



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL**

**Facultad de Ingeniería en Mecánica y Ciencias de la  
Producción**

“Dotación de Infraestructura Básica en Laboratorio para Realizar  
Metalografía de Campo mediante Réplicas”

**INFORME DE PROYECTO DE GRADUACIÓN**

Previo a la obtención del Título de:

**INGENIERO MECÁNICO**

Presentada por:

Jorge Vladimir Encarnación Vera

GUAYAQUIL – ECUADOR

Año: 2013

## **AGRADECIMIENTO**

A mis padres y familiares por darme todo su apoyo y las energías necesarias para poder culminar esta meta. Al Ing. Julián Peña por sus consejos y su gran ayuda en la elaboración de este proyecto.

# DEDICATORIA

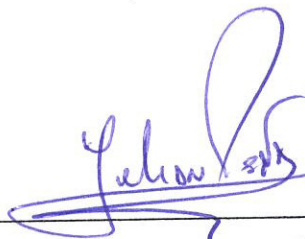
A mi familia, amigos y seres  
queridos.

## TRIBUNAL DE GRADUACIÓN



---

Dr. Kleber Barcia V., Ph.D.  
DECANO DE LA FIMCP  
PRESIDENTE



---

Ing. Julián Peña E.  
DIRECTOR



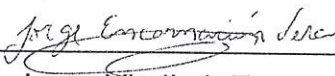
---

Ing. Omar Serrano V.  
VOCAL

## DECLARACIÓN EXPRESA

“La responsabilidad del contenido de este Informe de Proyecto de Graduación, me corresponde exclusivamente; y el patrimonio intelectual del mismo a la ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DEL LITORAL”

(Reglamento de Graduación de la ESPOL).

  
\_\_\_\_\_  
Jorge Vladimír Encarnación Vera

## RESUMEN

El presente trabajo trata sobre la construcción de una infraestructura básica en el laboratorio de materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica, que permita a los estudiantes poder realizar prácticas académicas sobre metalografía de campo mediante el uso de réplicas metalográficas. Infraestructura que posibilite a los estudiantes desarrollar destrezas, habilidades en técnicas de pulido y ataque electrolítico y en manipulación de réplicas metalográficas.

En el capítulo 1, se aborda los fundamentos en metalografía de campo y sobre su aplicación en el ámbito de los materiales en servicio. También, teoría básica acerca de mecanismos de fallas en distintos materiales.

Se detallan los procedimientos a seguir para la obtención de una muestra metalográfica. Y sobre las técnicas de trabajo en metalografía de campo las cuales son: Réplicas metalográficas y el microscopio portátil.

En el capítulo 2, se describen cada uno de los componentes utilizados en las distintas etapas operativas (desbaste, pulido, ataque) hasta llegar a la obtención de la réplica metalográfica.

Todos estos componentes conforman la infraestructura básica en laboratorio para realizar metalografía de campo mediante réplicas.

En el capítulo 3, se elabora un manual de procedimiento para la obtención de metalografías para distintos tipos de materiales mediante réplicas, tomando como referencia los siguientes estándares de la American Society for Testing and Materials: ASTM E3, ASTM E407, ASTM E1558, ASTM E1351.

En el capítulo 4, se ejecuta una práctica en una muestra de una tubería para aplicaciones de transporte de GLP con la siguiente especificación ASTM A106 Grado B, mediante las dos técnicas de metalografía de campo: Réplicas metalográficas y microscopio portátil.

En el capítulo 5, se hace un análisis comparativo de los resultados obtenidos mediante las dos técnicas, tomando como patrón la microestructura del material obtenida mediante el microscopio metalográfico de laboratorio.

Mediante una matriz de decisión se evalúan las tres técnicas de ensayo metalográfico (dos técnicas de campo y una técnica de laboratorio), junto con diferentes criterios de decisión que se establecen y se elige la técnica de trabajo más óptima.

A continuación, se hace una evaluación de costos de cada una de las técnicas de metalografía de campo.

En el capítulo 6, se presentan las conclusiones respectivas sobre la realización de este proyecto, junto con las debidas recomendaciones que se generan del análisis realizado.



## ÍNDICE GENERAL

	Pág.
RESUMEN.....	II
ÍNDICE GENERAL.....	V
ABREVIATURAS.....	VIII
SIMBOLOGÍA.....	IX
ÍNDICE DE FIGURAS.....	X
ÍNDICE DE TABLAS.....	XII
ÍNDICE DE PLANOS.....	XIV
INTRODUCCIÓN.....	1
<b>CAPÍTULO 1</b>	
1. LA METALOGRAFÍA DE CAMPO Y SUS APLICACIONES EN	
LA INGENIERÍA DE MATERIALES.....	3
1.1 Fundamentos de la metalografía.....	5
1.2 Vida útil y Vida Residual de Diversos Componentes Mecánicos	
en Servicio .....	6
1.2.1 Modos de falla .....	8
1.2.2 Caracterización de la degradación microestructural .....	17
1.3 Técnicas de trabajo .....	19
1.3.1 Réplicas metalográficas.....	19
1.3.2 Microscopio metalográfico portátil.....	20
1.4 Tipos de réplicas.....	22
1.4.1 Materiales utilizados .....	25

1.5 Metodología para la obtención de metalografía en un componente	
Mecánico.....	28
1.5.1 Inspección visual.....	28
1.5.2 Desbaste.....	29
1.5.3 Técnicas de pulido .....	31
1.5.4 Revelado de la microestructura.....	43

## **CAPÍTULO 2**

2. MONTAJE DE LA INFRAESTRUCTURA.....	47
2.1 Desbaste.....	47
2.2 Pulido mecánico y electrolítico .....	49
2.3 Revelado de la microestructura.....	51
2.4 Obtención de la metalografía.....	52

## **CAPÍTULO 3**

3. MANUAL DE PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE MICROESTRUCTURAS MEDIANTE RÉPLICAS.....	54
3.1 Preparación de muestras metalográficas bajo estándar ASTM E3.....	54
3.2 Pulido Electrolítico bajo Estándar ASTM E1558.....	61
3.3 Ataque Químico en Metales y Aleaciones bajo Estándar ASTM E407 .....	83

3.4 Producción y Evaluación de Réplicas Metalográficas en Campo bajo Estándar ASTM E1351 .....	99
---	----

## **CAPÍTULO 4**

4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL DE UNA PRÁCTICA METALGRÁFICA EN CAMPO UTILIZANDO TÉCNICAS DE RÉPLICAS Y DE MICROSCOPIA PORTÁTIL .....	104
4.1 Ensayo metalográfico en una tubería de acero ASTM A106 para GLP .....	104
4.2 Preparación de la muestra metalográfica .....	105
4.3 Ataque electrolítico .....	109
4.4 Obtención de la microestructura .....	109

## **CAPÍTULO 5**

5. ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	113
5.1 Comparación de las técnicas empleadas .....	113
5.2 Evaluación económica.....	122

## **CAPÍTULO 6**

6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES .....	125
---	-----

## **APÉNDICES**

## **BIBLIOGRAFÍA**

## ABREVIATURAS

ASTM	American Society for Testing and Materials
USD	United States Dollar
NaCl	Cloruro de Sodio
SiC	Carburo de Silicio
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de Cromo
CeO	Óxido de Cerio
H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Ácido Orto Fosfórico
ANSI	American National Standards Institute
CAMI	Coated Abrasives Manufacturers Institute
FEPA	European Federation of Abrasives Producers
SiO <sub>2</sub>	Óxido de Silicio
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de Aluminio
MSDS	Material Safety Data Sheet
GLP	Gas Licuado de Petroleo
LEMAT	Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales
ESPOL	Escuela Superior Politécnica del Litoral
HP	Hewlett Packard
CNC	Computer Numerical Control

## SIMBOLOGÍA

MW	MegaVatio
$\epsilon_T$	Expansión térmica
$\alpha$	Coefficiente de expansión lineal
$\Delta T$	Cambio de temperatura
KPa	KiloPascal
N	Ciclos
$\Delta K_t$	Factor de Intensidad de Esfuerzo
da	Cambio diferencial de tamaño de la grieta
Hz	Hertz
MN	MegaNewton
$\mu\text{m}$	Micrometro
X	Aumentos
A	Amperio
V	Voltio
pulg	Pulgada
ml	Mililitro
HRC	Dureza Rockwell C
lbf	Libra-fuerza
$S_y$	Límite a la fluencia
psi	Pound per square inch
$S_t$	Resistencia a la tensión
VC	Voltaje continuo
CC	Corriente continua
$\emptyset$	Diámetro

## ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1.1 Patrón típico con aspecto de mosaico formado por grietas por Fatiga Térmica .....	10
Figura 1.2 Curva de Termofluencia (Creep).....	11
Figura 1.3 Curvas de Wohler de materiales que sufren Fatiga Mecánica y Fatiga por Corrosión .....	14
Figura 1.4 Efecto del medio y la frecuencia en un ensayo de Fatiga por Corrosión en un Acero Dúplex .....	15
Figura 1.5 (a) Biela fracturada en dos secciones, (b) Microestructura de la sección 2 a 100X.....	18
Figura 1.6 Microscopio Metalográfico Portátil.....	22
Figura 1.7 Esquema de una técnica con Réplica plástica.....	24
Figura 1.8 Profundidad de remoción en las diferentes etapas de Desbaste y de Pulido .....	31
Figura 1.9 Mecanismo de Pulido Electrolytico .....	38
Figura 1.10 Electrólito Ácido Perclórico con acción de pulido en amplio rango de voltajes y corrientes .....	40
Figura 1.11 Voltaje de celda como función de la densidad de corriente en ánodo para electropulir Cobre en H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> usando circuito Potenciométrico .....	41
Figura 2.1 Amoladora y disco de desbaste para Desbaste Grueso.....	47
Figura 2.2 Lijas acopladas al equipo portátil para Desbaste Grueso.....	48
Figura 2.3 Lijas acopladas al equipo portátil para Desbaste Fino.....	48
Figura 2.4 Equipo portátil para Desbaste y Pulido.....	49
Figura 2.5 Celda Electrolytica para realizar Electropulido.....	50
Figura 2.6 Compuestos Químicos utilizados para la preparación de Electrólitos para Electropulido .....	51
Figura 2.7 Láminas de Acetato con soporte de Aluminio.....	53
Figura 2.8 Infraestructura de Metalografía de Campo.....	53
Figura 4.1 Desbaste Grueso con Amoladora y Disco de Desbaste .....	106
Figura 4.2 Desbaste Fino con Equipo Portátil .....	107
Figura 4.3 Pulido electrolytico a tubería de GLP .....	108
Figura 4.4 Obtención de microestructuras con láminas de acetato.....	110

Figura 4.5	Obtención de microestructura con Microscopio Metalográfico Portátil.....	111
Figura 4.6	Obtención de imagen digital de la microestructura.....	112
Figura 5.1	Metalografías a 100X: (a) Réplica en acetato; (b) Microscopio Portátil; (c) Microscopio Metalográfico en Laboratorio.....	114
Figura 5.2	Metalografías a 200X: (a) Réplica en acetato; (b) Microscopio Portátil; (c) Microscopio Metalográfico en Laboratorio.....	114
Figura 5.3	Metalografías: (a) Réplica en acetato 500X; (b) Microscopio Portátil 400X; (c) Microscopio Metalográfico en laboratorio 500X.....	115

## ÍNDICE DE TABLAS

		Pág.
Tabla 1	“Materiales Polímeros Replicantes Alternativos” .....	28
Tabla 2	“Atacantes Para El Revelado De La Microestructura De Acero ASTM A106 Grado B” .....	52
Tabla 3	“Guía Comparativa Del Grado De Malla Europa/EEUU”	56
Tabla 4	“Método 1 De Preparación (Uso General)” .....	59
Tabla 5	“Método 2 De Preparación Para Materiales Más Duros $\geq 45\text{HRC}$ (450HV)” .....	60
Tabla 6	“Método 3 De Preparación Para Materiales Más Blandos $\leq 45\text{HRC}$ (450HV)” .....	60
Tabla 7	“Electrólitos Para Electropulido De Acero Al Carbono” .....	68
Tabla 8	“Electrólitos Para Electropulido De Acero Inoxidable” .....	69
Tabla 9	“Electrólitos Para Electropulido De Aceros Especiales” ...	72
Tabla 10	“Electrólitos Para Electropulido De Aluminio y Sus Aleaciones” .....	74
Tabla 11	“Electrólitos Para Electropulido De Plomo y Sus Aleaciones” .....	76
Tabla 12	“Electrólitos Para Electropulido De Zinc y Sus Aleaciones” .....	77
Tabla 13	“Electrólitos Para Electropulido De Magnesio y Sus Aleaciones” .....	78
Tabla 14	“Electrólitos Para Electropulido De Níquel y Sus Aleaciones” .....	79
Tabla 15	“Electrólitos Para Electropulido De Cobre y Sus Aleaciones” .....	80
Tabla 16	“Atacantes Para Metales” .....	87
Tabla 17	“Lista Numérica De Los Atacantes” .....	93



Tabla 18	“Composición Química Del Acero ASTM A 106 Grado B”	105
Tabla 19	“Tabla De Resultados De Las Técnicas De Metalografía”	116
Tabla 20	“Ponderación De Los Criterios De Decisión” .....	118
Tabla 21	“Calificación De Las Opciones De Trabajo Frente Al Criterio: Resolución De La Microestructura” .....	118
Tabla 22	“Calificación De Las Opciones De Trabajo Frente Al Criterio: Reproducción De La Microestructura” .....	119
Tabla 23	“Calificación De Las Opciones De Trabajo Frente Al Criterio: Rango De Magnificación” .....	119
Tabla 24	“Calificación De Las Opciones De Trabajo Frente Al Criterio: Tiempo De Trabajo” .....	120
Tabla 25	“Calificación De Las Opciones De Trabajo Frente Al Criterio: Recurso Humano” .....	120
Tabla 26	“Calificación De Las Opciones De Trabajo Frente Al Criterio: Versatilidad Del Diseño” .....	121
Tabla 27	“Calificación De Las Opciones De Trabajo Frente Al Criterio: Sistema De Almacenamiento” .....	121
Tabla 28	“Opción De Trabajo Elegida En Base A La Matriz De Decisión” .....	122
Tabla 29	“Costo Total De La Infraestructura Para Metalografía De Campo Por Réplicas Metalográficas” .....	123
Tabla 30	“Costo Total De La Infraestructura Para Metalografía De Campo Por Microscopio Portátil” .....	124

## ÍNDICE DE PLANOS

Plano N°1	Electrodo de Cobre para Electropulido (Ver al final)
-----------	---

## INTRODUCCIÓN

La metalografía mediante réplicas es una técnica de trabajo que se realiza en campo, es decir en el sitio de trabajo. Es una técnica no destructiva; pues el material no es seccionado para tomar una muestra y analizarla en un laboratorio sino que el análisis se lo realiza en el mismo sitio de trabajo. Se basa en la utilización de ciertos materiales (polímeros), los cuales tienen ciertas propiedades, capaces de reproducir copias (réplicas) de la microestructura de un material metálico.

En la actualidad existe la necesidad de poder llevar a cabo un mantenimiento predictivo, evaluando a nivel microestructural el estado de las instalaciones mecánicas en las industrias, en especial cuando están cercanas a cumplir su vida útil. Con mucha más razón aún, cuando se han producido fallas en los componentes mecánicos y existe la necesidad de realizar un estudio de análisis de fallas. Es por este motivo, la importancia de realizar réplicas metalográficas mediante láminas de acetato ya que es un material que tiene excelentes propiedades: Alta resolución, alta reproducibilidad, tiempo corto de replicado y buenas propiedades físicas y mecánicas para poder ser preparadas (metalizadas) por deposición en vacío de sustratos.

La optimización del tiempo de trabajo en aplicaciones donde se puede realizar pulido y ataque electrolítico, la disminución de los tiempos de exposición en ambientes peligrosos y desagradables y buenas resoluciones y reproducciones de las microestructuras, entre otras características son las ventajas que se pueden obtener mediante el uso de las réplicas.

La construcción de esta infraestructura básica para realizar metalografía de campo mediante réplicas, en el laboratorio de materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica, tiene como objetivo permitir que los estudiantes de Ingeniería Mecánica puedan tener una preparación académica más profunda en el área de metalurgia en el análisis a nivel microestructural, para lo cual los estudiantes podrán realizar prácticas metalográficas tomando en cuenta cada una de las normas necesarias para la realización de metalografía de campo.

# **CAPÍTULO 1**

## **1. LA METALOGRAFÍA DE CAMPO Y SUS APLICACIONES EN LA INGENIERÍA DE MATERIALES.**

La metalografía es la ciencia que estudia las características microestructurales o constitutivas de un metal o aleación relacionándolas con las propiedades físicas, químicas y mecánicas.

La metalografía de campo mediante réplicas es una de las técnicas contempladas en los ensayos no destructivos, utilizada para detectar heterogeneidades y defectos superficiales que se manifiestan en equipos y componentes en servicio que trabajan a presión y temperatura en forma continua.

En plantas industriales, los equipos son sometidos a diferentes sollicitaciones térmicas, mecánicas, corrosivas. Este es el caso de los hornos de cal y cemento, enfriadores, calderas, digestores, ventiladores, ejes de molinos, reductores de transmisión mecánica, cañería en general, recipientes para procesos químicos, equipamiento de minería extractiva, etc.

Para dar respuesta a estas sollicitaciones, los materiales que se emplean para la construcción de estos equipos deben tener propiedades tales como: resistencia mecánica, resistencia al impacto, tenacidad a la fractura, resistencia a la fatiga, resistencia a la corrosión, resistencia a la termofluencia (al creep).

En aceros al carbono y aleados, la tecnología dispone de procesos que permiten lograr materiales con las siguientes características:

- Alto grado de homogeneidad microestructural.
- Microestructura fina.
- Homogeneidad química (control de segregación).
- Bajo contenido de impurezas.
- Tamaño, forma, distribución y contenido de inclusiones y precipitados bajo control.

## 1.1 Fundamentos de la Metalografía

La base primordial de la metalografía de campo, es poder analizar la microestructura del material en campo (en el sitio de trabajo).

Al tener la microestructura una estrecha relación con los procesos de tratamiento térmico, con las propiedades mecánicas de los materiales, con el fenómeno de la corrosión, hace que la metalografía de campo se convierta en una técnica muy poderosa para la investigación científica-tecnológica y además una técnica muy versátil para el control de los materiales.

Es utilizada en la evaluación microestructural para el monitoreo de la degradación en servicio en componentes críticos en refinerías de petróleo, plantas de generación de energía, la industria de químicos y fertilizantes, etc.

También es utilizada cuando los componentes a ser examinados son muy grandes para ser llevados a un laboratorio o cuando estos componentes no pueden ser seccionados o físicamente alterados.

Esta técnica consiste de dos etapas:

- Una preparación meticulosa y adecuada de la superficie.

- Un análisis de la réplica (película plástica), por un experto metalógrafo con conocimiento de microestructura de materiales.

