

## TÉCNICAS METALOGRAFÍA - PREPARACIÓN DE PROBETAS

La metalografía microscópica (o micrografía de metales) estudia los productos metalúrgicos, con el auxilio del microscopio, objetivando determinar sus constituyentes y su textura. Este estudio es hecho en superficies previamente pulidas y, en general, atacadas por un reactivo adecuado.

Actualmente, la metalografía ya es considerada uno de los análisis más importantes para garantizar la calidad de los materiales en el proceso de fabricación, y también para la realización de estudios en la formación de nuevas aleaciones de materiales.

Esta práctica se vuelve compleja pues los materiales presentan diferentes morfologías, dependiendo de los tratamientos térmicos aplicados y también de la composición química empleada.



## TÉCNICA METALOGRAFICA

La metalografía estudia, mediante el microscopio, las características de la estructura de metal o aleación.

El microscopio es, sin ningún género de dudas, el instrumento más valioso de que dispone el metalurgista, no solo desde el punto de vista científico de investigación en el laboratorio, sino también en la práctica industrial, donde puede prestar relevantes servicios.

Las técnicas metalográficas se han desarrollado precisamente para identificar las fases presentes en los metales y en sus aleaciones, y para explicar el mecanismo de su formación.

Estas fases que constituyen el agregado metálico son, generalmente, de tamaño microscópico y, para su observación y estudio, es preciso preparar debidamente la probeta.

Una superficie metálica en la que se van a observar unas fases microscópicas ha de ser plana y estar pulida. Plana, porque la pequeña profundidad de foco de los sistemas ópticos de observación a grandes aumentos no permitiría enfocar la imagen simultáneamente en planos situados a distintos niveles; estar debidamente pulida para que sólo pueda aparecer en ella detalles propios de su estructura, y no circunstancias ajenas a ella que puedan enmascararla.

## EXTRACCIÓN DE PROBETAS

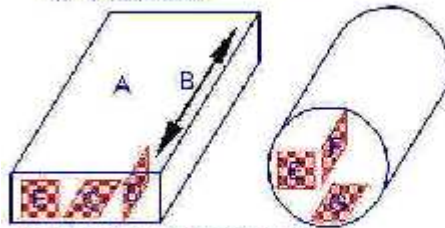
La elección de la muestra que se va a estudiar al microscopio es una operación delicada y muy importante. Si lo que se trata de estudiar es un fallo del material, la muestra debe tomarse de una zona lo más próxima posible al punto en que se ha producido el fallo, y compararla con otra obtenida en una sección normal.

La muestra debe extraerse de forma que sea representativa e identificar de alguna forma la orientación de la fabricación del material, tratando en todo momento de evitar calentamientos fuertes de la probeta.



## EXTRACCION

Identificación de la orientación de la muestra.



- B: Dirección de laminación
- A: Superficie de laminación
- C: Sección longitudinal paralela a la sup. de laminación
- D: Sección longitudinal perpendicular a la sup. de lam.
- E: Sección transversal
- F: Sección longitudinal radial
- G: Sección longitudinal transversal

La extracción puede hacerse mediante sierra o disco abrasivo, siendo el tamaño recomendado de las probetas, aproximadamente, de 20x20x15 mm.

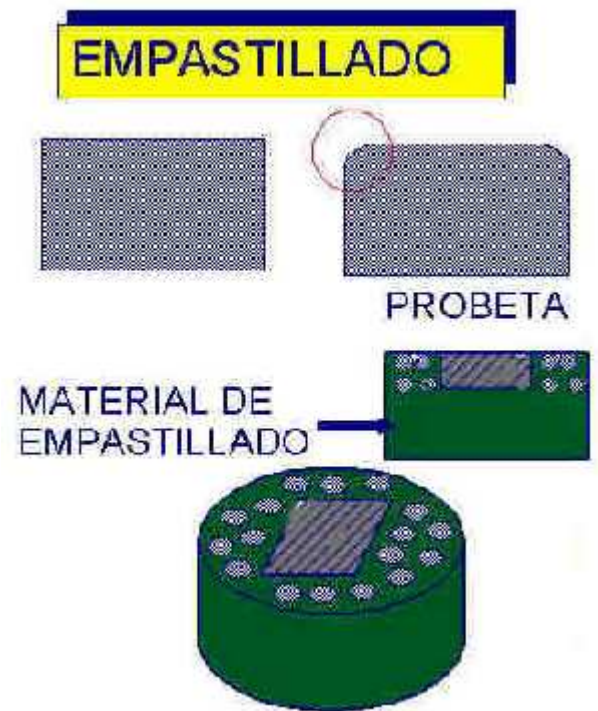


## EMPASTILLADO

El empastillado o montaje consiste en embutir la probeta en algún producto como la bakelita (resina termoendurecible), lucite (resina termoplástica), etc., de forma que el conjunto sea manejable manualmente o adecuado para insertarlos en los alojamientos de los dispositivos de preparación.

