelar de la muestra debe ser presionada fuertemente contra la parte verde de la lámina, sobre una superficie plana y evitando que la muestra se desplace sobre la lámina, durante 30 seg. Se deja estar al menos de 3 a 5 min para que la lámina plástica endurezca y se pueda separar cuidadosamente. Separando el papel posterior la réplica puede pegarse sobre un porta de cristal para una más cómoda manipulación.

A continuación se realiza la inspección al microscopio de la réplica, tomando como referencia y comparando con la superficie revelada previamente.

5. INFORME DE LA PRÁCTICA

Para la realización del informe de prácticas es necesario contestar razonadamente las siguientes preguntas:

- 1.- Realizar un esquema del microscopio metalográfico, y una descripción detallada del mismo.
- 2.- Etapas de la preparación de la muestra. Explicar la importancia del desbaste y el pulido en el proceso de preparación de la muestra.
- 3.- ¿Cuál es la importancia del ataque químico de la muestra ya pulida?
- 4.- ¿Cómo y para qué se obtiene la réplica?. Adjuntar la foto de la replica realizada, y realizar una descripción de la misma.
- 5.- ¿Qué muestra preparaste durante la práctica y qué aspecto obtuviste al microscopio?. Descríbela lo más detalladamente posible: Tipo y forma de los granos, cuántas fases están presentes. Adjunta su microfotografía.

➡ Adjuntar la Bibliografía Consultada.

➡ Plazo de entrega: 15 días desde la fecha de realización de la práctica.