## **1.2 Vida útil y Vida Residual de Diversos Componentes Mecánicos en Servicio.**

En la actualidad es un reto la necesidad de evaluar la integridad estructural de los sistemas (vasijas a presión, bombas, válvulas, tanques de almacenamiento, sistemas de tuberías, etc.) en la industria energética nuclear y convencional, la petrolera y la de procesos químicos. Estas instalaciones comparten muchos de sus problemas en cuanto a los materiales de los componentes, en particular, los mecanismos de envejecimiento, los altos costos de reemplazo, y la exigencia de una producción cada vez más eficiente en la que se garanticen los aspectos de seguridad y confiabilidad.

Para las centrales eléctricas convencionales, por ejemplo, los costos por falta de disponibilidad de los sistemas en un determinado país se han evaluado en los 10000 USD por MW/año, debido a fallas de tubos de calderas, las que constituyen una de las principales causas de pérdida de disponibilidad.



El tiempo de vida de diseño para los principales componentes de plantas eléctricas está entre 20 y 30 años. Atendiendo al estado real de los materiales y a los altos costos de fabricación de nuevas instalaciones energéticas, tanto nucleares como térmicas, se considera que es posible en la práctica continuar la operación segura y económica hasta 50-60 años, si se aplica un sistemático análisis de integridad estructural y adecuados planes de mantenimiento y modernización.

#### **Materiales de Ingeniería que Trabajan a Altas Temperaturas.**

En el caso de los aceros de bajo y medio contenido de elementos aleantes que trabajan a altas temperaturas, un análisis metalográfico de estos materiales permite determinar el tipo de carburo, su morfología y distribución. La cuantificación de estos parámetros permitirá predecir la vida del componente analizado. En el caso de aceros inoxidable la identificación de ciertas fases, que aparecen durante el servicio del componente, permitirá predecir o evitar su falla.

### 1.2.1 Modos de Falla.

#### Fatiga térmica

La fatiga térmica es el resultado de variaciones de temperatura. Dos condiciones son necesarias para que ocurra fatiga térmica:

- La existencia de una forma de contracción mecánica.
- Cambios de temperatura.

El cambio de temperatura induce una expansión térmica en el material:

$$\varepsilon_T = \alpha \Delta T \quad (1)$$

Donde:

$\Delta T$ : Cambio de temperatura que causa la expansión térmica

$\alpha$ : Coeficiente de expansión lineal

$\varepsilon_T$ : Expansión térmica

Si la expansión se la restringe, se producen esfuerzos térmicos cuya magnitud es tal, que es como si se aplicará un esfuerzo externo.

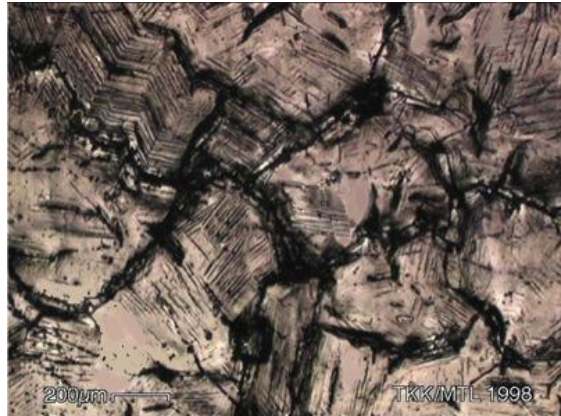
Los esfuerzos térmicos pueden producirse por restricciones internas o externas, las internas pueden ser causadas por una distribución no uniforme de la temperatura o propiedades no homogéneas del material.

Si la carga es causada por restricciones internas se habla de esfuerzo térmico puro o esfuerzo térmico. Si los esfuerzos son causados por restricciones externas se habla de esfuerzos termo-mecánicos.

Las cargas térmicas cíclicas (cargas de fatiga térmica) causan daño y crecimiento de grietas.

### **Aspectos macroscópicos del daño por fatiga térmica**

Daño superficial: Las deformaciones elevadas en la superficie dan lugar a una rápida propagación de grietas en una multitud de sitios de iniciación. Debido a una condición multiaxial de estado de esfuerzos, las grietas se inician y crecen igualmente en todas direcciones formando una red semejante a un mosaico.



(1) <http://www.analisisdefractura.com/efecto-de-la-temperatura/fatiga-termica/>

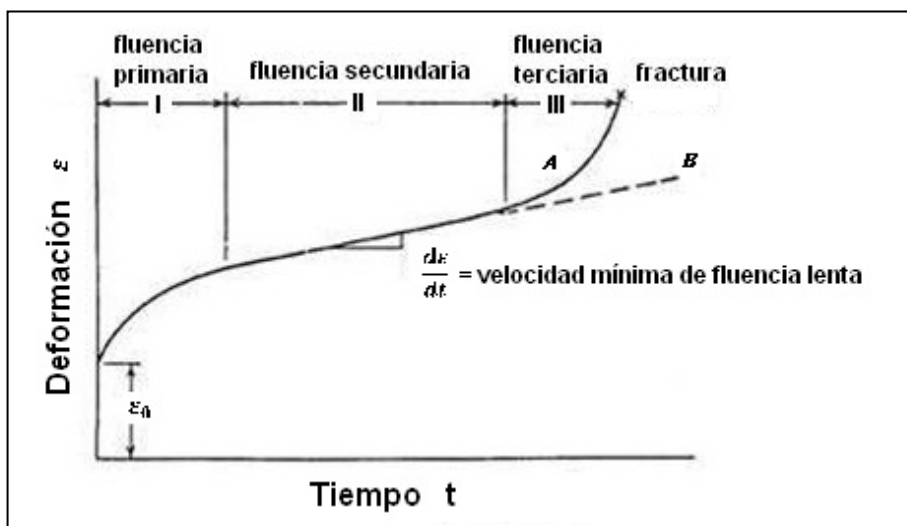
**FIGURA 1.1.- PATRÓN TÍPICO CON ASPECTO DE MOSAICO  
FORMADO POR GRIETAS POR FATIGA TÉRMICA<sup>(1)</sup>**

**Termofluencia (Creep)**

Las tensiones impuestas a un componente (presión de trabajo) que trabaja a altas temperaturas producen una deformación continua del material. El creep es la dependencia de la deformación con el tiempo de un material sometido a una determinada tensión. Luego de un determinado periodo de tiempo el creep puede terminar en la rotura del material.

Para ciertas combinaciones de temperatura-tensión, las curvas de creep (deformación vs tiempo) presentan

claramente tres escenarios (I, II, III) que corresponden, respectivamente, al creep primario, secundario y terciario.



<sup>(2)</sup><http://www.campus.fi.unju.edu.ar>

### FIGURA 1.2.- CURVA DE TERMOFLUENCIA (CREEP)<sup>(2)</sup>

Durante el creep primario la velocidad de deformación disminuye en forma continua. La resistencia al creep aumenta a medida que progresa la deformación. En el creep secundario los mecanismos de endurecimiento se equilibran con los de recuperación. La velocidad adquiere un valor mínimo constante. En el creep terciario la velocidad de deformación aumenta hasta llegar a la fractura del componente.

Éste aumento de velocidad puede deberse a cambios metalúrgicos (recristalización) o a una disminución de la sección por estricción o por oxidación. La duración del creep terciario es muy importante para efectuar la parada del componente antes de la rotura.

Existen dos tipos distintos de daño por creep en aceros ferríticos, que conduce a una continua reducción de la resistencia al creep del material:

- Degradación de la microestructura (esferoidización de la perlita, envejecimiento, etc.)
- Cavidades por creep asociadas a los límites de granos.

Ambos procesos ocurren en los aceros ferríticos. La prevalencia de uno u otro está determinada por la pureza del material, tipo de microestructura de partida, condiciones de trabajo.

En el caso de las cavidades, influyen en su formación y crecimiento: Las impurezas, las tensiones (tensiones residuales), y el tamaño del grano. Por estas causas el daño por cavidades se presenta particularmente en la zona

afectada por el calor (grano grande y martensita) y en el cordón de soldadura (zona fundida). Mientras que la degradación de la microestructura está relacionada con las zonas del material de mayor ductilidad, que corresponden al material base.

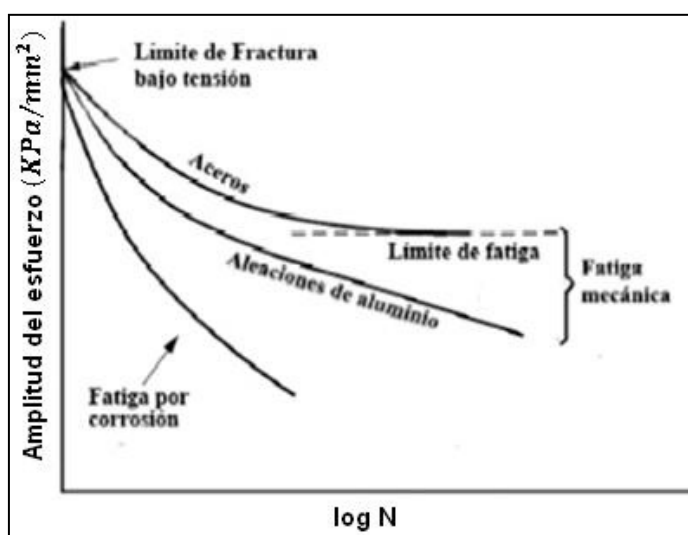
### **Fatiga por Corrosión**

Éste es un fenómeno de agrietamiento en los materiales debido a las acciones combinadas de carga por fatiga y un ambiente corrosivo. Este fenómeno ha sido reconocido como una causa importante de falla de estructuras ingenieriles. El nivel de los esfuerzos para producir fatiga por corrosión puede ser, y generalmente lo es, mucho menor que la resistencia a la fluencia del metal. Los factores más importantes que afectan a la fatiga por corrosión son: La frecuencia y la forma de la onda del esfuerzo cíclico.

Los procesos de corrosión requieren de tiempo para la interacción de las aleaciones y su ambiente. Una frecuencia de esfuerzo relativamente baja permite un tiempo suficiente para que ocurra la corrosión. El estudio experimental de la

fatiga por corrosión se realiza en medios acuosos y gaseosos.

En la figura 1.3 se muestra una gráfica comparativa de curvas de Wohler de materiales que sufren fatiga mecánica y fatiga por corrosión.



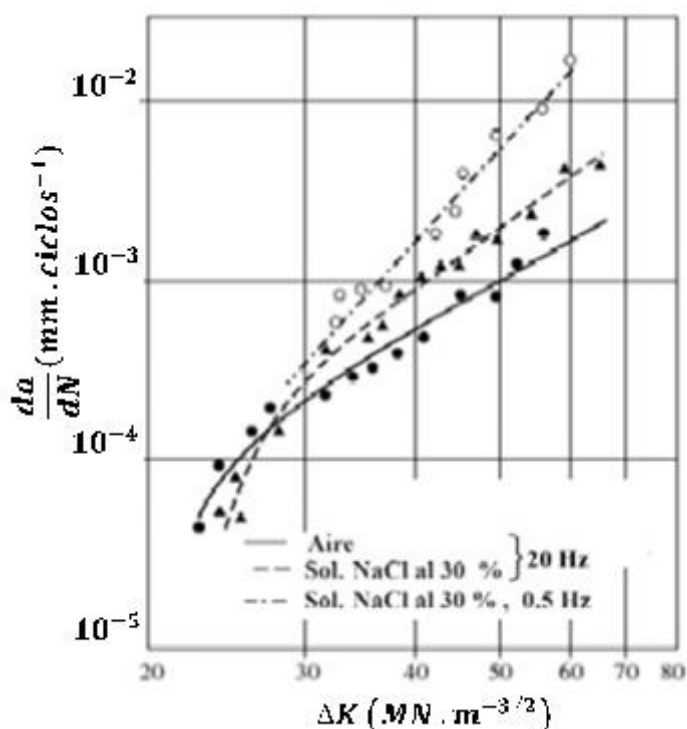
(3) <http://www.analisisdefractura.com/fatiga-con-corrosion/>

### FIGURA 1.3.- CURVAS DE WOHLER DE MATERIALES QUE SUFREN FATIGA MECÁNICA Y FATIGA POR CORROSIÓN<sup>(3)</sup>

En ensayos con probetas pre-agrietadas se mide la velocidad de propagación de la grieta en función de la variación del factor de intensidad de esfuerzo  $\Delta K_t$ . Ambientes corrosivos aceleran la propagación de la grieta para cualquier valor de



$\Delta K_t$  como se muestra en la figura 1.4, donde se ha graficado la velocidad de propagación de la grieta  $da/dN$  en función de  $\Delta K_t$  para un acero inoxidable dúplex expuesto al aire y sumergido en soluciones de 3% NaCl.



<sup>(4)</sup> <http://www.analisisdefractura.com/fatiga-con-corrosion/>

**FIGURA 1.4.- EFECTO DEL MEDIO Y LA FRECUENCIA EN UN ENSAYO DE FATIGA POR CORROSIÓN EN UN ACERO DÚPLEX<sup>(4)</sup>**

El mecanismo de agrietamiento por fatiga por corrosión generalizada involucra a uno o a ambos de los siguientes mecanismos en la punta de la grieta:

- Mecanismo de agrietamiento inducido por hidrogeno.
- Mecanismo de disolución anódica.

En el primer caso el hidrogeno es absorbido en la superficie del metal y luego transportado por difusión o por mecanismos de barrido de dislocación hacia una región sometida a altas tensiones en la punta de la grieta, donde ocasiona un daño localizado e incrementa la velocidad de propagación de la grieta por fatiga.

Los valores límites de intensidad de esfuerzo para que un agrietamiento ocurra son más bajos en condiciones de fatiga por corrosión que en condiciones de corrosión bajo tensión.

En el segundo caso las tasas de propagación de una grieta son mejoradas a lo largo de trayectorias susceptibles tales como los límites de grano o metal deformado en la punta de la grieta que son relativamente anódicos con respecto a la matriz circundante. En el agrietamiento por fatiga por corrosión, el mecanismo de disolución anódica depende de la ruptura de la película protectora en la punta de la grieta por el proceso de fatiga y la repasivación subsecuente de la

superficie de metal fresca y nueva expuesta. Las tasas de propagación de una grieta por fatiga por corrosión serán controladas por la tasa de disolución anódica de la superficie desnuda, la tasa de repasivación, la tasa de ruptura de la película de óxido, la tasa de transporte de la masa de reactante a la superficie disuelta, el flujo de cationes metálicos solvatados en la superficie. La tasa de pasivación es crítica en tanto que ésta debe ser lo demasiado rápida para evitar una disolución extensa, la cual conduzca a un embotamiento de la punta de la grieta y formación de picadura en vez de un avance de la grieta agudo y direccional, y debe ser lo demasiado lenta para permitir una disolución significativa en la punta de la grieta.

### **1.2.2 Caracterización de la degradación microestructural**

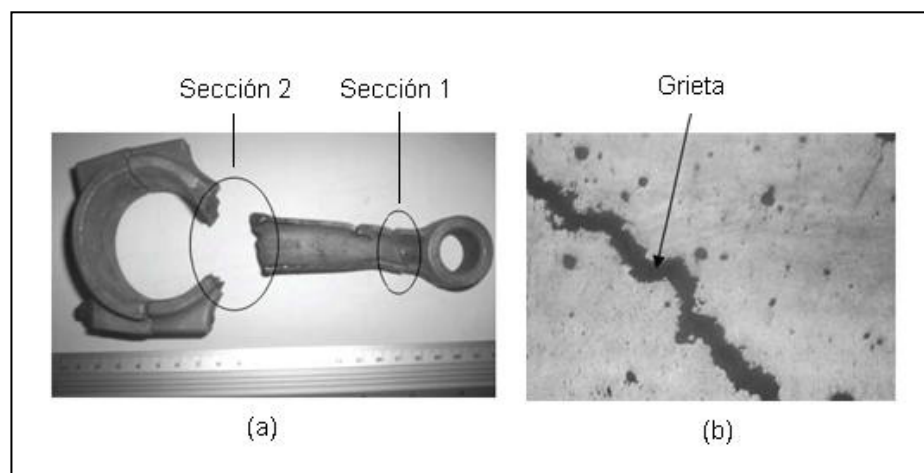
A continuación se presentará una metalografía sobre un tipo de degradación.

#### **Falla por desgaste**

Este tipo de fallas se ha observado en máquinas rotativas:

En compresores y en motores de combustión interna.

Se ha determinado que cuando no existe una adecuada lubricación en el par biela-cigüeñal, se produce un aumento del coeficiente de fricción lo cual induce cargas de flexión. Luego, el elemento biela (aleación Aluminio-Silicio) falla por cargas a flexión. En la figura 1.5, cabe destacar también que los defectos de manufactura como poros y fisuras aumentaron la concentración de esfuerzos, contribuyendo a la falla del elemento.



<sup>(5)</sup> <http://www.scielo.org.co/pdf/iei/v30n1/v30n1a22.pdf>

**FIGURA 1.5.- a) BIELA FRACTURADA EN DOS SECCIONES,  
b) MICROESTRUCTURA DE LA SECCION 2 A 100X<sup>(5)</sup>**

### **1.3 Técnicas de Trabajo**

#### **1.3.1 Réplicas Metalográficas**

Con el nombre genérico de réplica se denomina a toda película, tanto delgada como masiva, constituida generalmente por un material amorfo, que contiene los rasgos topográficos de una superficie dada.

En este proyecto se utilizarán las láminas de acetato de celulosa, que se las utiliza para hacer una réplica de una superficie pulida y atacada. Son particularmente útiles si se necesita ver la microestructura en el sitio o si el análisis con el microscopio de campo es insuficiente.

Consiste en un film de plástico reflectante con el reverso auto-adhesivo.

La réplica se realiza aplicando gotas de acetona al film y presionando fuertemente contra la superficie preparada y atacada. Tras 4 a 5 minutos, la lámina se puede retirar de la superficie y puede ser examinada en un microscopio óptico al adherirse la réplica en un portamuestras.

La metalografía mediante réplicas presenta las siguientes bondades:

- Ofrece una alta resolución, hasta 0,1  $\mu\text{m}$ .
- La lámina de acetato no se contrae.
- Es óptima para microscopía óptica.
- No se necesita de un operador con demasiada experiencia.
- Réplicas de cualquier tamaño y forma se pueden realizar.
- Permite evaluar tipos de fisuras y da una definición precisa de las mismas. En tanto que una evaluación de las mismas por partículas magnéticas da una definición grosera.
- Permite el análisis de la microestructura del componente y de esta forma conocer el posible daño sufrido durante el servicio.
- Permite valorar los cambios estructurales en una unión soldada y predecir su posible comportamiento en servicio.

### **1.3.2 Microscopio Metalográfico portátil**

Cuando la microestructura de un componente no puede ser obtenida y examinada en un laboratorio, es necesario el uso

de un equipo diseñado para poder llevarlo hasta donde sea requerido, en este caso el microscopio metalográfico portátil.

El principio de funcionamiento de estos microscopios es por luz reflejada. Este equipo presenta las siguientes características:

- Posee un sistema de iluminación operado con batería recargable.
- Es sencillo y económico y de una efectividad alta.
- Adecuado para aplicaciones de campo en donde el uso de un microscopio de mayor tamaño no es práctico.
- Es completamente versátil, no necesita electricidad y se lo puede llevar a cualquier parte donde se lo requiera.
- Es ideal para el análisis de la estructura de diferentes metales y aleaciones.
- Se puede obtener cuatro tipos de aumento: 40X, 100X, 200X y 400X.
- El equipo viene con un forro para proteger del polvo, con un paño para la limpieza de la lente, con un bulbo extra y una caja de almacenamiento de madera.