Se realiza la preparación metalográfica manual cuando se trata de muestras pequeñas que son difíciles de manejar o sujetar o, también, cuando se pretende observar la superficie o borde de la probeta (recubrimientos, cementación, etc). Se añade para ello, además, granalla de acero, como se puede observar en la figura adjunta, con el fin evitar el relieve en la zona próxima a los bordes.

Por otra parte, se biselan las aristas mediante desbaste en la lijadora de cinta, para evitar cortes y agarres de la probeta en los papeles y paños de pulido.



Incluidora de probetas metalográficas



## IDENTIFICACIÓN

Debe ser colocada inmediatamente después del montaje, en la parte posterior. Para ello, se pueden identificar mediante la fijación de una etiqueta o realizando la identificación mediante un grabador.

No obstante, la forma más conveniente con resina transparente es introducir la etiqueta en la resina de montaje, durante su preparación. De esta forma será visible después y inalterada con la preparación y el ataque posterior.

## DESBASTE

Mediante el desbaste se consigue poner al descubierto la superficie del material, eliminando todo lo que pudiera obstaculizar su examen, a la vez que se obtiene una superficie plana con pequeña rugosidad.

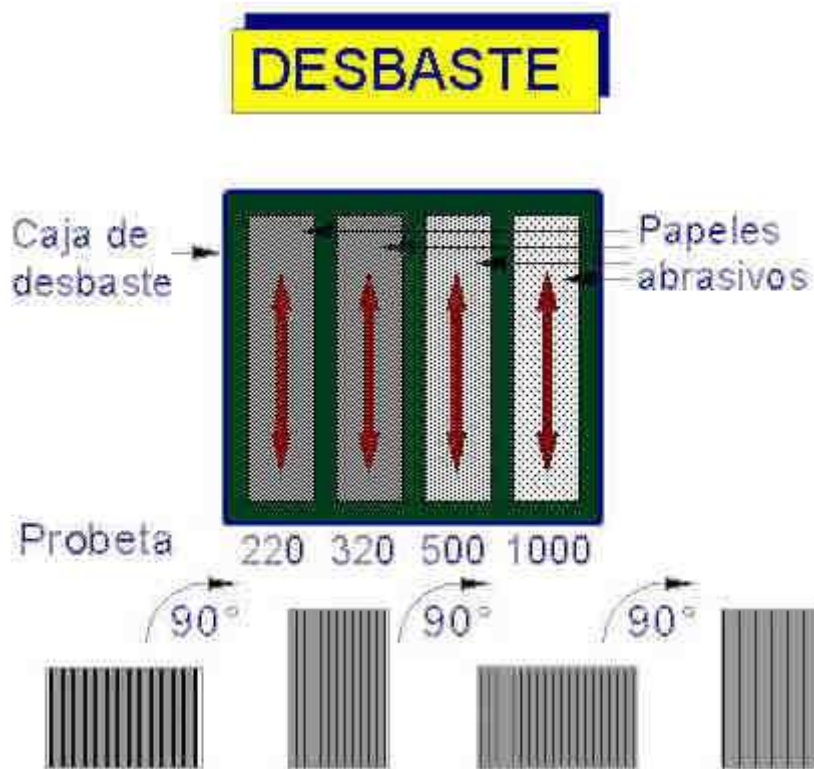
Consiste en frotar la superficie de la probeta, que se desea preparar, sobre una serie de papeles abrasivos, cada vez más finos.

Una vez obtenido un rayado uniforme sobre un determinado papel, se debe girar la probeta 90° para facilitar el control visual del nuevo desbaste.

Cada fase será completada cuando desaparezcan todas las rayas producidas por el paso por el papel abrasivo anterior.