A continuación se muestra una figura del equipo en cuestión:



**FIGURA 1.6.- MICROSCOPIO METALOGRÁFICO PORTÁTIL**

#### **1.4 Tipos de Réplicas**

Las réplicas se clasifican en: réplicas de superficie y réplicas extractivas. Las réplicas de superficie proporcionan una imagen de la topografía de la superficie de la muestra mientras que las réplicas extractivas extraen partículas de la muestra.

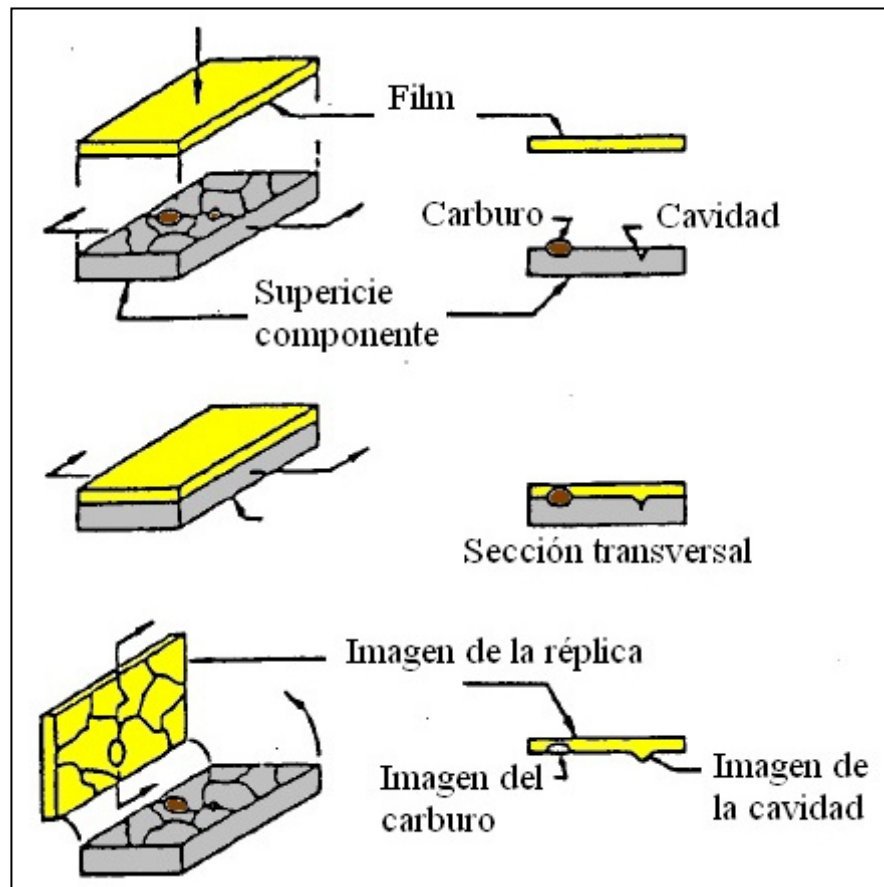
Réplicas de superficie: Estas réplicas pueden ser realizadas por métodos directos o indirectos. En el método directo o de una sola etapa, la réplica es obtenida de la superficie de la muestra y a continuación es analizada en el microscopio; mientras que en el método indirecto, la réplica final es tomada de una primera réplica



de la superficie de la muestra. En los métodos directos se utilizan materiales para réplica, de plástico, carbón u oxido. Todos los métodos directos son destructivos a excepción de los métodos con plástico y por lo tanto requieren una preparación posterior de la muestra antes de la producción de réplicas adicionales. Las réplicas plásticas son idóneas para un análisis no destructivo en una planta de trabajo; debido a su simplicidad relativa y su tiempo corto de preparación.

La técnica con réplica plástica consiste en ablandar la película plástica en un solvente, aplicar ésta a la superficie y luego permitir que ésta se endurezca cuando el solvente se evapora. Después de una remoción con cuidado de ésta desde la superficie a replicar, la película plástica contiene la imagen negativa o replica de la microestructura que puede ser directamente analizada en el microscopio de luz o después de una preparación en un microscopio electrónico.

Una cinta adhesiva a doble cara transparente, es usada para unir la réplica a una placa de vidrio y para obtener superficies de réplicas grandes, planas y sin distorsión.



<sup>(6)</sup><http://www.dspace.espol.edu.ec>

**FIGURA 1.7.- ESQUEMA DE UNA TÉCNICA CON RÉPLICA PLÁSTICA<sup>(6)</sup>**

Réplicas extractivas: Estas réplicas son utilizadas para caracterizar las partículas pequeñas que están embebidas en una matriz, tales como las partículas pequeñas en una fase secundaria en un acero. Una vez que una superficie se encuentra preparada, el primer paso en la producción de una réplica extractiva es atacar la aleación

fuertemente para dejar las partículas de interés en relieve. En la réplica extractiva con carbón positivo, una cinta de acetato de celulosa ablandada en un solvente es presionada sobre la superficie expuesta a este primer ataque. Una vez que el solvente se ha evaporado, la muestra es sometida a un segundo ataque para liberar las partículas expuestas en el primer ataque. La muestra puede ser atacada a través del plástico ya que la mayoría de los plásticos son muy permeables a las soluciones de ataque. Luego, el carbón es evaporado en vacío sobre la réplica plástica. El carbón y el plástico que contienen las partículas forman ahora una réplica positiva. El acetato de celulosa es luego disuelto, y la réplica de carbón positiva se deja secar y queda lista para ser examinada en un microscopio óptico o electrónico.

#### **1.4.1 Materiales utilizados**

La elección del material depende de la geometría del componente y de las características microestructurales del componente a ser analizadas.

Existe una gran diversidad de materiales plásticos (polímeros) que son utilizados para realizar réplicas de superficie y que son fundamentales para realizar este tipo de ensayo de

metalografía en campo, mediante un método indirecto de replicado o de dos etapas. Paradójicamente, también existen otros tipos de materiales (carbón u óxidos) que son utilizados para realizar réplicas de superficie mediante un método directo de replicado o de una etapa; pero que son utilizados en tipos de ensayos destructivos.

Entre los materiales utilizados se tienen los siguientes:

- El acetato o celuloide, que ofrece excelente resolución; pero se requieren capas de recubrimiento de metal para mejorar el contraste en el microscopio de luz.  
  
Este será el tipo de material que se empleará en la elaboración de este proyecto.
- El acrílico, este material es de observación directa no requiere de procesamiento posterior. Sin embargo presenta problemas de adhesión sobre la superficie a replicar. Cuando este problema se suscita, se suele crear una réplica compuesta: Primero se aplica una capa de laca Parlodian y sobre ésta se aplica la capa de acrílico.
- El caucho, este material es de fácil remoción pero produce una mala resolución. A diferencia de la goma

que es un derivado del caucho, el cual produce una buena resolución.

- El barniz nitrocelulósico, este material presenta excelente reproducción y resolución. Puede llegar a cubrir grandes superficies.

En un trabajo de tesis elaborado en el año 2011 en la universidad técnica de Ambato en Ecuador, bajo una técnica de prueba y error, se logró descubrir nuevos materiales polímeros alternativos los cuales podían ser utilizados como materiales replicantes con excelentes propiedades de reproducción y de resolución. A continuación la tabla 1 muestra estos materiales junto con dos parámetros que se midieron: Tiempo de polimerización (curado) y espesor de la película del material replicante.

**TABLA 1**  
**“MATERIALES POLÍMEROS REPLICANTES**  
**ALTERNATIVOS<sup>(1)</sup>”**

Material Replicante	Tiempo Polimerización (min)	Espesor Película Replicante (mm)
Goma	30	0.2
Silicón caliente	2	0.4 - 4
Resina Poliéster (amarilla)	17	2
Resina Poliéster (café)	18	2
Alcohol Polivinílico	192	0.2

### 1.5 Metodología para la Obtención de Metalografía en un Componente Mecánico.

A continuación se detallarán las diferentes etapas del proceso de obtención de una metalografía.

#### 1.5.1 Inspección Visual

La selección de las zonas críticas y representativas de posibles daños de tipo termo-mecánicos, químicos, etc, es muy importante para la detección de degradación microestructural. El conocer las zonas críticas del

---

<sup>(1)</sup> Ing. Alejandra Marlene Lascano Moreta: “Estudio de materiales alternativos para el análisis metalográfico mediante réplicas y su incidencia en el costo del ensayo metalográfico no destructivo en uniones soldadas de acero A36”, Universidad Técnica de Ambato, Ecuador, Año 2011.

componente a estudiar es muy importante, en caso de no conocerlo se debe estudiar por medio de un plano las posibles zonas críticas las cuales serán verificadas “in situ” con la inspección visual buscando daños tales como: oxidación excesiva, deformación plástica, zonas erosionadas, uniones soldadas fisuradas.

### **1.5.2 Desbaste**

Una vez seleccionadas las zonas críticas se comienza con la preparación de la superficie a estudiar.

El desbaste constituye la primera etapa de la preparación mecánica. Generalmente las superficies a examinar están cubiertas de óxido y de restos carbonosos cuya eliminación puede realizarse con una lima. Cuando los lugares a examinar son numerosos, la operación se acelera mediante el uso de una amoladora portátil, eléctrica o neumática.

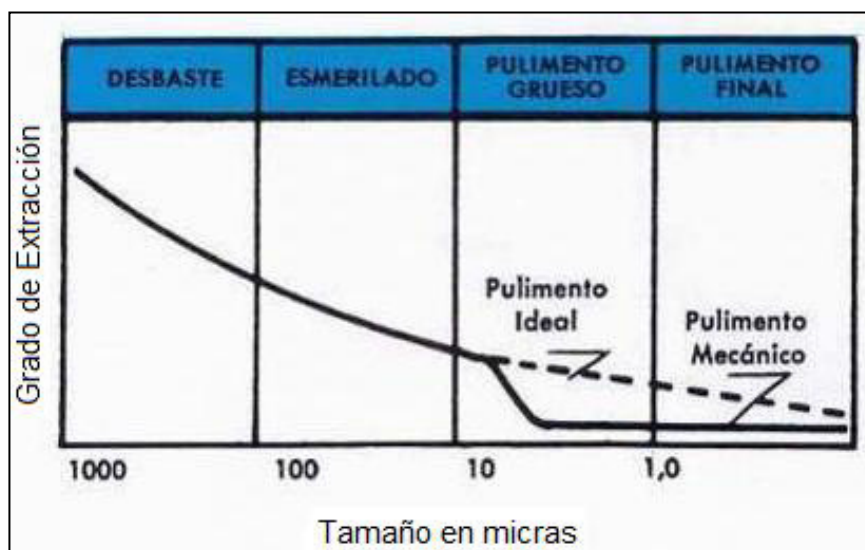
A continuación, por medio de papeles de carburo de silicio de granulometría decreciente (desbaste fino), se eliminan la zona deformada y las rayas producidas por la amoladora. Esta operación puede realizarse manualmente o mediante una pulidora portátil.

En el caso de calderas es importante tener en cuenta las transformaciones estructurales que ocurren en la superficie de dichos elementos y que restan representatividad a las zonas superficiales. Por debajo de la capa superficial, se encuentra el metal propiamente dicho que, en la zona de contacto con el óxido, aparece generalmente descarburada y con tamaño de grano superior al resto del material no afectado. Si bien la eliminación de la capa alterada es difícil de controlar, por lo general esta zona tiene una profundidad de 0,1 a 0,99 mm, en consecuencia basta remover esa cantidad de metal para llegar a la zona representativa del material.

El objetivo principal del desbaste, es lograr una superficie plana con daños mínimos que puedan ser removidos fácilmente durante el pulido en los tiempos más cortos posibles.

En la figura que se muestra a continuación, se indica el espesor de material que debe ser removido en las diferentes etapas del desbaste y del pulido.





(7) <http://www.emagister.com/curso-replicas-metalograficas-1/pasos-seguir-obtener-replica-metalografica-1>

**FIGURA 1.8.- PROFUNDIDAD DE REMOCIÓN EN LAS DIFERENTES ETAPAS DE DESBASTE Y DE PULIDO<sup>(7)</sup>**

### 1.5.3 Técnicas de Pulido

Esta etapa de pulido se realizará en función de lo que se quiere observar en la superficie metálica preparada. Existen dos alternativas posibles para el pulido en sitio:

- Pulido mecánico.
- Pulido fino electrolítico.

Pulido mecánico: Se utiliza este tipo de pulido cuando el material no admite pulido electroquímico tal es el caso de algunos componentes donde se encuentra prohibido el contacto con cualquier tipo de ácido nocivo.

En la operación de pulido mecánico se utilizan los polvos abrasivos (polvos secos, suspensiones acuosas o pastas) y los paños de pulir. La elección del paño de pulir depende esencialmente de la naturaleza específica de la probeta que ha de prepararse y de la finalidad del examen metalográfico posterior.

La textura superficial de los paños de pulir varía, desde los que no tienen pelo como la seda natural hasta aquellos que tienen pelos relativamente largos, como el terciopelo y la pana de algodón que son de aplicación muy general. En un caso intermedio se encuentran los paños de mesa de billar, los paños de lona de distinta finura y las lanas.

A continuación se hace referencia a los distintos tipos de paño de pulir y sus recomendaciones de uso:

- Paño de seda: Es recomendado para pulido inicial con abrasivos de alúmina. También se recomienda para ser usado con pasta de diamante.

- Paño de lona: Es recomendado para ser usado en pulidos iniciales con polvos de abrasivos gruesos de alúmina y carburo de silicio.
- Paño de billar: Es recomendado para pulido inicial en general, con polvos o suspensiones de alúmina, para aceros y otros materiales ferrosos.
- Paño de algodón sin pelo: Es recomendado para pulido inicial con pasta de diamante. Es especialmente recomendado para materiales blandos. También puede ser usado con alúmina o polvo de óxido de cromo.
- Paño de algodón de pelo medio: Es recomendado para pulido inicial y final de metales y de materiales cerámicos. Se usa generalmente con alúmina.
- Paño de nylon: Tejido sin pelo, es recomendado para pulido inicial para ser usado con pasta de diamante. Útil para usar con casi todos los materiales a fin de mantener la planitud de la muestra y evitar los relieves.
- Paño de rayón sintético: Las fibras están unidas a un dorso de algodón. Es el paño de pulido final más usado por los metalógrafos en la actualidad. Es recomendado usarlo con pasta de diamante y alúmina.

- Paño de lana fina y de pelo corto: Es recomendado para uso con polvo de alúmina en el pulido final.
- Paño de terciopelo sintético: Es recomendado para pulido final de metales blandos así como para aplicaciones especiales de pulido de clinkers de cemento.

A continuación se hace referencia a una gran variedad de abrasivos; así se tiene:

- La pasta de diamante: Es el abrasivo que más se aproxima al ideal. Se lo comercializa en tamaño de partículas comprendidas entre 45 a 0.25  $\mu\text{m}$ ; junto a este abrasivo se recomienda el empleo de diferentes lubricantes como el aceite de olivo, aceite de lavanda, aceites minerales de distintas viscosidades. La elección del lubricante depende mucho del tipo de metal o aleación a preparar y la naturaleza del disco sobre el que ha de realizarse el pulido.
- Óxido de Magnesio: Se lo utiliza para el pulido final de los metales blandos, tales como aluminio, magnesio y otros, o como un sustituto de la alúmina en el pulido de fundiciones y otros metales relativamente duros.

- Óxido de Aluminio (alúmina): Es el abrasivo más satisfactorio y de uso más común. Se lo comercializa en forma de polvo seco (alúmina levigada), en forma de pastas o suspensiones acuosas. La alúmina existe en tres formas cristalográficas distintas: alfa, beta y gamma. De ellas, la alfa y la gamma son las más empleadas como abrasivos. La alúmina en polvo tipo alfa, tiene una estructura cristalina hexagonal, su tamaño de partículas promedio es de 0.3  $\mu\text{m}$ . La alúmina en polvo tipo gamma es de estructura cúbica, su tamaño uniforme de partícula es menor de 0.1  $\mu\text{m}$  y es muy adecuada para el pulido final.
- Carburo de Silicio: Los polvos de carburo de silicio ( $\text{SiC}$ ), se utilizan en el desbaste y pulido de metales duros. En ciertos casos, puede reemplazar a la alúmina.
- Óxido de Cromo: El óxido de cromo ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ), se lo utiliza para el pulido de aceros al carbono y aceros inoxidable.
- Óxido de Cerio: El óxido de cerio ( $\text{CeO}$ ), se usa en la etapa de pulido final para materiales muy blandos, incluyendo al plomo, soldaduras y metales de bajo punto de fusión; así, como también, aluminio y cobre.

- Óxido de Hierro: Este abrasivo se lo comercializa en tamaños de partículas de 3  $\mu\text{m}$  para el pulido de metales blandos.
- Dicromato de Amonio calcinado (cenizas): Este abrasivo, embebido en una solución de ácido fluorhídrico al 0.5% se lo utiliza en pulido y ataque, en la preparación de aleaciones de Titanio y Circonio.

El pulido mecánico, como ya se ha dicho, está compuesto por dos etapas: Un pulido grueso (inicial) y un pulido fino (final). En ambas etapas se utilizan paños embebidos en pasta diamantada o pasta de alúmina de 6 y 1  $\mu\text{m}$  respectivamente, lubricadas con una solución 50% alcohol etílico / etilenglicol. El tiempo de preparación de cada etapa es aproximadamente 5 y 2 minutos respectivamente. Cuando se concluye el pulido grueso con pasta de 6  $\mu\text{m}$  se debe verificar haber eliminado todo tipo de raya e imperfección de las etapas anteriores.

Pulido fino electrolítico: Este tipo de pulido conocido también como electropulido, es un tipo de pulido fino y se usa ampliamente para realizar la metalografía de los aceros inoxidable, aleaciones de cobre, aleaciones de aluminio,

magnesio, zirconio y otros metales que son difíciles de pulir por los métodos mecánicos convencionales. El pulido electrolítico puede eliminar completamente todas las huellas del metal trabajado que permanecen de las operaciones de desbaste mecánico y pulido, usadas en la preparación de la muestra.

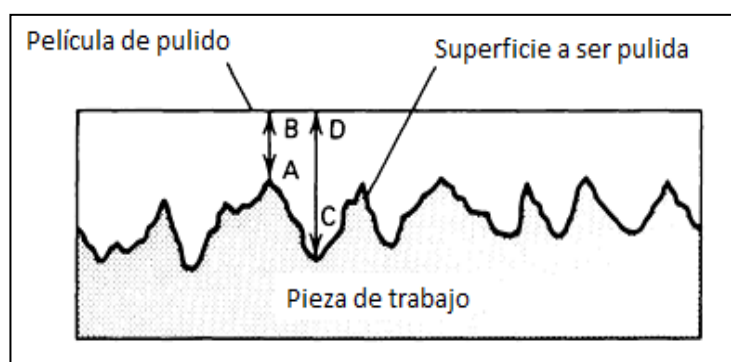
Cuando el electropulido se usa en metalografía, éste es precedido de un desbaste mecánico (y algunas veces de un pulido) y seguido por un ataque.

En el proceso de electropulido se producen dos acciones: Una acción de nivelación y una acción de abrillantamiento.

Las relaciones de corriente-voltaje también afectan los resultados del pulido y varían con los electrolitos y los metales.

La nivelación (rectificación) de la superficie es producida por una disolución preferencial de los picos de una superficie rugosa. Cuando tal superficie rugosa hace de ánodo en una celda electrolítica adecuada, una capa de líquido viscosa

inmediatamente adyacente a esta superficie es producida por la reacción entre el metal y el electrolito. Esta capa de solución, conocida como película de pulido (ver figura 1.9), tiene una mayor resistencia eléctrica que el resto de la solución. De tal manera que ésta controla la acción de nivelación.



<sup>(8)</sup> ASM Metals Handbook, Volumen 9. (1992). Metallography and Microstructures

### FIGURA 1.9.- MECANISMO DE PULIDO ELECTROLÍTICO<sup>(8)</sup>

La resistencia en el pico A, representada por la distancia A-B, será menor que en la depresión C, representada por la distancia C-D, porque la película es más fina en A-B. La corriente en A será más alta que en C, causando que el metal se disuelva más rápido en A que en C; y produciendo una superficie poco ondulada y casi plana al remover las



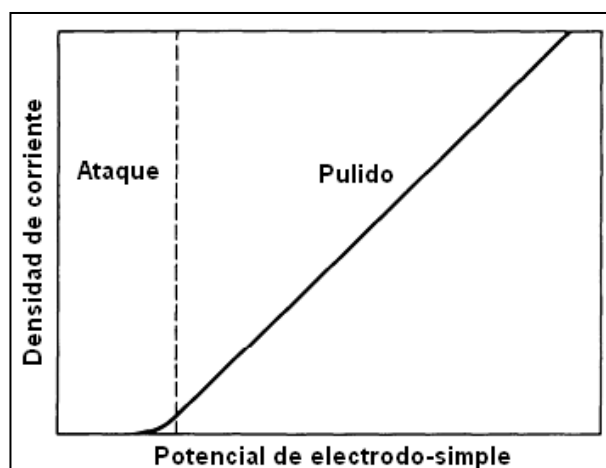
asperezas de 1  $\mu\text{m}$  o más en tamaño. Una difusión iónica y molecular más rápida a través de la película de pulido fina en A; así como diferencias en el fenómeno de polarización anódica en A y C, pueden también contribuir en la acción de nivelación.

La acción de abrillantamiento está relacionada a la eliminación de irregularidades tan pequeñas como 0.01  $\mu\text{m}$ . Esta conducta de abrillantamiento tiene que ver con la formación de una película delgada y parcialmente pasiva directamente sobre la superficie del metal.

Las condiciones de abrillantamiento y de nivelación óptimas están relacionadas a las diferencias locales de pasivación anódica en heterogeneidades y entre picos y valles secundarios, así como de los efectos de los inhibidores de pasivación que influyen en la formación de una película de óxido y evolución de gas.

Relaciones corriente-voltaje: Estas relaciones al electropulir, varían en diferentes electrolitos y para diferentes metales.

La relación simple, donde el pulido ocurre en un rango continuo extenso de corrientes y voltajes es mostrado en la figura 1.10.

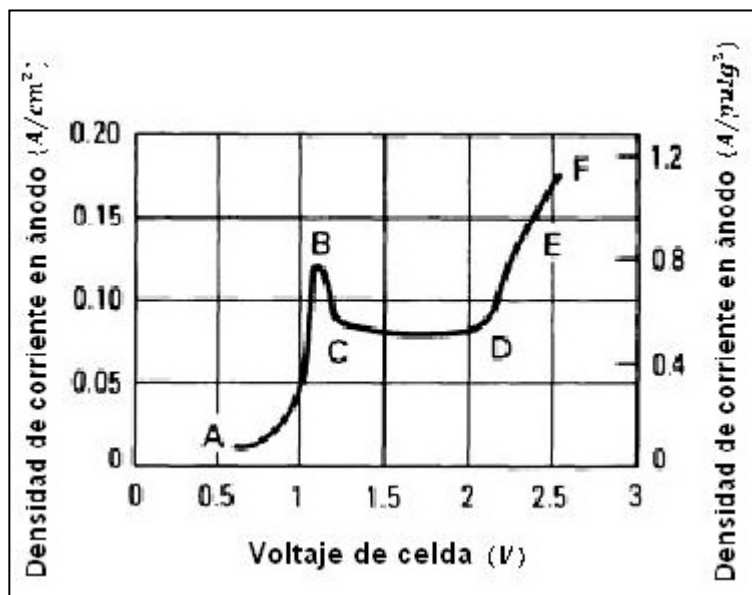


<sup>(9)</sup> ASM Metals Handbook, Volumen 9. (1992).  
Metallography and Microstructures

**FIGURA 1.10.- ELECTRÓLITO ÁCIDO PERCLÓRICO CON ACCIÓN DE PULIDO EN AMPLIO RANGO DE VOLTAJES Y CORRIENTES<sup>(9)</sup>**

A bajos voltajes, una película se forma sobre la superficie y poca corriente o nada de corriente pasa. Por lo tanto, un ataque se produce; pero no un pulido. A voltajes más altos, el pulido ocurre. Los electrolitos de ácido perclórico usados para el aluminio guardan esta relación.

Una relación más compleja que frecuentemente es encontrada, se ilustra en la figura 1.11.



<sup>(10)</sup> ASM Metals Handbook, Volumen 9. (1992). Metallography and Microstructures

**FIGURA 1.11.- VOLTAJE DE CELDA COMO FUNCION DE LA DENSIDAD DE CORRIENTE EN ÁNODO PARA ELECTROPULIR COBRE EN  $H_3PO_4$  USANDO CIRCUITO POTENCIOMÉTRICO<sup>(10)</sup>**

Cinco regiones distintas se pueden distinguir en la curva voltaje de celda. En la región A-B, la densidad de corriente aumenta con el potencial, algo de metal se disuelve, y la superficie tiene la apariencia de atacada, de coloración gris, mate. La región B-C refleja una condición inestable; mientras la región C-D indica una condición estable. En este escenario la película de pulido formada anteriormente alcanza el equilibrio y el pulido se produce. Durante la etapa de pulido, la densidad de corriente permanece constante.

Óptimas condiciones de pulido ocurren a lo largo de C-D, cercano a D. En la región D-E, burbujas de gas se mezclan lentamente, rompiendo la película de pulido y causando picadura severa. Un pulido con una rápida evolución de gas es representado por la región E-F.

Electrólitos de mezcla de ácidos: Ácido sulfúrico y ácido fosfórico, trióxido de cromo y ácido acético usados para aceros inoxidables también presentan la relación compleja y multietapas mostrada en la figura 1.11.

Para que las curvas de corriente-voltaje se establezcan, metal suficiente debe disolverse por electrólisis para que se produzca una condición de estado estable en el ánodo.

Electrólitos: Los electrólitos apropiados para propósitos metalográficos son generalmente mezclas de ácidos tales como fosfórico, sulfúrico y perclórico en soluciones ionizantes como el agua, ácido acético o alcohol. La glicerina, butilglicol, urea, etc., son adicionados para incrementar la viscosidad.

Los metales (las muestras), los cuales forman hidróxidos altamente solubles, son preparados con soluciones alcalinas

mientras que, aquellos que forman cianuros altamente solubles, son tratados con cianuros.

Las características principales que debe presentar un electrolito son:

- Debe tener una baja viscosidad, ya que ello determina la calidad del pulido.
- Debe ser un buen disolvente para la muestra de prueba (ánodo).
- De ser posible, en ausencia de corriente, no debe atacar al metal (muestra) en cuestión.
- Debe ser óptimo si puede utilizarse a temperatura ambiente.
- Debe ser estable y seguro durante su manejo.

#### **1.5.4 Revelado de la Microestructura**

El ataque es utilizado para revelar la microestructura de una muestra bajo un microscopio óptico.

Una muestra pulida, usualmente no exhibirá su microestructura porque la luz del microscopio es reflejada uniformemente y el ojo humano no puede discernir las pequeñas diferencias de reflectividad. Es por este motivo que

un contraste de imagen debe de producirse y esto es lo que se conoce como ataque.

El ataque no siempre se refiere a una disolución química selectiva de varias características estructurales.

Los métodos de contraste metalográfico involucran a las técnicas de ataque electroquímicas, ópticas y físicas.

El ataque tiene un único objetivo: Producir una estructura con suficiente contraste para delinear tantos detalles como sean posibles.

Los procedimientos de ataque metalográfico para lograr contraste se clasifican en: métodos destructivos y métodos no destructivos.

Ataque químico: Es un método de ataque destructivo y es una de las técnicas más viejas y más comúnmente aplicadas para producir contraste microestructural. En esta técnica, el atacante (electrólito) reacciona con la muestra sin el uso de una corriente externa suministrada. El ataque se produce por

la disolución selectiva de acuerdo a las características electroquímicas de los constituyentes microestructurales.

Ataque electrolítico: Es un método de ataque destructivo. En el ataque electrolítico un potencial eléctrico es aplicado a la muestra usando un circuito externo. Durante el ataque electrolítico, iones del metal positivo dejan la superficie de la muestra y se difusionan en el electrolito y un número equivalente de electrones permanecen en el material. Esto hace que se produzca un ataque directo. Una disolución de la muestra sin la formación de una capa precipitada ocurre en esta instancia.

El ataque electrolítico puede ser realizado en algunas aplicaciones, una vez concluida la operación de electropulido, utilizando el 10% del voltaje de electropulido en un tiempo de electrólisis de unos pocos segundos. Y con ciertos electrolitos las dos etapas: pulido y ataque electrolítico se pueden realizar simultáneamente.

Los reactivos adecuados para el ataque metalográfico se componen de ácidos orgánicos o inorgánicos, álcalis de varias clases y otras sustancias más complejas, disueltas en

disolventes apropiados como agua, alcohol, glicerina, glicol o mezcla de varios disolventes. La actividad y comportamiento general de los distintos reactivos, está relacionado con las siguientes características:

- Concentración de iones hidrógeno.
- Capacidad del reactivo para manchar preferentemente a uno o más de los constituyentes estructurales.



# CAPÍTULO 2

## 2. MONTAJE DE LA INFRAESTRUCTURA

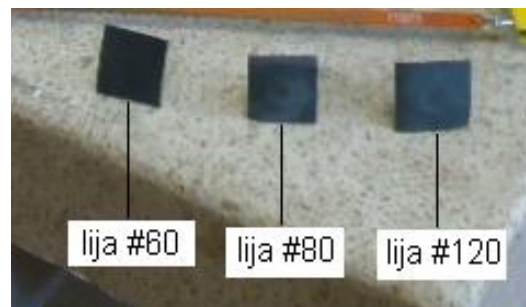
La infraestructura estará compuesta por los siguientes componentes:

### 2.1 Desbaste

Desbaste Grueso: En esta operación se utilizarán la amoladora con disco para desbaste y los papeles abrasivos (lijas) de carburo de silicio #60, #80, #120.



**FIGURA 2.1.- AMOLADORA Y DISCO DE DESBASTE PARA  
DESBASTE GRUESO**



**FIGURA 2.2 LIJAS ACOPLADAS AL EQUIPO PORTÁTIL PARA DESBASTE GRUESO**

Desbaste Fino: Para esta operación se utilizarán los papeles abrasivos de carburo de silicio #220, #320, #400, #600.



**FIGURA 2.3.- LIJAS ACOPLADAS AL EQUIPO PORTÁTIL PARA DESBASTE FINO**



**FIGURA 2.4.- EQUIPO PORTÁTIL PARA DESBASTE Y PULIDO**

## **2.2 Pulido Mecánico y Electrolítico**

Pulido mecánico: Para la operación de pulido grueso se empleará paño sin pelo tal como el nylon o la lona y como abrasivo se empleará la pasta de diamante de 9 o 6  $\mu\text{m}$ , o pasta de alúmina de 5  $\mu\text{m}$ . En tanto que para la operación de pulido fino se empleará paño de pelo largo o medio, como el rayón sintético, el terciopelo, la felpa; y como abrasivo se empleará pasta de diamante de 3, 1 o 0.25  $\mu\text{m}$ , o pasta de alúmina de 1  $\mu\text{m}$ .

Pulido fino electrolítico: En esta operación se utilizará una celda electrolítica compuesta por los siguientes componentes: Una fuente de energía portátil con voltaje continuo regulable hasta 30 voltios y capacidad hasta 5 A de corriente continua, un electrodo con punta

semiesférica de cobre, de radio 16 mm, que es el cátodo, la pieza de trabajo (tubería) que es el ánodo y un electrólito, que según el material (especificación ASTM A106 Grado B) que se desea electropulir, se empleará la siguiente fórmula química según la norma ASTM E1558: Ácido perclórico al 60%, 6 ml diluido en ácido acético glacial 94 ml, total 100 ml de electrólito.



**FIGURA 2.5.- CELDA ELECTROLÍTICA PARA REALIZAR ELECTROPULIDO**



**FIGURA 2.6.- COMPUESTOS QUÍMICOS UTILIZADOS PARA LA PREPARACIÓN DE ELECTRÓLITOS PARA ELECTROPULIDO**

### **2.3 Revelado de la Microestructura**

En esta operación se prepararán una variedad de electrolitos según el estándar ASTM E407, a los cuales según lo que establezca el estándar se les aplicará o no, un potencial eléctrico por medio de una fuente de alimentación de corriente continua; que permitirán realizar el revelado de la microestructura general del material que es un acero ASTM A106 Grado B; el cual es un acero de baja aleación, bajo contenido de carbono y resistente a altas temperaturas.

A continuación la tabla 2 muestra dos tipos de electrolitos que se elaborarán en la realización de este proyecto:

**TABLA 2**  
**“ATACANTES PARA EL REVELADO DE LA MICROESTRUCTURA DE ACERO ASTM A106 GRADO B”**

METAL	N° ATACANTE	COMPOSICIÓN	USO	PROCEDIMIENTO
Aleación de Fe: Fe + <1C + <4% elementos aleantes	74a	1-5 ml HNO <sub>3</sub> , 100 ml etanol 95% o metanol 95%	Revela estructura general	La velocidad de ataque aumenta, la sensibilidad disminuye con alto porcentaje de HNO <sub>3</sub> . Sumergir pocos segundos hasta 1 min.
Aceros de alta temperatura	97	45 gr KOH, 60 ml agua	Revela estructura general	Para ataque electrolítico, mantener tensión a 2.5 V por pocos segundos. Tiñe las fases $\sigma$ y $\chi$ de amarillo a café rojizo, la ferrita de gris a gris azulado.

## 2.4 Obtención de la Metalografía

En esta etapa se tomarán réplicas metalográficas en láminas de acetato con soporte de aluminio.



**FIGURA 2.7.- LÁMINAS DE ACETATO CON SOPORTE DE ALUMINIO**



**FIGURA 2.8.- INFRAESTRUCTURA DE METALOGRAFÍA DE CAMPO**

# CAPÍTULO 3

## 3. MANUAL DE PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE MICROESTRUCTURAS MEDIANTE RÉPLICAS

### 3.1 Preparación de Muestras Metalográficas bajo Estándar ASTM E3

#### Desbaste y pulido.

1. Algunos metales y aleaciones podrán ser preparados utilizando la misma secuencia de pasos en las operaciones de desbaste y de pulido. Las aleaciones duras podrán requerir una mayor presión que las aleaciones blandas. Las mayores diferencias se establecerán en el pulido final. Algunos metales y aleaciones requerirán de combinaciones específicas de abrasivos y material de soporte (paños de pulido).



2. La operación de desbaste podrá ser hecha de muchas maneras, variando desde el rozamiento de una muestra sobre una pieza estacionaria con papel abrasivo (método manual), hasta el uso de equipos automáticos. La elección del método dependerá del número y tipo de muestras a ser hechas, de las condiciones financieras y los requerimientos de planitud y uniformidad en la muestra.

2.1 Las designaciones de tamaño de las mallas de abrasivos que se utilizan, están expresadas en las unidades de los sistemas ANSI / CAMI (American National Standards Institute / Coated Abrasives Manufacturers Institute) con la unidad correspondiente en el sistema FEPA (European Federation of Abrasives Producers). A continuación la tabla 3 provee una correlación entre estos dos sistemas.

**TABLA 3**  
**“GUÍA COMPARATIVA DEL GRADO DE MALLA**  
**EUROPA/EEUU<sup>(2)</sup>”**

FEPA		ANSI / CAMI	
Número de malla	Tamaño (µm)	Número de malla	Tamaño (µm)
P120	125,0	120	116,0
P150	100,0	180	78,0
P220	68,0	220	66,0
P240	58,5	...	...
P280	52,2	240	51,8
P320	46,2	...	...
P360	40,5	280	42,3
P400	35,0	320	34,3
P500	30,2	...	...
P600	25,8	360	27,3
P800	21,8	400	22,1
P1000	18,3	500	18,2
P1200	15,3	600	14,5
P1500	12,6	800	11,5
P2000	10,3	1000	9,5
P2500	8,4	1500	8,0
P4000	5,0	...	...

2.2 La operación de desbaste deberá iniciarse con una piedra esmeril, con una pletina o con un papel abrasivo, el más grueso, capaz de rectificar la muestra y eliminar los efectos de las operaciones anteriores, como en la operación de corte. Luego los pasos subsiguientes deberán eliminar los efectos anteriores en un tiempo corto. El desbaste consiste en dos escenarios: un desbaste grueso y un desbaste fino.

2.3 El desbaste grueso (malla 240 y mallas más gruesas) podrá ser realizado en correas, ruedas rotativas o piedra

<sup>(2)</sup> ASTM E3: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens

esmeril. En algunos casos, abrasivos de diamante serán utilizados en pletinas rígidas.

- 2.4 En la operación de desbaste fino, el daño a la muestra proveniente del desbaste grueso deberá ser eliminado. La muestra será desbastada sucesivamente ya sea en papeles abrasivos más finos (usando agua para eliminar las rebabas y actuar como un refrigerante) o en un disco rígido o en un paño cargado con el abrasivo adecuado.
- 2.5 Después que la operación de desbaste se haya realizado completamente, la muestra deberá ser limpiada completamente. Una limpieza ultrasónica en solución jabonosa con inhibidor de corrosión, resultará beneficioso.
3. La operación de pulido se distingue de la operación de desbaste por el uso de abrasivos sueltos ( $\leq 6 \mu\text{m}$ ) embebidos en una superficie de apoyo lubricada apropiadamente. La elección del abrasivo, el lubricante y el paño de pulido dependerá del metal y de cuál sea el objetivo de la investigación.

El pulido puede ser de dos maneras: pulido grueso y pulido final.