El desbaste manual se realiza en cajas de desbaste donde se colocan ordenados, de izquierda a derecha, de mayor a menor rugosidad, los papeles abrasivos (véase la figura adjunta).

Los papeles abrasivos pueden ser de carburo de silicio ( SiC ) o de corindón. Existen en el comercio papeles de SiC n° 60, 120, 180, 220, 320, 500, 1000, 2400, y 4000. Este número se corresponde en modo inverso con el tamaño de partícula del abrasivo, es decir, mayor número menor tamaño de la partícula de abrasivo, y viceversa.



El desbaste puede hacerse manualmente, o mediante aparatos que se denominan desbastadoras o lijadoras. Suele hacerse en húmedo, para evitar los calentamientos que pueden modificar la estructura de la probeta.

Desbastadora de plato



Desbastadora de banda



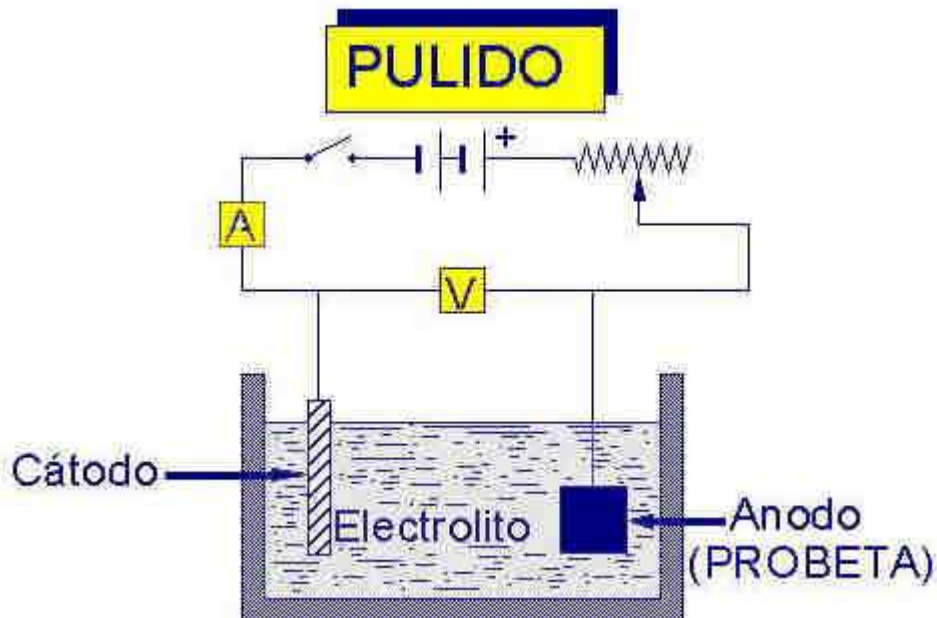


## PULIDO

El pulido de una probeta metalográfica tiene por objeto eliminar las rayas producidas en la operación de desbaste y obtener una superficie especular.

Se pueden emplear diversos tipos de abrasivos: polvo de diamante (10, 1, 0,5 y 0,25 micras), alúmina (5, 1, 0,5, 0,1 y 0,05 micras), óxido de magnesio, etc. En cuanto a los paños de pulido, los hay de tela de billar, nylon, seda, algodón, etc.

El pulido electrolítico se realiza mediante un proceso de disolución anódica del metal (véase montaje en figura adjunta). Se tienen que fijar las condiciones de tensión y densidad de corriente para conseguir el efecto buscado.



Pulidora de plato



Pulidora Electrolítica



## LIMPIEZA

Las probetas deben ser limpiadas después de cada paso. El método más empleado es mantener la probeta bajo un chorro de agua y frotarla con un algodón.

La limpieza ultrasónica es más efectiva (10 a 30 s), aunque en ocasiones puede dañar la pieza.

Después de la limpieza se enjuagan con un chorro de alcohol y se secan rápidamente bajo un chorro de aire caliente.