- 3.1 El pulido grueso será suficiente para evaluar tamaño de grano y dureza por micro indentación.
- 3.2 El pulido fino se lo podrá realizar con partículas de diamante o con una solución de óxido o con ambos. La elección del tipo y tamaño del abrasivo estará determinado por la dureza de la muestra. Para algunos grados de acero, las partículas de diamante de 1  $\mu\text{m}$  serán suficientes. En cambio, aceros más blandos y materiales no ferrosos requerirán un paso de pulido adicional con una solución de óxido o una suspensión de  $\text{SiO}_2$  o  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Los paños que se empleen en el pulido fino serán más suaves y de tamaño de lana más grande que los que se empleen para el pulido grueso. Por lo tanto, el tiempo de pulido y la fuerza deberá ser mantenida en un mínimo para evitar defectos tales como: Bordes redondeados y relieves.
- 3.3 Las operaciones de pulido podrán ser realizadas por: Métodos manuales y automáticos (los preferidos).

#### Métodos automáticos

Las mayores ventajas de los procedimientos de desbaste y pulido automático son la calidad consistente de la preparación de la muestra y la disminución sustancial en el tiempo.

La tabla 4 muestra un método de preparación automática tradicional. Este método utiliza papeles convencionales de SiC para el desbaste y es adecuado para todos los materiales, hasta los más duros.

La tabla 5 y la tabla 6 son métodos de preparación que utilizan discos de desbaste rígidos o paños para el desbaste fino.

El método de la tabla 5 se ha demostrado ser efectivo para la preparación de materiales con una dureza mayor a 45HRC. El método de la tabla 6 puede ser usado para la preparación de materiales con una dureza menor a 45HRC.

**TABLA 4**  
**“MÉTODO 1 DE PREPARACIÓN (USO GENERAL)<sup>(3)</sup>”**

Superficie	Lubricante	Abrasivo Tipo/Tamaño ANSI (FEPA)	Tiempo (Seg)	Fuerza N (lbf)	Platina (RPM)	Rotacion
<b>Desbaste Grueso</b>						
Papel/Piedra	Agua	SiC/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Malla 120 - 320 (P120 - 400)	15 - 45	20 - 30 (5 - 8)	200 - 300	CO
<b>Desbaste Fino</b>						
Papel	Agua	SiC Malla 240 (P220)	15 - 45	20 - 30 (5 - 8)	200 - 300	CO
Papel	Agua	SiC Malla 320 (P500)	15 - 45	20 - 30 (5 - 8)	200 - 300	CO
Papel	Agua	SiC Malla 600 (P1200)	15 - 45	20 - 30 (5 - 8)	200 - 300	CO
<b>Pulido Grueso</b>						
Paño lana pequeña/sin lana	Lubricante Compatible	Diamante 6µm	120 - 300	20 - 30 (5 - 8)	100 - 150	CO
<b>Pulido Final</b>						
Paño lana mediana/lana grande	Lubricante Compatible	Diamante 1µm	60 - 120	10 - 20 (3 - 5)	100 - 150	CO
Gamuza sintetica	Agua	Silice Coloidal 0,04 µm o Alumina 0,05 µm	30 - 60	10 - 20 (3 - 5)	100 - 150	CONTRA

<sup>(3)</sup> ASTM E3: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens

**TABLA 5**  
**“MÉTODO 2 DE PREPARACIÓN PARA MATERIALES MÁS**  
**DUROS  $\geq$  45HRC (450HV)<sup>(4)</sup>”**

Superficie	Lubricante	Abrasivo Tipo/Tamaño ANSI (FEPA)	Tiempo (Seg)	Fuerza N (lbf)	Platina (RPM)	Rotacion
<b>Desbaste Grueso</b>						
Papel/Piedra	Agua	SiC/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Malla 120 - 320 (P120 - 400)	15 - 45	20 - 30 (5 - 8)	200 - 300	CO
<b>Desbaste Fino</b>						
Disco rígido	Lubricante Compatible	Diamante 6 - 15 $\mu$ m	180 - 300	20 - 30 (5 - 8)	200 - 300	CO
<b>Pulido Grueso</b>						
Paño lana pequeña/sin lana	Lubricante Compatible	Diamante 3 - 6 $\mu$ m	120 - 300	20 - 30 (5 - 8)	100 - 150	CO
<b>Pulido Final</b>						
Paño lana mediana/lana grande	Lubricante Compatible	Diamante 1 $\mu$ m	60 - 120	10 - 20 (3 - 5)	100 - 150	CO
Gamuza sintetica	Agua	Silice Coloidal 0,04 $\mu$ m o Alumina 0,05 $\mu$ m	30 - 60	10 - 20 (3 - 5)	100 - 150	CONTRA

**TABLA 6**  
**“MÉTODO 3 DE PREPARACIÓN PARA MATERIALES MÁS**  
**BLANDOS  $\leq$  45HRC (450HV)<sup>(5)</sup>”**

Superficie	Lubricante	Abrasivo Tipo/Tamaño ANSI (FEPA)	Tiempo (Seg)	Fuerza N (lbf)	Platina (RPM)	Rotacion
<b>Desbaste Grueso</b>						
Papel/Piedra	Agua	SiC/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> Malla 120 - 320 (P120 - 400)	15 - 45	20 - 30 (5 - 8)	200 - 300	CO
<b>Desbaste Fino</b>						
Paño de Nylon pesado	Lubricante Compatible	Diamante 6 - 15 $\mu$ m	180 - 300	20 - 30 (5 - 8)	200 - 300	CO
<b>Pulido Grueso</b>						
Paño lana pequeña/sin lana	Lubricante Compatible	Diamante 3 - 6 $\mu$ m	120 - 300	20 - 30 (5 - 8)	100 - 150	CO
<b>Pulido Final</b>						
Paño lana mediana/lana grande	Lubricante Compatible	Diamante 1 $\mu$ m	60 - 120	10 - 20 (3 - 5)	100 - 150	CO
Gamuza sintetica	Agua	Silice Coloidal 0,04 $\mu$ m o Alumina 0,05 $\mu$ m	30 - 60	10 - 20 (3 - 5)	100 - 150	CONTRA

---

(4) y (5) ASTM E3: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens

### 3.2 Pulido Ectrolítico bajo Estándar ASTM E1558

#### Ventajas del pulido electrolítico

- Para algunos metales, un acabado de superficie de alta calidad puede ser producido; que es equivalente al, o mejor que el obtenido por métodos mecánicos.
- Puede haber un enorme ahorro de tiempo, si algunas muestras del mismo material son pulidas secuencialmente.
- Metales blandos de fase simple, los cuales pueden ser difíciles de pulir por métodos mecánicos, pueden ser exitosamente electropulidos.

#### Desventajas del pulido electrolítico

- La tasa de pulido en áreas adyacentes a varias heterogeneidades, tales como inclusiones no metálicas y cavidades, es usualmente mayor que en la matriz circundante y tiende a exagerar el tamaño de las inclusiones y las cavidades.
- Defectos pueden ser producidos por electropulido.
- Las superficies electropulidas de ciertos materiales pueden ser pasivas y difíciles de atacar.

### **Precauciones de seguridad generales**

1. Antes de usar o mezclar cualquier químico, todas las etiquetas del producto y hojas de dato de seguridad del material (MSDS, según sus siglas en inglés) deberán ser leídas y comprendidas acerca de todos los peligros y precauciones de seguridad a ser observados.
  - 1.1 Todas las personas que usen cualquier electrólito deberán estar completamente familiarizado con todos los químicos involucrados y el adecuado procedimiento de manejo, mezclado y preparación de cada químico; así como de cualquier combinación de ellos.
2. Algunas sugerencias básicas para el manejo y disposición de los electrólitos y sus ingredientes son las siguientes:
  - 2.1 Cuando vacíe, mezcle o use electrólitos, siempre deberá usarse equipo de protección adecuado (gafas, guantes, mandil, etc.).
  - 2.2 Se usarán dispositivos adecuados (vidrio o plástico) para pesar, medir, mezclar y almacenar soluciones.
  - 2.3 Cuando se mezclen los electrólitos, se agregarán los reactivos a los solventes.
  - 2.4 Cuando se use un electrólito, siempre se evitará el contacto físico directo con el electrólito y la muestra. Se



usarán tenazas o algún otro método indirecto para manejo de las muestras.

- 2.5 En general, será una buena práctica trabajar bajo una campana extractora de gases adecuadamente diseñada. Esto es indispensable con aquellos electrólitos que emiten vapores tóxicos.
  - 2.6 El metanol produce peligro de envenenamiento. Cuando se tenga etanol o metanol como alternativas, el etanol será el solvente de preferencia. Metanol deberá usarse en una campana extractora adecuadamente diseñada.
  - 2.7 Se almacenarán y se dispondrán de los químicos de acuerdo a las recomendaciones del fabricante. Observar las precauciones impresas en los envases del reactivo.
  - 2.8 Información pertinente a peligros de toxicidad y precauciones de trabajo de los químicos, solventes, ácidos o bases usados (tales como los MSDS), deberán estar disponibles para una consulta rápida.
3. Electrólitos que contienen ácido perclórico y anhídrido acético son muy peligrosos al mezclar y pueden ser impredecibles al usar.
  4. Después de cierto uso, cualquier electrólito se quedará muy cargado con los iones de los metales pulidos. Estos iones

pueden interferir en el pulido a futuro, por lo que deberá ser desechado de acuerdo con las regulaciones apropiadas.

5. Precauciones de seguridad específicas para cada grupo de electrolitos:

5.1 Los electrolitos recomendados para uso están clasificados en ocho grupos. Sus componentes químicos están escritos en el orden que se produce la mezcla. Este orden ha sido realizado para prevenir posibles reacciones peligrosas. Los electrolitos han sido hechos para ser usados en el rango de temperatura entre 18°C y 27°C. Un enfriamiento podrá ser necesario para mantener este rango de temperatura durante su uso.

5.2 Grupo I (Electrolitos compuestos por ácido perclórico y alcohol (metanol o etanol) con o sin adiciones orgánicas)

5.3 Grupo II (Electrolitos compuestos por ácido perclórico y ácido acético glacial): Al mezclar, el ácido perclórico deberá añadirse al ácido acético removiendo. Estas mezclas son normalmente seguras al mezclar y usar. La temperatura no deberá permitirse que exceda los 29°C. Estas mezclas son inflamables.

5.4 Grupo III (Electrolitos compuestos por ácido fosfórico en agua o solventes orgánicos): Al mezclar, el ácido deberá

ser lentamente vaciado en el solvente con un removimiento constante para prevenir la formación de una capa pesada de ácido en la parte inferior del recipiente.

5.5 Grupo IV (Electrólitos compuestos por ácido sulfúrico en agua o solventes orgánicos): Esta mezcla produce una gran reacción exotérmica. El ácido deberá ser añadido al agua lentamente y con constante removimiento. Un enfriamiento será necesario. Deberá tenerse mucho cuidado para prevenir salpicaduras. Soluciones diluidas de ácido sulfúrico atacan fuertemente a la piel y la ropa. Mezclas de ácido sulfúrico con otros ácidos inorgánicos son más útiles como electrólitos.

5.6 Grupo V (Electrólitos compuestos de trióxido de cromo en agua): El ácido crómico que resulta de la adición de trióxido crómico en agua, no produce una mezcla segura con la mayoría de líquidos orgánicos como los alcoholes o glicerolos. Puede producirse una mezcla segura con ciertos ácidos orgánicos saturados pero no deberá de mezclarse con ácido acético. Deberá tenerse cuidado de prevenir su contacto con la piel ya que ocasiona ulceraciones dolorosas que tardan en curar. El trióxido de cromo es un veneno para el ser humano y es cancerígeno.

- 5.7 Grupo VI (Mezclas de ácidos o sales en agua o soluciones orgánicas): Deberá recordarse que en todos los casos, el ácido deberá añadirse al solvente lentamente y con constante removimiento. Si ácido sulfúrico está en la fórmula, éste será añadido al final con un cuidado particular. En aquellos electrólitos que contienen cloruro de aluminio anhidro, extremo cuidado debe tenerse. La reacción entre este compuesto y el agua es casi explosiva.
- 5.8 Grupo VII (Electrólitos alcalinos): Estas mezclas pueden ser agrupadas en dos categorías generales, aquellas que contienen cianuro y aquellas que no contienen.

El uso de cianuro es extremadamente peligroso. Los cianuros están entre los venenos más potentes y de acción más rápida que se pueden encontrar en un laboratorio.

Las soluciones de hidróxidos álcali son muy útiles para el pulido de ciertos metales anfóteros. Su ataque en la piel es drástico. La disolución de hidróxido de sodio en agua produce un calor excesivo. Se añadirán los gránulos al

agua un poco a la vez con un constante removimiento hasta lograr la concentración requerida.

Si la temperatura aumenta, se hará enfriar la solución a temperatura ambiente antes de añadir más hidróxido.

#### 5.9 Grupo VIII (Mezclas de alcohol metílico y ácido nítrico):

Mezclas por arriba hasta 33% de ácido nítrico se podrán mezclar con metanol y ser almacenadas con aparente seguridad. Ácido nítrico no podrá ser mezclado y almacenado con seguridad con cualquier alcohol superior excepto en soluciones muy diluidas (por ejemplo, no se almacenarán soluciones con más de 3% ácido nítrico en etanol). Debido a su naturaleza peligrosa, estas mezclas no deberán ser empleadas si su uso puede evitarse.

A continuación se presentan algunas tablas con los diferentes grupos de electrólitos para realizar electropulido en diferentes tipos de materiales:

**TABLA 7**  
**“ELECTRÓLITOS PARA ELECTROPULIDO DE ACERO AL**  
**CARBONO<sup>(6)</sup>”**

<b>Fórmula</b>	<b>Voltaje de Celda (Voltios)</b>	<b>Tiempo (Seg)</b>	<b>Notas</b>
etanol 95% 800ml, agua destilada 140ml, ácido perclórico 60% 60ml	35-65	15-60	
etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, ácido perclórico 30% 200ml	30-65	15-60	una de las mejores fórmulas de uso universal
metanol absoluto 600ml, butil cellosolve 360ml, ácido perclórico 60ml	30-40	5-60	bueno para todo propósito de electropulido
etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, agua 137ml, ácido perclórico 62ml	20	20	Mezclar etanol y agua, añadir ácido perclórico con cuidado. Luego añadir butil cellosolve antes de usar.
ácido acético glacial 940ml, ácido perclórico 60% 60ml	20-60	1-5 min	electrólito bueno para propósito general
ácido acético glacial 900ml, ácido perclórico 60% 100ml	12-70	0.5-2 min	
ácido acético glacial 800ml, ácido perclórico 60% 200ml	40-100	1-15 min	
ácido acético glacial 1000ml, ácido perclórico 50ml			
dietilenglicol monoetil éter 500ml, ácido fosfórico 85% 500ml	5-20	5-15 min	120 °F
agua 140ml, glicerina 100ml, ácido fosfórico 95% 430ml, ácido sulfúrico 330ml		1-5 min	1-5A/cm <sup>2</sup> , > 100 °F

<sup>(6)</sup> ASTM E1558: Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens

**TABLA 8**  
**“ELECTRÓLITOS PARA ELECTROPULIDO DE ACERO**  
**INOXIDABLE<sup>(7)</sup>”**

<b>Fórmula</b>	<b>Voltaje de Celda (Voltios)</b>	<b>Tiempo (Seg)</b>	<b>Notas</b>
etanol 95% 800ml, agua destilada 140ml, ácido perclórico 60% 60ml	35-65	15-60	
etanol 95% 800ml, ácido perclórico 60% 200ml	35-80	15-60	
etanol 95% 700ml, glicerina 100ml, ácido perclórico 30% 200ml	15-80	15-60	electrólito de uso universal
etanol 95% 940ml, ácido perclórico 65% 60ml	30-45	15-60	
metanol absoluto 600ml, butil cellosolve 360ml, ácido perclórico 60ml	30-40	5-60	bueno para todo propósito de electropulido
etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, agua 137ml, ácido perclórico 62ml	20	20	Mezclar etanol y agua, añadir ácido perclórico con cuidado. Luego añadir butil cellosolve antes de usar
ácido acético glacial 940ml, ácido perclórico 60% 60ml	20-60	1-5 min	electrólito para propósito general
agua 300ml, ácido fosfórico 85% 700ml	1.5-1.8	5-15 min	cátodo de cobre

<sup>(7)</sup> ASTM E1558: Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens

Continuación: **Tabla 8**

<b>Fórmula</b>	<b>Voltaje de Celda (Voltios)</b>	<b>Tiempo (Seg)</b>	<b>Notas</b>
agua 250ml, ácido sulfúrico 750ml	1.5-6	1-2 min	
agua 400ml, ácido sulfúrico 600ml	1.5-6	2-6 min	
agua 750ml, ácido sulfúrico 250ml	1.5-6	2-10 min	
agua 70ml, glicerina 200ml, ácido sulfúrico 720ml	1.5-6	0.5-5 min	
agua 220ml, glicerina 200ml, ácido sulfúrico 580ml	1.5-12	1-20 min	
agua 830ml, ácido crómico 620g	1.5-9	2-10 min	
ácido fosfórico 85% 600ml, ácido sulfúrico 400ml			
agua 150ml, ácido fosfórico 85% 300ml, ácido sulfúrico 650ml		2 min	0.3A/cm <sup>2</sup>
agua 240ml, ácido fosfórico 85% 420ml, ácido sulfúrico 340ml		2-10 min	0.1-0.2A/cm <sup>2</sup>
agua 330ml, ácido fosfórico 85% 550ml, ácido sulfúrico 120ml		1 min	0.05A/cm <sup>2</sup>
agua 200ml, glicerina 590ml, ácido fosfórico 85% 100ml, ácido sulfúrico 110ml		5 min	1A/cm <sup>2</sup> de 80 a 120 °F



Continuación: **Tabla 8**

<b>Fórmula</b>	<b>Voltaje de Celda (Voltios)</b>	<b>Tiempo (Seg)</b>	<b>Notas</b>
agua 260ml, ácido crómico 175g, ácido fosfórico 85% 175ml, ácido sulfúrico 580ml		30 min	0.6A/cm <sup>2</sup> de 80 a 120 °F
agua 175ml, ácido crómico 105g, ácido fosfórico 85% 460ml, ácido sulfúrico 390ml		60 min	0.5A/cm <sup>2</sup> de 80 a 120 °F
agua 240ml, ácido crómico 80g, ácido fosfórico 85% 650ml, ácido sulfúrico 130ml		5-60 min	0.5A/cm <sup>2</sup> de 100 a 130 °F
agua 210ml, ácido fluorhídrico 180ml, ácido sulfúrico 610ml		5 min	0.5A/cm <sup>2</sup> de 70 a 120 °F
peróxido de hidrógeno 30% ( <b>cuidado</b> ) 260ml, ácido fluorhídrico 240ml, ácido sulfúrico 500ml		5 min	0.5A/cm <sup>2</sup> ( <b>cuidado</b> ) <b>peligroso</b>
agua 520ml, ácido fluorhídrico 80ml, ácido sulfúrico 400ml		0.5-4 min	0.08-0.3A/cm <sup>2</sup>
agua 600ml, ácido crómico 180g, ácido nítrico 60ml, ácido clorhídrico 3ml, ácido sulfúrico 240ml			
metanol (absoluto) 660ml, ácido nítrico 330ml	40-70	10-60	muy útil pero peligroso

**TABLA 9**  
**“ELECTRÓLITOS PARA ELECTROPULIDO DE ACEROS**  
**ESPECIALES<sup>(8)</sup>”**

<b>Material</b>	<b>Fórmula</b>	<b>Voltaje de Celda (Voltios)</b>	<b>Tiempo (Seg)</b>	<b>Notas</b>
Acero aleado	etanol 95% 800ml, agua destilada 140ml, ácido perclórico 60% 60ml	35-65	15-60	
Fundición de hierro	etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, ácido perclórico 30% 200ml	30-65	15-60	una de las mejores fórmulas de uso universal
Aleaciones resistentes al calor	etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, ácido perclórico 30% 200ml	30-65	15-60	una de las mejores fórmulas de uso universal
Acero aleado	etanol 95% 700ml, glicerina 100ml, ácido perclórico 30% 200ml	15-50	15-60	electrólito de uso universal
Acero de alta velocidad	etanol 95% 700ml, glicerina 100ml, ácido perclórico 30% 200ml	15-50	15-60	electrólito de uso universal
Acero aleado	metanol absoluto 600ml, butil cellosolve 360ml, ácido perclórico 60ml	30-40	5-60	bueno para todo propósito de electropulido
Aleaciones de alta temperatura	metanol absoluto 600ml, butil cellosolve 360ml, ácido perclórico 60ml	30-40	5-60	bueno para todo propósito de electropulido
Acero aleado	ácido acético glacial 940ml, ácido perclórico 60% 60ml	20-60	1-5 min	electrólito bueno para propósito general

<sup>(8)</sup> ASTM E1558: Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens

Continuación: **Tabla 9**

Acero aleado	ácido acético glacial 900ml, ácido perclórico 60% 100ml	12-70	0.5-2 min	
Acero aleado	ácido acético glacial 800ml, ácido perclórico 60% 200ml	40-100	1-15 min	
Acero aleado	agua 240ml, ácido fosfórico 85% 420ml, ácido sulfúrico 340ml		2-10 min	0.1-0.2A/cm <sup>2</sup>
Acero aleado	agua 240ml, ácido crómico 80 gr, ácido fosfórico 85% 650ml, ácido sulfúrico 130ml		5-60 min	0.5A/cm <sup>2</sup> de 100 a 130 °F

**TABLA 10**  
**“ELECTRÓLITOS PARA ELECTROPULIDO DE ALUMINIO Y SUS**  
**ALEACIONES<sup>(9)</sup>”**

Material	Fórmula	Voltaje de Celda (Voltios)	Tiempo (Seg)	Notas
Al, Al-Si hasta 2%Si	etanol 95% 800ml, agua destilada 140ml, ácido perclórico 60% 60ml	30-80	15-60	
Al	etanol 95% 800ml, ácido perclórico 60% 200ml	35-80	15-60	
Al, aleaciones de Al	etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, ácido perclórico 30% 200ml	30-65	15-60	una de las mejores fórmulas de uso universal
Al	etanol 95% 700ml, glicerina 100ml, ácido perclórico 30% 200ml	15-50	15-60	electrólito de uso universal
Al, Al-Si	etanol 95% 760ml, dietil éter 190ml, ácido perclórico 30% 50ml	35-60	15-60	Particularmente bueno en aleaciones Al-Si
Al-Si	metanol absoluto 840ml, glicerina 125ml, ácido perclórico 65% 35ml	50-100	5-60	
Al	metanol absoluto 950ml, ácido nítrico 15ml, ácido perclórico 60% 50ml	30-60	15-60	
Al, aleaciones de Al	etanol 95% 1000ml, ácido perclórico 200ml	10	2 min	No es bueno para aleaciones: Al-Cu, Al-Si. Película negra se forma. Retirar después de 1 a 1.5 min y pulir 1 min más.

<sup>(9)</sup> ASTM E1558: Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens

Continuación: **Tabla 10**

Al	etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, agua 137ml, ácido perclórico 62ml	20	20	Mezclar etanol y agua, añadir ácido perclórico con cuidado. Luego añadir butil cellosolve antes de usar.
Al	ácido acético glacial 800ml, ácido perclórico 60% 200ml	40-100	1-15 min	
Al	agua 200ml, etanol 95% 380ml, ácido fosfórico 85% 400ml	25-30	4-6 min	cátodo de aluminio, de 100 a 110 °F
Al-Mg	agua 250ml, etanol 95% 380ml, ácido fosfórico 85% 400ml	50-60	2 min	
Al	agua 220ml, glicerina 200ml, ácido sulfúrico 580ml	1.5-12	1-20 min	

**TABLA 11**  
**“ELECTRÓLITOS PARA ELECTROPULIDO DE PLOMO Y SUS**  
**ALEACIONES<sup>(10)</sup>”**

<b>Material</b>	<b>Fórmula</b>	<b>Voltaje de Celda (Voltios)</b>	<b>Tiempo (Seg)</b>	<b>Notas</b>
Pb, aleaciones: Pb-Sn, Pb-Sn-Cd, Pb-Sn-Sb	etanol 95% 800ml, agua destilada 140ml, ácido perclórico 60% 60ml	12-35	15-60	
Pb	etanol 95% 700ml, glicerina 100ml, ácido perclórico 30% 200ml	15-50	15-60	electrólito de uso universal
Pb	metanol absoluto 600ml, butil cellosolve 360ml, ácido perclórico 60ml	30-40	5-60	bueno para todo propósito de electropulido
Pb, aleación Pb-Sb	ácido acético glacial 700ml, ácido perclórico 60% 300ml	40-100	1-5 min	

<sup>(10)</sup> ASTM E1558: Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens

**TABLA 12**  
**“ELECTRÓLITOS PARA ELECTROPULIDO DE ZINC Y SUS**  
**ALEACIONES<sup>(11)</sup>”**

Material	Fórmula	Voltaje de Celda (Voltios)	Tiempo (Seg)	Notas
Zn, aleaciones: Zn-Sn-Fe, Zn-Al-Cu	etanol 95% 800ml, agua destilada 140ml, ácido perclórico 60% 60ml	20-60		
Zn	agua 830ml, ácido crómico 170gr	1.5-12	10-60	
Zn	agua 800ml, ácido crómico 100gr, ácido sulfúrico 46ml, dicromato de sodio 310gr, ácido acético glacial 96ml			0.002A/cm <sup>2</sup> de 70 a 100 °F
Zn puro	etanol 95% 720ml, cloruro de aluminio (anhidro) 50gr, cloruro de zinc (anhidro) 225gr, agua destilada 160ml, n-butyl alcohol 80ml	25-40	0.5-3 min	cuidado, el anhido de aluminio es extremadamente peligroso de manejar por debajo de 60 °F
Zn	agua 1000ml, hidróxido de potasio 200gr	2-6	15 min	cátodo de cobre, 0.1-0.2A/cm <sup>2</sup>
Zn	metanol (absoluto) 660ml, ácido nítrico 330ml	40-70	10-60	muy útil pero peligroso

<sup>(11)</sup> ASTM E1558: Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens

**TABLA 13**  
**“ELECTRÓLITOS PARA ELECTROPULIDO DE MAGNESIO Y SUS**  
**ALEACIONES<sup>(12)</sup>”**

<b>Material</b>	<b>Fórmula</b>	<b>Voltaje de Celda (Voltios)</b>	<b>Tiempo (Seg)</b>	<b>Notas</b>
Mg y aleaciones con alto contenido de Mg	etanol 95% 800ml, agua destilada 140ml, ácido perclórico 60% 60ml			cátodo de níquel
Mg	agua 200ml, etanol 95% 380ml, ácido fosfórico 85% 400ml	25-30	4-6 min	cátodo de aluminio, de 100 a 110 °F
Aleación: Mg-Zn	etanol 95% 625ml, ácido fosfórico 85% 375ml	1.5-2.5	3-30 min	
Mg	etilen glicol monoetil éter 900ml, ácido clorhídrico 100 ml	50-60	10-30	El baño debe ser agitado. Hielo triturado por debajo de 35 °F

<sup>(12)</sup> ASTM E1558: Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens



**TABLA 14**  
**“ELECTRÓLITOS PARA ELECTROPULIDO DE NIQUEL Y SUS**  
**ALEACIONES<sup>(13)</sup>”**

<b>Material</b>	<b>Fórmula</b>	<b>Voltaje de Celda (Voltios)</b>	<b>Tiempo (Seg)</b>	<b>Notas</b>
Ni	etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, ácido perclórico 30% 200ml	30-65	15-60	Una de las mejores fórmulas de uso universal
Ni	etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, agua 137ml, ácido perclórico 62ml	20	20	Mezclar etanol y agua, añadir ácido perclórico con cuidado. Luego añadir butil cellosolve antes de usar.
Aleaciones de Ni	etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, ácido perclórico 200ml	70-80	15	
Ni	ácido acético glacial 700ml, ácido perclórico 60% 300ml	40-100	1-5 min	
Ni	agua 400ml, ácido sulfúrico 600ml	1.5-6	2-6 min	
Ni	agua 400ml, ácido sulfúrico 600ml	1.5-6	2-10 min	
Superaleaciones de Ni	metanol (absoluto) 800ml, ácido sulfúrico 200ml	30	20	para aleación 625
Ni, aleaciones: Monel, Ni-Cr	metanol (absoluto) 660ml, ácido nítrico 330ml	40-70	10-60	muy útil pero peligroso

<sup>(13)</sup> ASTM E1558: Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens

**TABLA 15**  
**“ELECTRÓLITOS PARA ELECTROPULIDO DE COBRE Y SUS**  
**ALEACIONES<sup>(14)</sup>”**

Material	Fórmula	Voltaje de Celda (Voltios)	Tiempo (Seg)	Notas
Aleaciones de cobre	etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, ácido perclórico 30% 200ml	70-80	15	
Cobre puro	agua destilada 175ml, ácido fosfórico 85% 825ml	1-1.6	10-40 min	cátodo de cobre
Latón, cobre y aleaciones de cobre excepto bronce al estaño	agua 300ml, ácido fosfórico 85% 700ml	1.5-1.8	5-15 min	cátodo de cobre
Latón $\alpha$ , latón $\alpha+\beta$ , aleaciones de cobre: Cu-Fe, Cu-Co	agua 600ml, ácido fosfórico 85% 400ml	1-2	1-15 min	cátodo de cobre o acero inoxidable
Cu, aleación Cu-Zn	agua 1000ml, ácido pirofosfórico 580gr	1-2	10 min	cátodo de cobre
Cu y aleaciones de Cu	agua destilada 500ml, etanol 95% 250ml, ácido fosfórico 85% 250ml		1-5 min	
Aleación Cu-Pb	etanol 95% 620ml, ácido fosfórico 85% 380ml			bueno por arriba hasta 30% Pb

<sup>(14)</sup> ASTM E1558: Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens

Continuación: **Tabla 15**

Bronce hasta 9% Sn	agua 450ml, ácido fosfórico 85% 390ml, ácido sulfúrico 160ml		1-5 min	0.1A/cm <sup>2</sup>
Bronce hasta 6% Sn	agua 330ml, ácido fosfórico 85% 580ml, ácido sulfúrico 90ml		1-5 min	0.1A/cm <sup>2</sup>
Cu, latón	metanol (absoluto) 660ml, ácido nítrico 330ml	40-70	10-60	muy útil pero peligroso

### **Equipo de electropulido**

1. Para el electropulido de muestras de metal en un electrólito apropiado, una celda de electrólisis adecuada y una fuente de alimentación controlable se requerirán.
2. Cada vez que se intente pulir grandes áreas de superficie, los problemas de obtener suficiente densidad de corriente y enfriamiento de la muestra y del electrólito se volverán dificultosos. En general, por inmersión, el electropulido de áreas mayores a 1 cm<sup>2</sup> no es recomendado para trabajo metalográfico, debido a las mayores dificultades encontradas.
3. Fuentes de energía adecuadas pueden ser las baterías, las fuentes rectificadoras o los generadores de corriente directa.

Una de las mejores formas de obtener la energía para electropulido, es rectificando la salida de un transformador de de voltaje variable. Cuando un circuito monofásico, de onda completa con puente rectificador es usado, la corriente de salida no es satisfactoria para todo electropulido a menos que el voltaje de rizo sea reducido a algún valor pequeño por filtrado. Esto es porque un nivel de ionización particular debe mantenerse con frecuencia dentro de los límites cercanos en la celda electrolítica. Suficiente filtrado para pequeñas cantidades de energía es obtenida con pequeños obturadores y capacitores. Cuando altas corrientes sean requeridas, una mejor fuente de energía será una trifásica, de onda completa con puente rectificador.

4. El material del cátodo deberá ser inerte en el electrólito, y para mejores resultados deberá ser más noble que el metal o aleación que esté siendo electropulido. Otros materiales útiles como cátodo serán: El cobre, níquel, grafito y platino.

### **3.3 Ataque Químico en Metales y Aleaciones Bajo Estándar ASTM E407**

Esta práctica cubrirá sobre soluciones químicas y procedimientos a ser usados en el ataque de metales y aleaciones para análisis microscópico.

#### **Resumen de la práctica**

- La tabla 16 es una lista alfabética de los metales y sus aleaciones para los cuales la información del atacante está disponible. Para cada metal y aleación, uno o más números de atacantes y su correspondiente uso está indicado. Cuando más de un número de atacante sea dado para un uso particular, ellos serán dados usualmente en el orden de preferencia.
- La tabla 17 es una lista numérica de todos los atacantes de la tabla 16 e incluye la composición y procedimiento general a ser seguido para cada atacante.
- Al usar las tablas, se mirará el metal o aleación de interés en la tabla 16 y se observarán los números de atacantes correspondientes a los resultados que se desean tener. En la tabla 17 se localizará la composición química y el procedimiento del ataque correspondiente al número de atacante.

### **Precauciones de seguridad**

1. Antes de usar o mezclar cualquier químico, todas las etiquetas del producto y hojas de dato de seguridad del material (MSDS, según sus siglas en inglés) deberán ser leídas y comprendidas acerca de todos los peligros y precauciones de seguridad a ser observados.
  - 1.1 Todos los químicos son potencialmente peligrosos. Todas las personas que usen cualquier atacante deberán estar completamente familiarizado con todos los químicos involucrados y el adecuado procedimiento de manejo, mezclado y preparación de cada químico; así como de cualquier combinación de ellos.
  - 1.2 La tabla 17 incluye precauciones de seguridad específicas para el mezclado o uso de algunos atacantes. El usuario deberá observar cada una de estas precauciones específicas.
2. Algunas sugerencias básicas para el manejo y disposición de los atacantes y sus ingredientes son las siguientes:
  - 2.1 Cuando vacíe, mezcle o realice el ataque, siempre deberá usarse equipo de protección adecuado (gafas, guantes, mandil, etc.).

- 2.2 Se usarán dispositivos adecuados (vidrio o plástico) para pesar, mezclar y almacenar soluciones.
- 2.3 Cuando se mezclen los atacantes, siempre se agregarán los reactivos a los solventes.
- 2.4 Cuando se ataque, siempre se evitará el contacto físico directo con el atacante y la muestra. Se usarán tenazas para sostener las muestras.
- 2.5 En general, será una buena práctica trabajar bajo una campana extractora de gases adecuadamente diseñada. Esto es indispensable con aquellos atacantes que desprenden vapores tóxicos.
- 2.6 El metanol produce peligro de envenenamiento. Cuando se tenga etanol o metanol como alternativas, el etanol será el solvente de preferencia. Metanol deberá usarse en una campana extractora adecuadamente diseñada.
- 2.7 Se almacenarán y se dispondrán de los químicos de acuerdo a las recomendaciones del fabricante.

Observar las precauciones impresas en los envases del reactivo.

- 2.8 Información pertinente a peligros de toxicidad y precauciones de trabajo de los químicos, solventes,

ácidos o bases usados (tales como los MSDS), deberán estar disponibles para una consulta rápida.

A continuación se describen los atacantes para los distintos metales y su respectivo uso. También se presenta una lista numérica de los atacantes con su composición y el procedimiento seguido para realizar el ataque. Toda esta información se haya resumida en las tablas 16 y 17 respectivamente.



**TABLA 16**  
**“ATACANTES PARA METALES<sup>(15)</sup>”**

METAL	ATACANTES	USOS
Aluminio puro	1a,2,3	Estructura general
	4,5	Estructura del grano con luz polarizada
	1b	Frontera de grano
Aleación de Aluminio Serie 1000	1a,3,2	Estructura general
	4,5	Estructura del grano con luz polarizada
	6,7	Identificaciones de fase
Aleación de Aluminio Serie 2000	3,2,1a	Estructura general
	8a,6,7	Identificaciones de fase
Aleación de Aluminio Serie 3000	3,1a	Estructura general
	4,5	Estructura del grano con luz polarizada
	8a,6,7	Identificaciones de fase
Aleación de Aluminio Serie 4000	3,1a	Estructura general
Aleación de Aluminio Serie 5000	3,1a,2,6,8a	Estructura general
	4,5	Estructura del grano con luz polarizada
Aleaciones base Cromo	12,13c	Estructura general
Cobalto puro	14,15,16,17	Estructura general
Aleaciones de Cobalto de alta temperatura	20,18,16,21,22b,24,25	Estructura general
	19	Identificación de fase
Cobre puro	26,27,28,29,30,31d,32,33,34b,35,36,37	Estructura general
Aleación de Cobre: Cu-Al	44,31d,34b,35,36,37,38,39,40	Estructura general
Aleación de Cobre: Cu-Cr	41	Estructura general
Aleación de Cobre: Cu-Mn	41	Estructura general
Aleación de Cobre: Cu-Ni	34,47,48,40,49,50	Estructura general
Aleación de Cobre: Cu-Sn	51,52	Estructura general
Admiralty Metal	8b	Estructura general

<sup>(15)</sup> ASTM E407: Standard Practice for Microetching Metals and Alloys

Continuación; **Tabla 16**

Aleaciones de Cobre	26,27,28,29,30,44,41,31d,32, 33	Estructura general
Oro puro	61,62	Estructura general
	63	Pulido y ataque químico
Aleaciones de Oro	64b,62	Estructura general
	63	Pulido y ataque químico
Hierro puro Aleación de Fe: Fe-C y aleación Fe+ <1C+ <4% de elementos aleantes	74a	Frontera de grano
	75	Subestructura
	210	Colorea granos de Ferrita
	76,74a,77,78,79	Estructura general
	74a,77,31a,223	Límites de grano de Ferrita
	80,81,82	Límites de grano Austenítico en Aceros Martensíticos y Bainíticos
	78,222a	Martensita no templada
	31b,78	Carburos y fosfatos (matriz oscurecida, carburos y fosfatos permanecen brillante)
	83	Cementita la ataca rapidamente, Austenita menos, Ferrita y fosfato de hierro mucho menos
	84	Sobrecalentamiento y quemadura
	85	Mancha carburos
	210,211	Colorea Ferrita
	213,214	Colorea carburos
	216	Colorea Martensita listón en aceros de grados de alta aleación y bajo carbono
	222b	Para Aceros de fase dual, revela Perlita, oscurece Martensita y esboza Austenita
Aleación de Fe: Fe + 4-12Cr	80,87,88,89,90,91,79,210	Estructura general
	86	Pulido y ataque químico