## ATAQUE

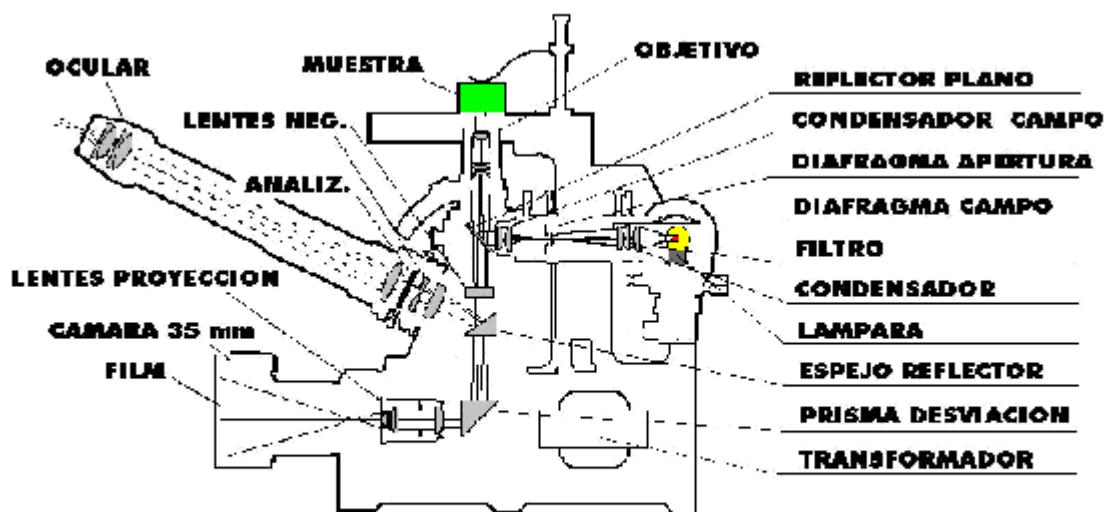
Una superficie pulida revela ya una serie de hechos interesantes, como pueden ser grietas, inclusiones, fases (si su forma y color las hacen diferenciables), poros, etc. Pero, normalmente, la probeta hay que atacarla para "revelar" la microestructura (fases, límites de grano, impurezas, zonas deformadas, etc).

El ataque puede realizarse mediante diferentes formas, a saber: óptico, químico, electroquímico y físico.

- **Ataque óptico:** campo claro, campo oscuro, luz polarizada, contraste de fase y contraste por interferencia (Nomarski).
- **Ataque químico:** para la gran mayoría de los materiales metálicos éste es el método más empleado. Puede realizarse por frotamiento (empleando un algodón impregnado en el reactivo que se pasa sucesivamente por la superficie pulida) o mediante inmersión de la muestra en el reactivo. Inmediatamente después del ataque la probeta debe ser lavada con agua y secada con un chorro de alcohol y aire caliente.
- **Ataque electrolítico:** está basado en los procesos redox.
- **Ataque físico:** con esta denominación se recogen los realizados por bombardeo iónico (argón), ataque térmico y la deposición de capas de interferencia.

## EL MICROSCOPIO METALGRÁFICO

Se caracteriza porque la imagen observada se produce por la reflexión de los haces luminosos sobre la probeta metalográfica.

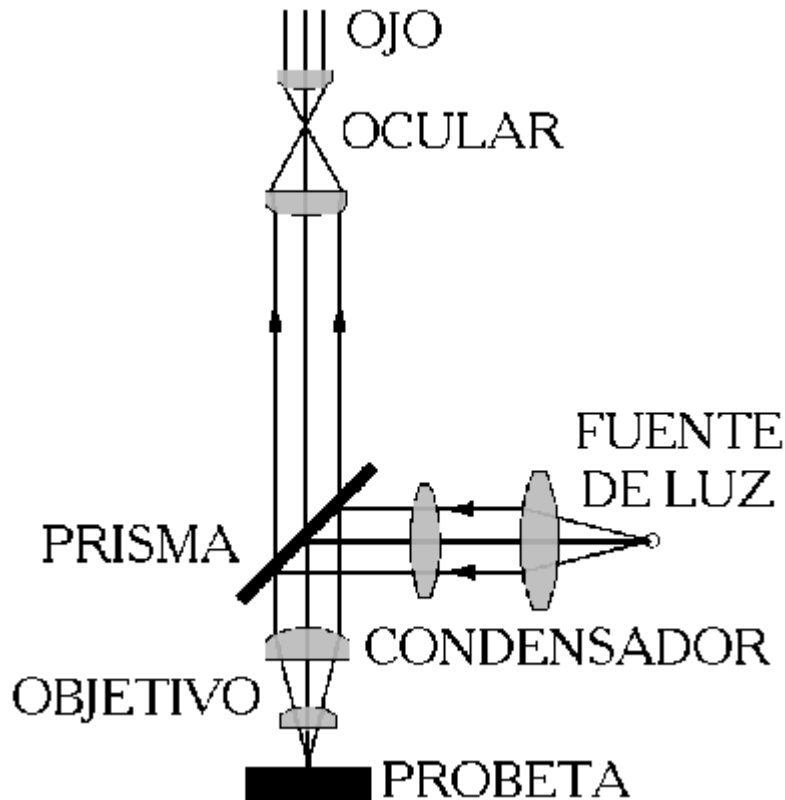


Todas las operaciones descritas en la preparación metalográfica tienen por objeto revelar, en una superficie metálica plana, sus constituyentes estructurales para ser observadas al microscopio.

El microscopio es un instrumento muy útil para el metalurgista. Por eso es importante saber sacar un rendimiento óptimo de sus posibilidades.

El operador debe conocer los principios ópticos de su funcionamiento, que encontrará descritos en cualquier texto de Física o, incluso, en las instrucciones del fabricante.

Básicamente está constituido por un dispositivo de iluminación, un vidrio plano o prisma de reflexión, el ocular y el objetivo. El aumento de la imagen observada viene dado por el producto de los aumentos del objetivo por los del ocular.



La máxima ampliación que se consigue con los microscopios metalográficos es, aproximadamente, de 1500 aumentos. Con el empleo de lentes bañadas en aceite puede mejorarse este límite, hasta unos 2000 aumentos.

No obstante, este es la mayor magnificación que se puede conseguir con microscopía óptica, debido al tamaño de la longitud de onda de la luz visible (aprox. 4000 Å).

Para aumentar la magnificación, tendremos que emplear electrones ( $\lambda > 0.5 \text{ \AA}$ ) en vez de fotones para "iluminar" la muestra, lo que nos lleva a emplear **microscopios electrónicos**.

## MICROSCOPIA ELECTRÓNICA

La imagen observada se produce por la interacción de un haz de electrones sobre la muestra.

Los dos tipos de microscopios electrónicos más conocidos son:

### Microscopio electrónico de barrido (SEM)



### Microscopio electrónico de transmisión (TEM)

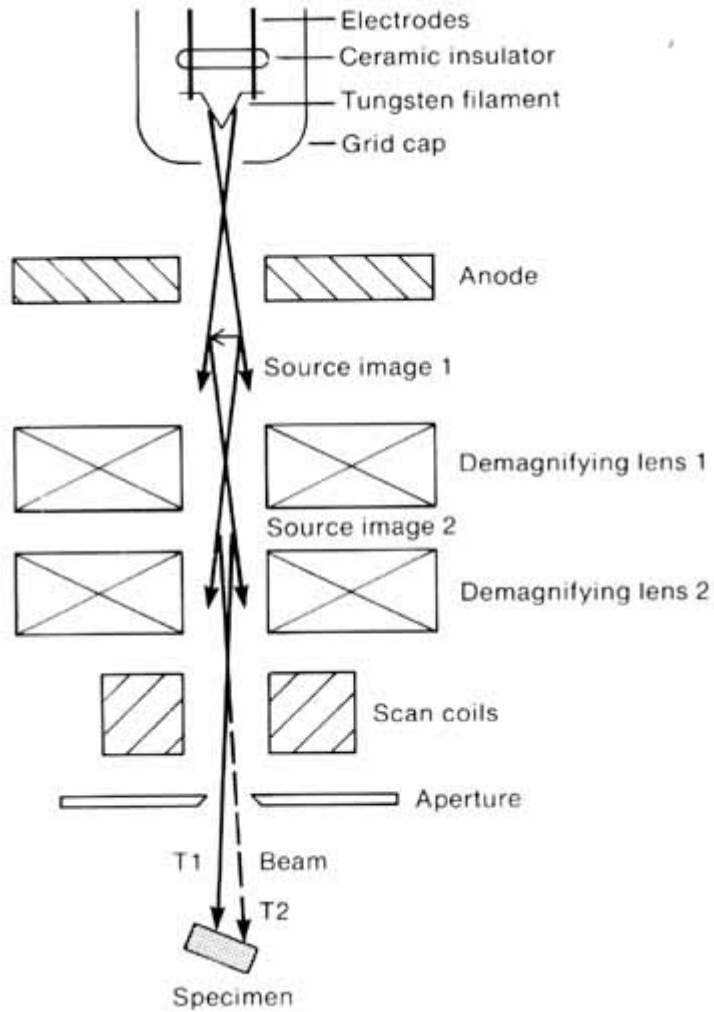


En el microscopio electrónico de barrido, la información que se obtiene procede del choque del haz de electrones contra la muestra. Por contra, en el de transmisión, el haz de electrones atraviesa la muestra.