Continuación: **Tabla 16**

Aleación de Fe: Fe + 12-30Cr + <6Ni (Serie 400)	80,87,88,89,34,40,92,93,94	Estructura general
	96,97,98	Señala fase
	1	Carburos
	86	Pulido y ataque químico
	219	Ataque de límite de grano
	220	Oscurece Ferrita $\delta$
Aleación de Fe: Fe + 12-20Cr + 4-10Ni + <7% otros elementos (Aleaciones de transformación controlada, de endurecimiento por precipitación, de acero al Ni)	80,31c,89,99,100,91	Estructura general
	31c	Carburos
	86	Pulido y ataque químico
	220	Oscurece Ferrita $\delta$
Aleación de Fe: Fe + 15-30Cr + 6-40Ni + <5% otros elementos aleantes (Serie 300) y Fe + 16-25Cr + 3-6Ni + 5-10Mn (Serie 200)	13b,89,87,88,83a,80,94,95,91, 101	Estructura general
	13a,102,31c,48c,213	Carburos y Sensitización
	48,96,97,98	Tiñe fase $\sigma$
	103,104,98	Delinea fase $\sigma$ y soldaduras de metales disímiles
	86	Pulido y ataque químico
	219	Ataque de límite de grano
	220	Oscurece Ferrita $\delta$
Aceros de alta temperatura	89,25,105,106,97,212	Estructura general
	107,108,213	$\gamma$ precipitada
	86	Pulido y ataque químico
Aceros de Herramienta	74a,80,14	Estructura general
	110	Límites de grano en acero de herramienta templado
	210,211	Colorea Ferrita, aceros de grados de baja aleación
	214	Colorea Cementita
	224,225	Carburos atacados y coloreados
Superaleaciones	86,87,94,221,226	Ataque general
	111	Estructura general, agotamiento $\gamma$

Continuación: **Tabla 16**

Plomo puro	57,112	Estructura general
	113	Para pulido y ataque alternado
Aleación de Pb: Pb + <2Sb	114,115,57,74b	Estructura general
	113	Para pulido y ataque alternado
Aleación de Pb: Pb + Ca	112	Estructura general
	113	Para pulido y ataque alternado
Aleaciones de Plomo	116,117b	Estructura general
Babbit	74b	Estructura general
Magnesio puro	118,119,74a,120,121,122	Estructura general
Aleación de Mg: Mg-Mn	119,74a,124,122	Estructura general
Aleación de Mg: Mg-Al, Mg-Al-Zn (Al + Zn<5%)	118,119,74a,125,124,123,122	Estructura general
	120,125,126,127	Identificación de fase
	124,126,127	Estructura de grano
Aleación de Mg: Mg-Zn-Zr y Mg-Zn-Th-Zr	118,119,74a,1d,128,124,126,127,121,122	Estructura general
	120,121	Identificación de fase
Aleación de Mg: Mg-Th-Zr y Mg-Tierra rara-Zr	118,119,74a,1d,124,127,121,122	Estructura general
	120,121	Identificación de fas
Fundiciones de Molibdeno	98c,129,130,131	Estructura general
	132a	Pulido químico antes de atacar
Níquel puro y aleaciones de alto contenido de Níquel	133,134,47,135,136,25,108,31c	Estructura general
	137	Sulfuración de límite de grano
Aleación de Níquel: Ni-Al	50,140,141,142,89,143	Estructura general
Aleación de Níquel: Ni-Cr	144,150,83,134,145,98,146,147,13a	Estructura general
Aleación de Níquel: Ni-Cu	38,138,50,133,140,25,134,47,48b	Estructura general
Aleación de Níquel: Ni-Fe	50,140,141,83,134,148,40,107,149	Estructura general
	74e,25,150	Orientación de picadura
Aleación de Níquel: Ni-Mo	143	Estructura general
Aleación de Níquel: Ni-Ti	143,151,50,133	Estructura general
Aleación de Níquel: Ni-Zn	152	Estructura general

Continuación: **Tabla 16**

Superalaciones de Níquel	94,105,138,153,12,87,8 9,212, 226	Estructura general
	25,94	Tamaño de grano
	107,111,13a	Revela inhomogeneidad microestructural
	133	Sulfuración de límite de grano
	154	Estructura de precipitación fina
	22a	Para aleaciones pasivas (por ejemplo UNS Aleación N06625)
	157	Específico para UNS Aleación N10004
	107	Estructura submicroscópica en superaleaciones envejecidas particularmente para microscopía electrónica. Tiñe la matriz cuando precipitados $\gamma'$ están presentes
	154	Bandas de $\gamma'$
	18	Activación de pre-ataque para muestra pasivas
Aleaciones base Niobio	213	Colorea carburos y $\gamma'$
	129,66,158,159,160,16 1,162, 163	Estructura general
Platino puro	164,129,160	Límites de grano
	64a,73a	Estructura general
Aleaciones de Platino	167	Pulido y ataque químico
	64b,73a	Estructura general
Plata pura	167	Pulido y ataque químico
	172,173,62	Estructura general
Aleaciones de Plata	65,61,174,175,62	Estructura general
Soldaduras de Plata	173,176	Estructura general
Estaño puro	74d,180,151	Estructura general
Aleación de Estaño: Sn-Fe	74d,177a	Estructura general
Aleación de Estaño: Sn-Pb	182,183,74b	Estructura general
	116	Oscurece el Plomo en aleación: Sn-Pb eutéctica
Recubrimientos de Estaño en Aceros	183	Estructura general

Continuación: **Tabla 16**

Babbit	184	Estructura general
Aleación de Estaño: Sn-Sb-Cu	74b	Estructura general
Titanio puro	186,187,67,68,69,217	Estructura general
	188	Quita mancha
	72	Pulido y ataque químico
Aleación de Titanio: Ti-5Al-2.5Sn	89	Revela Hidruros
Aleación de Titanio: Ti-6Al-6V-2Sn	190	Tiñe fase $\alpha$ y fase $\beta$ transformada, fase $\beta$ retenida permanece blanca
Aleación de Titanio: Ti-8Mn	192	Estructura general
Aleaciones de Titanio	186,187,192,194,158,132b,1c,67,68,69,3a,218	Estructura general
	11,1c	Revela fase $\alpha$
	72,192,178	Pulido y ataque químico
	170a	Esboza y oscurece Hidruros en algunas aleaciones
	188	Quita mancha
Zinc puro	200a	Estructura general
Aleación de Zinc: Zn-Co	177	Estructura general
Aleación de Zinc: Zn-Cu	201	Estructura general
	203	Distingue fase $\gamma$ y fase $\epsilon$
Aleación de Zinc: Zn-Fe	74a	Estructura de hoja galvanizada
Fundiciones de Zinc forjadas	202	Estructura general
Aleaciones base Zirconio	66,67,204,68,69,205	Estructura general
	206	Pulido y ataque electrolítico
	71	Estructura del grano con luz polarizada
	72	Pulido y ataque químico

TABLA 17

“LISTA NUMÉRICA DE LOS ATACANTES<sup>(16)</sup>”

N° ATACANTE	COMPOSICIÓN	PROCEDIMIENTO
1	1ml HF, 200ml Agua	(a) Limpiar con algodón por 15 seg.
		(b) Alternadamente sumergir y pulir algunos minutos.
		(c) Sumergir 3-5 seg.
		(d) Sumergir 10-120 seg.
2	3ml HF, 100ml Agua	(a) Limpiar 10 seg para revelar estructura general.
		(b) Sumergir 15 min, lavar 10 min en agua para formar una película con la eclosión la cual varía con la orientación del grano.
3	2ml HF, 3ml HCL, 5ml HNO <sub>3</sub> , 190ml Agua	(a) Sumergir 10-20 seg lavar con corriente de agua caliente. Revela estructura general.
		(b) Diluido con 4 partes de agua, colorea los constituyentes. Mezclar fresco.
4	24ml H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> , 50ml Carbitol (dietilen glicol monoetil éter), 4gr ácido Bórico, 2gr ácido Oxálico, 10ml HF, 32ml Agua	Para ataque electrolítico: Usar cátodo de Carbón elevando el voltaje de 0-30 V en 30 seg. Tiempo total de ataque, 3 min con agitación. Lavar y enfriar. Repetir si es necesario.
5	5gr HBF <sub>4</sub> , 200ml Agua	Para ataque electrolítico: Usar cátodo de Al, Pb o Acero Inoxidable. Anodizar entre 1-3 min, entre 20-45 V. A 30 V, atacar por 1 min.
6	25ml HNO <sub>3</sub> , 75ml Agua	Sumergir 40 seg a 70°C. Enjuagar en agua fría.

<sup>(16)</sup> ASTM E407: Standard Practice for Microetching Metals and Alloys

Continuación: **Tabla 17**

N° ATACANTE	COMPOSICIÓN	PROCEDIMIENTO
7	10-20ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 80ml Agua	Sumergir 30 seg a 70°C. Enjuagar en agua fría.
8	10ml H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> , 90ml Agua	(a) Sumergir 1-3 min a 50°C.
		(b) Ataque electrolítico a 1-8 V por 5-10 seg.
11	2ml HF, 100ml Agua	Sumergir o limpiar pocos segundos hasta 1 min.
12	2ml HNO <sub>3</sub> , 60ml HCl	Usar campana extractora de vapores. No almacene electrólito. Sumergir o limpiar 5-60 seg.
13	10gr ácido Oxálico, 100ml Agua	Para ataque electrolítico a 6 V:
		(a) 10-15 seg
		(b) 1 min
		(c) 2-3 seg
		Usar cátodo de Acero Inoxidable y conexión de Platino a la muestra.
14	10ml HNO <sub>3</sub> , 90ml Metanol (95%)	Sumergir pocos segundos hasta 1 min.
15	15ml HNO <sub>3</sub> , 15ml Ácido acético, 60ml HCl, 15ml Agua	Envejecer el atacante antes de usar. Sumergir 5-30 seg. Puede ser usado electrolíticamente.
16	5-10ml HCl, 100ml Agua	Para ataque electrolítico a 3 V por 2-10 seg.
17	5ml HCl, 10gr FeCl <sub>3</sub> , 100ml Agua	Para ataque electrolítico a 6 V por pocos segundos.
18	2-10gr CrO <sub>3</sub> , 100ml Agua	Para ataque electrolítico a 3 V por 2-10 seg.
19	<b>A</b>	Sumergir en soluciones mezcladas frescas (A+B) (1:1) por 5-10 seg. Si una activación de la superficie es necesaria, primero usar atacante N° 18, luego enjuagar en agua. Estando húmedo, sumergir en soluciones (A+B) (1:1). La mezcla de soluciones A+B tiene vida útil de 15 min.
	<b>8grNaOH, 100ml Agua</b> <b>B</b> <b>Solución Acuosa saturada de KMnO.</b>	



Continuación:  
**Tabla 17**

N° ATACANTE	COMPOSICIÓN	PROCEDIMIENTO
20	5ml H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (30%), 100ml HCl	Usar campana extractora de vapores. Mezclar frescos. Sumergir la cara pulida hacia arriba por pocos segundos.
20	5ml H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (30%), 100ml HCl	Usar campana extractora de vapores. Mezclar frescos. Sumergir la cara pulida hacia arriba por pocos segundos.
21	1gr CrO <sub>3</sub> , 140ml HCl	Usar campana. Al mezclar, añadir el HCl al CrO <sub>3</sub> . Para ataque electrolítico a 3 V por 2-10 seg.
22	100ml HCl, 0.5ml H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (30%)	Usar campana. No almacenar
		(a) Sumergir o limpiar 0.5-3 min. Agregar H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> gota a gota para mantener su acción.
		(b) Para ataque electrolítico, 4 V por 3-5 seg.
24	5ml HNO <sub>3</sub> , 200ml HCl, 65gr FeCl <sub>3</sub>	Usar campana. Sumergir pocos segundos.
25	10gr CuSO <sub>4</sub> , 50ml HCl, 50ml Agua	Sumergir o limpiar 5-60 seg. Se hace más activo agregando pocas gotas de H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> antes de usar.
26	5gr FeCl <sub>3</sub> , 10ml HCl, 50ml Glicerol, 30ml Agua	Limpia 16-60 seg. Actividad podría disminuir sustituyendo glicerol por agua.
27	1gr KOH, 20ml H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (3%), 50ml NH <sub>4</sub> OH, 30ml Agua	Disolver KOH en agua, luego agregar NH <sub>4</sub> OH a la solución lentamente. Agregar 3% H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> al último. Usar fresco. Sumergir pocos segundos hasta 1 min.
28	1gr FeNO <sub>3</sub> , 100ml Agua	Limpia o sumergir pocos segundos hasta 1 min.
29	1gr K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> , 4ml H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , 50ml Agua	Añadir 2 gotas de HCl antes de usar. Limpia pocos segundos hasta 1 min.

Continuación:

Tabla 17

N° ATACANTE	COMPOSICIÓN	PROCEDIMIENTO
30	25ml NH <sub>4</sub> OH, 25ml Agua, 50ml H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> (30%)	Mezclar NH <sub>4</sub> OH y agua antes de añadir H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> . Debe ser usado fresco. Limpiar 5-45 seg.
31	10gr Persulfato de Amonio, 100ml Agua	(a) Limpiar o sumergir hasta 5 seg.
		(b) Sumergir hasta 2 min para oscurecer la matriz, revelar carburos y fosfuros.
		(c) Ataque electrolítico a 6 V por pocos segundos hasta 1 min.
		(d) Sumergir 3-60 seg. Puede ser calentado para aumentar actividad.
32	60gr CrO <sub>3</sub> , 100ml Agua	Solución saturada. Sumergir o limpiar 5-30 seg.
33	10gr CrO <sub>3</sub> , 2-4 gotas HCl, 100ml Agua	Añadir HCl antes de usar. Sumergir 3-30 seg. Fases pueden colorearse con atacantes N°: 35, 36, 37
34	5gr FeCl <sub>3</sub> , 50ml HCl, 100ml Agua	(a) Sumergir o limpiar pocos segundos hasta pocos minutos. Pequeñas adiciones de HNO <sub>3</sub> activan la solución y minimizan picadura.
		(b) Sumergir o limpiar pocos segundos a la vez. Repetir cuando sea necesario.
35	20gr FeCl <sub>3</sub> , 5ml HCl, 1gr CrO <sub>3</sub> , 100ml Agua	Sumergir o limpiar pocos segundos a la vez hasta que los resultados deseados se obtengan.
36	25gr FeCl <sub>3</sub> , 25ml HCl, 100ml Agua	Sumergir o limpiar pocos segundos a la vez hasta que los resultados deseados se obtengan.
37	1gr FeCl <sub>3</sub> , 10ml HCl, 100ml Agua	Sumergir o limpiar pocos segundos a la vez hasta que los resultados deseados se obtengan.
38	8gr FeCl <sub>3</sub> , 25ml HCl, 100ml Agua	Limpiar 5-30 seg
40	5gr FeCl <sub>3</sub> , 16ml HCl, 60ml Etanol (95%) o Metanol (95%)	Sumergir o limpiar pocos segundos hasta pocos minutos.

Continuación: **Tabla 17**

N° ATACANTE	COMPOSICIÓN	PROCEDIMIENTO
41	2gr $K_2Cr_2O_7$ , 8ml $H_2SO_4$ , 4 gotas HCl, 100ml Agua	Añadir el HCl antes de usar. Sumergir 3-60 seg.
44	50ml $NH_4OH$ , 25-50ml $H_2O_2$ (3%), 0-50ml Agua	Usar fresco. El contenido del peróxido varía directamente con el contenido de Cu de la aleación a ser atacada. Sumergir o limpiar hasta 1 min. La película formada sobre el bronce al Al atacado es removido por el atacante N° 82.
47	5gr NaCN o KCN, 5gr $(NH_4)_2S_2O_8$ , 100ml Agua	Usar campana extractora de vapores. Puede desprenderse Cianuro de Hidrogeno extremadamente venenoso. Precaución también es venenoso por ingestión como por contacto.
48	10gr NaCN, 100ml Agua	Usar campana. Puede desprenderse Cianuro de Hidrógeno extremadamente venenoso. También venenoso por ingesta como por contacto. Ataque electrolítico a 6 V:
		(a) 5 seg para revelar fase $\sigma$
		(b) 30 seg para revelar ferrita y estructura general
		(c) Hasta 5 min para revelar carburos
49	3gr $FeSO_4$ , 0.4gr NaOH, 10ml $H_2SO_4$ , 190ml Agua	Ataque electrolítico a 8-10 V (0.1 A) por 5-15 seg.
50	5ml Ácido acético, 10ml $HNO_3$ , 85ml Agua	Usar campana. No almacenar. Ataque electrolítico a 1.5 V por 20-60 seg. Usar alambre de Platino.
51	2gr $FeCl_3$ , 5ml HCl, 30ml Agua, 60ml Etanol o Metanol	Sumergir pocos minutos
52	1gr Dicromato de Sodio, 1gr NaCl, 4ml $H_2SO_4$ , 250ml Agua	Limpiar pocos segundos
57	75ml Ácido acético, 25ml $H_2O_2$ (30%)	Sumergir 6-15 seg
61	60ml HCl, 40ml $HNO_3$	Usar campana. Sumergir pocos segundos hasta 1 min.
62	1-5gr $CrO_3$ , 100ml HCl	Varíe la composición del reactivo y envejecimiento del reactivo después de mezclar para adaptar la aleación. Limpiar o sumergir pocos segundos hasta 1 min.

Continuación: **Tabla 17**

N° ATACANTE	COMPOSICIÓN	PROCEDIMIENTO
63	0.1gr CrO <sub>3</sub> , 10ml HNO <sub>3</sub> , 100ml HCl	Limpia pocos segundos hasta 1 min.
64	5ml HNO <sub>3</sub> , 25ml HCl, 30ml Agua	(a) Sumergir 1-5 min
		(b) Usar caliente. Se formará una película de cloruro en aleaciones de Oro si mucha plata está presente. El Amonio elimina la película.
65	<b>A</b> 10gr Persulfato de Amonio, 100ml Agua	Usar campana. Puede desprenderse Cianuro de Hidrógeno extremadamente venenoso. También venenoso por ingesta como por contacto. Mezcla de soluciones A y B (1:1) antes de usar. (Una mezcla de 5 gotas de cada uno cubrirá la superficie de un montaje de 1 pulg de diámetro). Sumergir 0.5-2 min.
	<b>B</b> 10gr KCN, 100ml Agua	
66	30ml HF, 15ml HNO <sub>3</sub> , 30ml HCl	Limpia 3-10 seg o sumergir hasta 2 min.
67	10ml ácido Perclórico, 10ml 2-Butoxyethanol, 70ml Etanol (95%), 10ml Agua	Precaución. Mantener frío cuando se mezcle y usar. Ataque electrolítico a 30-65 V por 10-60 seg.
68	3ml ácido Perclórico, 35ml 2-Butoxyethanol, 60ml Metanol (absoluto)	Precaución. Mantener frío cuando se mezcle y usar. Ataque electrolítico a 60-150 V por 5-30 seg.
69	5ml ácido Perclórico, 80ml Ácido acético	Precaución. Mantener frío cuando se mezcle y usar. Ataque electrolítico a 20-60 V por 1-5 min.