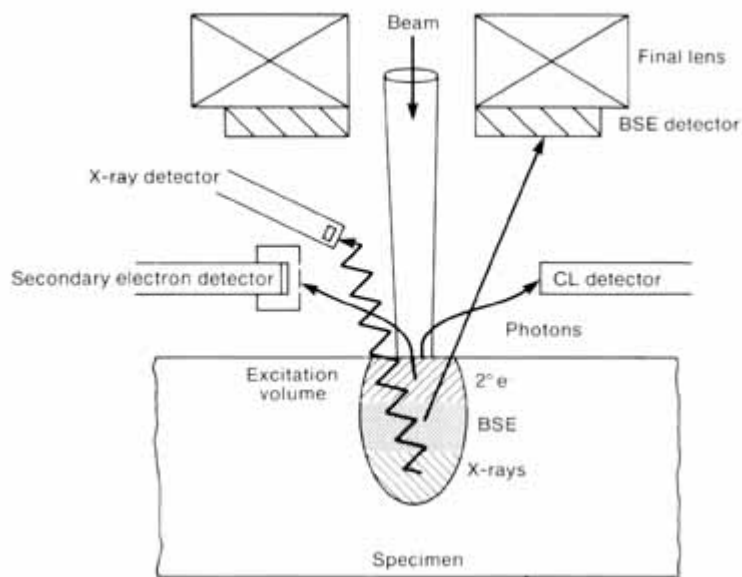
## MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO

La imagen observada se produce por el choque de un haz de electrones sobre la muestra.

El esquema básico de un microscopio SEM aparece en la siguiente imagen.



La interacción de los electrones con la probeta produce los efectos mostrados en la siguiente figura





Debido a esto, la información que podemos recoger es fundamentalmente de dos tipos:

**Electrones secundarios (SE)**

**Electrones retrodispersados (BSE)**

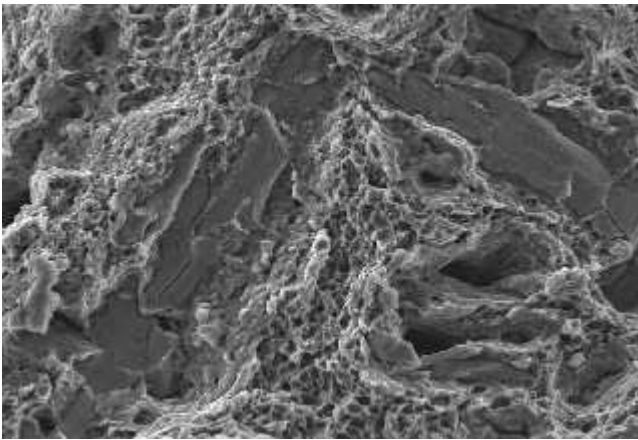


Imagen SEM con electrones secundarios

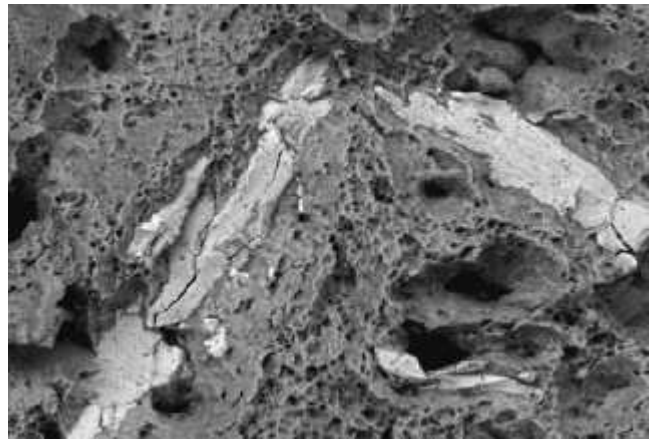


Imagen SEM con electrones retrodispersados