### **3.4 Producción y Evaluación de Réplicas en Campo bajo Estándar ASTM E1351**

#### **Preparación de la Superficie del Metal**

- Si un ensayo con partículas magnéticas fue previamente usado en la pieza de trabajo, entonces habrá que desmagnetizar la pieza antes de empezar la preparación de la superficie.
- La preparación de la superficie se la realizará con los métodos de pulido manual, mecánico o electrolítico.
- Habrá que preparar la superficie utilizando los métodos modificados sugeridos en la norma ASTM E3 para uso en campo; de tal manera de obtener una superficie libre de deformación, de rayas, de defectos de pulido, de picaduras por ataque químico u otros defectos que podrían ocultar las características de la microestructura real.
- No habrá que eliminar cualquier precipitado, carburos, inclusiones no metálicas como óxidos y sulfuros durante las operaciones de pulido o ataque químico.
- Los procedimientos de ataque químico para el análisis metalográfico de la superficie deberán de realizarse de acuerdo al estándar ASTM E407.
- La calidad de la preparación de la superficie deberá ser controlada con el uso de un microscopio de campo portátil.

- Para evitar una posible contaminación de cualquiera de los componentes de la superficie, el área atacada deberá ser preparada con cuidado y completamente lavada después de la replicación.

### **Técnica de Replicado**

- En general, un área replicada de 12 mm por 18 mm será suficiente.
- Una réplica se realizará por cualquiera de los dos métodos siguientes:
  - ❖ Se humedecerá un lado de una hoja de una película plástica con un solvente adecuado como acetona o acetato de metilo, y se aplicará el lado humedecido de la película a la superficie de metal preparada.
  - ❖ Se humedecerá la superficie metálica preparada con un solvente adecuado como acetona o acetato de metilo, y se aplicará la tira de película plástica (acetato de celulosa) a la superficie humedecida. La película será presionada contra la superficie por algunos segundos para asegurar su adherencia.
- La réplica se preparará tan pronto como sea posible, después de la preparación de la muestra de la superficie original, para

minimizar la transferencia de óxidos provenientes de la post-preparación y para evitar la contaminación de la película replicante.

- Después de que la réplica se haya secado, habrá que retirarla y montarla sobre un portamuestra para facilitar el análisis de la misma y protegerla de daños durante su transporte y almacenamiento. El montaje puede realizarse usando una cinta adhesiva a ambos lados, ya sea aplicada en el lado de atrás de la réplica una vez que se haya secado mientras ésta permanece en la superficie preparada o aplicada la cinta en el portamuestra antes de colocar la réplica en la superficie de la cinta.

El utilizar una punta redondeada de una varilla de vidrio para aplicar la réplica sobre la cinta adhesiva resulta beneficioso para reducir las burbujas de aire y asegurar una réplica plana.

Para mejorar el contraste de la réplica, cuando vaya a ser examinada al microscopio, se podrá recubrir el lado de atrás de la réplica con una sustancia opaca como pintura negra o tinta negra antes de colocarla sobre la cinta adhesiva.

- Habrá que colocar una identificación sobre el portamuestra y almacenarlo en un contenedor duradero por seguridad, para la

transferencia libre de contaminación en un laboratorio de análisis.

### **Análisis de la Réplica**

- Para mejorar el contraste de la réplica para el análisis microscópico a bajas magnificaciones en los microscopios ópticos, la réplica podrá colocarse sobre una superficie pulida subyacente, como un espejo, el cual actúa como una superficie reflectora ideal. También se podrá recubrir el lado de atrás de la réplica con pintura o con tinta negra como ya se dijo anteriormente. En algunos casos, el uso de iluminación por interferencia también mejorará el contraste; sin embargo, un contraste óptimo para ambos tipos de microscopios: Microscopio de luz y microscopio electrónico de barrido, podrá lograrse recubriendo la superficie de la réplica con un material de capa metálica delgada y altamente reflectante normalmente depositado en una unidad de recubrimiento en vacío. El Aluminio, el Carbón y el Cromo se han determinado, ser recubrimientos satisfactorios para réplicas a ser evaluadas en microscopios de luz. Para réplicas a ser analizadas en un microscopio electrónico de barrido, el Oro, producirá un óptimo contraste.



- Una documentación de las características estructurales de interés deberá ser hecha en las magnificaciones apropiadas en los microscopios de luz y electrónico de barrido.

# **CAPÍTULO 4**

## **4. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL DE UNA PRÁCTICA METALGRÁFICA EN CAMPO UTILIZANDO TÉCNICAS DE RÉPLICAS Y DE MICROSCOPIA PORTÁTIL**

### **4.1 Ensayo metalográfico en una tubería de acero ASTM A106 para GLP**

Para el desarrollo de la fase experimental de este proyecto se aprovechó el uso de una muestra de tubería de GLP que se trajo al laboratorio de ensayos metrológicos y de materiales (LEMAT) de la Facultad de Ingeniería Mecánica de la ESPOL. Material al cual se le realizó ensayos de metalografía de campo (ensayos no destructivos) mediante el uso de las dos técnicas siguientes: Por réplicas metalográficas y por microscopio metalográfico portátil.

Este material según la especificación ASTM A106 Grado B, tiene la siguiente composición química:

**TABLA 18**  
**“COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL ACERO ASTM A106 GRADO B”**

Carbon max. %	Manganeso %	Fosforo max. %	Azufre max. %	Silicio min. %	Cromo max. %	Cobre max. %	Molibdeno max. %	Níquel max. %	Vanadio min. %
0,30	0,29 hasta 1,06	0,035	0,035	0,10	0,40	0,40	0,15	0,40	0,08

El total de Cromo, Cobre, Molibdeno, Níquel y Vanadio no deberá exceder al 1%. Este material posee las siguientes propiedades mecánicas: Límite a la fluencia,  $S_y = 35000 \text{ psi}$  y resistencia a la tensión,  $S_t = 60000 \text{ psi}$ .

#### **4.2 Preparación de la Muestra Metalográfica**

1) Se procedió a realizar un desbaste grueso a la muestra. Para lo cual se utilizó una herramienta eléctrica: Una amoladora con un disco de desbaste. Se hizo una remoción de material de la superficie de la muestra de aproximadamente 1 mm para poder llegar a la microestructura real del material. Luego, se utilizó un equipo portátil para realizar desbaste con papel abrasivo de carburo de silicio de malla 120 unido a un disco de caucho por medio de un adhesivo: Cemento de contacto. La velocidad de

rotación del equipo se la reguló a 300 RPM. Durante esta operación con este equipo se tuvo el cuidado de ejercer una leve presión, para no introducir rayas o nuevos defectos a la microestructura de tal manera que los defectos mínimos que se pudieran introducir, pudieran ser eliminados en la siguiente etapa de desbaste fino.



**FIGURA 4.1.- DESBASTE GRUESO CON AMOLADORA Y DISCO DE DESBASTE**

2) Se realizó un desbaste fino, con lo cual se eliminó una parte de la deformación introducida a la microestructura durante la operación de desbaste grueso. Aquí se utilizó el equipo portátil de desbaste con papeles abrasivos de carburo de silicio de mallas: 220, 320,

400 y 600; unidos de igual manera a unos discos de caucho por medio de un adhesivo. La velocidad de rotación del equipo se la mantuvo a 300 RPM y se aplicó una presión leve, tratándose de eliminar las rayas y defectos producidos en la operación de desbaste grueso.



**FIGURA 4.2.- DESBASTE FINO CON EQUIPO PORTÁTIL**

3) Para la operación de electropulido, se preparó una solución de electrólito de 100 ml: 6 ml de ácido perclórico al 60% diluido en 94 ml de ácido acético glacial. Se procedió a la preparación del tampón: Se adhirió al tampón (punta semiesférica de cobre) una envoltura absorbente compuesta por una capa de esponja del orden de algunos milímetros de espesor y por una capa de paño

de mesa de billar. Teniendo los materiales y el equipo puesto a punto, se procedió a armar la celda electrolítica. El ánodo de la fuente de poder se conectó a la muestra (tubería), teniendo en cuenta de realizar un buen contacto. Para esto, se limó una parte de la tubería para remover el óxido y ya libre de óxidos, se agarró con el terminal lagarto a la tubería. El electrodo (tampón) se conectó al cátodo de la fuente de poder. Se procedió a regular la tensión para electropulido en la fuente de poder a 20 voltios y se realizó la operación de electropulido, haciendo remojar el tampón en la solución de electrólito y luego haciendo contacto con la muestra, cerrándose así el circuito. Se controló el tiempo de electropulido por 5 minutos, éste valor fue obtenido de las tablas de pulido electrolítico para un material acero al carbono según el estándar ASTM E1558.



**FIGURA 4.3.- PULIDO ELECTROLÍTICO A TUBERÍA DE GLP**

### 4.3 Ataque Electrolítico

En esta operación no se requirió bajar el potencial eléctrico de electropulido al 10% para realizar ataque electrolítico, puesto que el electrolito con el que se trabajó, produjo los dos efectos (pulido y ataque electrolítico) simultáneamente durante la operación de electropulido. Tampoco fue necesario elaborar los dos atacantes (N° 74a, 97) que se propusieron en la tabla 2 en el capítulo 2 de este proyecto.

El atacante que se utilizó fue la siguiente mezcla de 100 ml: 6 ml de ácido perclórico al 60% diluido en 94 ml de ácido acético glacial.

### 4.4 Obtención de la Microestructura

#### Obtención por réplicas metalográficas

Para la toma de las réplicas, se procedió de la siguiente manera:

- 1) Una vez que se obtuvo la superficie de la muestra pulida y atacada, con una pipeta se procedió a aplicar 2 gotas de líquido acetona sobre la lámina de acetato metalizada y se dejó que el líquido fluyera alrededor sobre la lámina de tal modo que se distribuyera uniformemente; evitando humedecer el auto adhesivo de atrás.

- 2) Se esperó un tiempo de unos 4 a 5 segundos para lograr una reacción entre el líquido acetona y la lámina de acetato; evitando la evaporación completa del líquido acetona.
- 3) Se presionó la lámina duro con el dedo pulgar por 30 segundos contra el área de la muestra atacada.
- 4) Se esperó entre 4 a 5 minutos y se procedió a quitar cuidadosamente la lámina con la réplica de la muestra.
- 5) Se procedió a adherir la lámina con la réplica a un portamuestra, mediante una cinta adhesiva a dos caras, para poder ser observada en el microscopio metalográfico de laboratorio.



**FIGURA 4.4.- OBTENCIÓN DE MICROESTRUCTURAS CON LÁMINAS DE ACETATO**

#### Obtención por microscopio metalográfico portátil

Una vez que se obtuvo la superficie de la muestra pulida y atacada, se procedió a hacer la observación de la microestructura con un



microscopio metalográfico portátil de marca ALLRING. La observación se la realizó a diferentes magnificaciones: A 100X, 200X y 400X.



**FIGURA 4.5.- OBTENCIÓN DE MICROESTRUCTURA CON MICROSCOPIO METALGRÁFICO PORTÁTIL**

Para la obtención de imágenes digitales de la microestructura se empleó una laptop marca HP en la cual se instaló el hardware: Cámara digital para ocular con aumento de 10X modelo DCM500 de marca Pro-MicroScan para uso en microscopios portátiles; con lo cual se creó la interfase entre el microscopio metalográfico portátil y la laptop que permitió guardar las imágenes digitales de la microestructuras obtenidas en el programa ScopeTek.



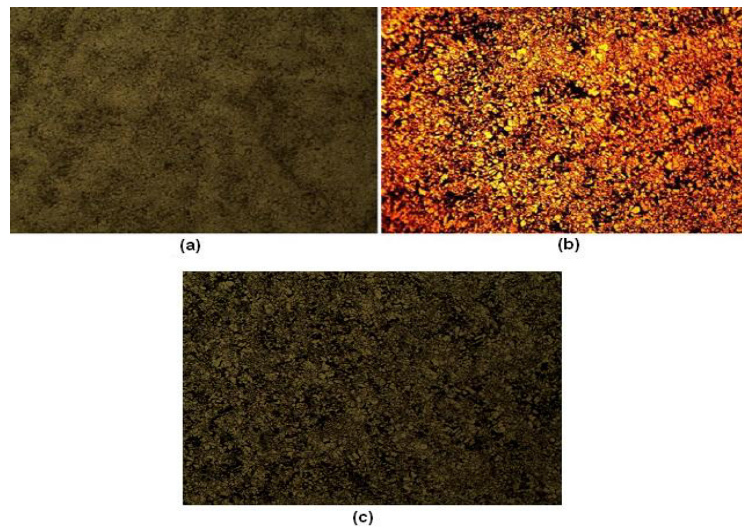
**FIGURA 4.6.- OBTENCIÓN DE IMAGEN DIGITAL DE LA MICROESTRUCTURA**

# **CAPÍTULO 5**

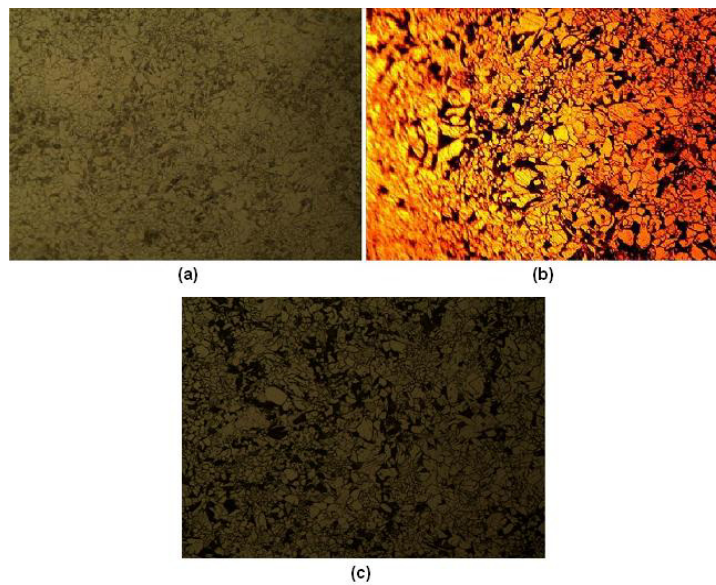
## **5. ANÁLISIS DE RESULTADOS**

### **5.1 Comparación de las Técnicas Empleadas.**

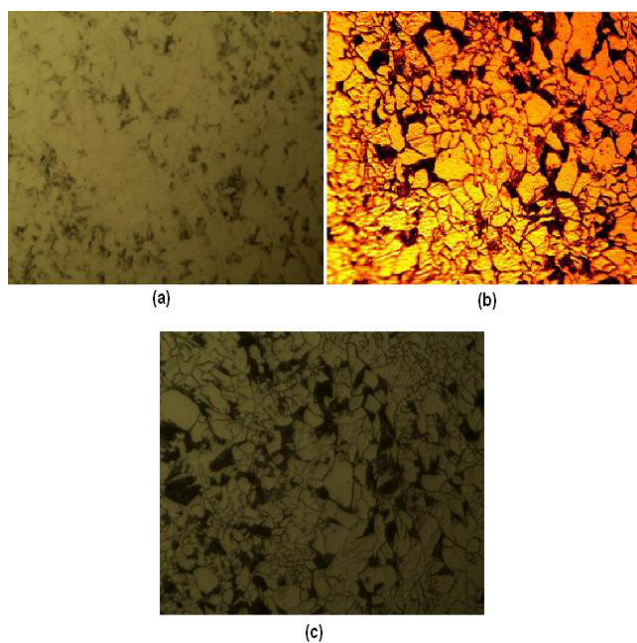
A continuación se muestran las metalografías obtenidas al utilizar las técnicas de análisis metalográfico y metalografía de campo.



**FIGURA 5.1.- METALOGRAFÍAS A 100X: (a) RÉPLICA EN ACETATO; (b) MICROSCOPIO PORTÁTIL; (c) MICROSCOPIO METALOGRÁFICO EN LABORATORIO**



**FIGURA 5.2.- METALOGRAFÍAS A 200X: (a) RÉPLICA EN ACETATO; (b) MICROSCOPIO PORTÁTIL; (c) MICROSCOPIO METALOGRÁFICO EN LABORATORIO**



**FIGURA 5.3.- METALOGRAFÍAS: (a) RÉPLICA EN ACETATO 500X; (b) MICROSCOPIO PORTÁTIL 400X; (c) MICROSCOPIO METALOGRÁFICO EN LABORATORIO 500X**

Los resultados obtenidos se resumen en la tabla 19, en donde las variables que se analizaron son: El tiempo de trabajo empleado en cada técnica y la resolución y reproducibilidad de la microestructura obtenida en cada técnica.

**TABLA 19**  
**“TABLA DE RESULTADOS DE LAS TÉCNICAS DE METALOGRAFÍA”**

	MICROSCOPIO LABORATORIO			MICROSCOPIO PORTÁTIL			RÉPLICAS METALOGRÁFICAS (LÁMINAS DE ACETATO)		
	OPERACIÓN	TIEMPO (seg)	RESULTADOS	OPERACIÓN	TIEMPO (seg)	RESULTADOS	OPERACIÓN	TIEMPO (seg)	RESULTADOS
MAGNIFICACIÓN A 100X	Corte	180							
	Desbaste grueso	60		Desbaste grueso	60		Desbaste grueso	60	
	Desbaste fino	240		Desbaste fino	240		Desbaste fino	240	
	Pulido grueso	120	- Excelente resolución	Electropulido	300	- Excelente resolución	Electropulido	300	- Buena resolución
	Pulido fino	60	- Excelente reproducción	Ataque electrolítico	300	- Excelente reproducción	Ataque electrolítico	300	- Buena reproducción
	Ataque químico	5					Replicado	333	
	Captación de imagen de microestructura	5		Captación de imagen de microestructura	300		Captación de imagen de microestructura	5	
MAGNIFICACIÓN A 200X	Captación de imagen de microestructura	5	- Excelente resolución - Excelente reproducción	Captación de imagen de microestructura	300	- Excelente resolución - Excelente reproducción	Captación de imagen de microestructura	5	- Buena resolución - Buena reproducción
MAGNIFICACIÓN A 400X Y 500X	Captación de imagen de microestructura	5	- Excelente resolución - Excelente reproducción	Captación de imagen de microestructura	300	- Excelente resolución - Excelente reproducción	Captación de imagen de microestructura	5	- Baja resolución - Escasa reproducción
TOTAL		680 11,33 min			1500 25 min			948 15,8 min	

A continuación se elabora una matriz de decisión en base a otros criterios que también son de relevancia a la hora de realizar trabajos de metalografía de campo. Estos criterios de decisión son: El rango de magnificación de la microestructura, el tiempo de duración del trabajo, el recurso humano utilizado, la versatilidad del diseño y el sistema de almacenamiento de la microestructura en cada una de las técnicas de trabajo empleada.

Entre las opciones de trabajo a elegir se tiene: El microscopio metalográfico de laboratorio, el microscopio portátil y las réplicas metalográficas.

Si bien es cierto, el microscopio de laboratorio no constituye una técnica de metalografía de campo; sin embargo constituye un instrumento patrón cuyos resultados sirven de comparación con los resultados obtenidos con las técnicas de metalografía de campo.

Del análisis de todos estos criterios de decisión y de todas las opciones de trabajo en una matriz de decisión, se puede determinar que la técnica de trabajo de metalografía de campo más óptima resultan ser las réplicas metalográficas, como se muestra a continuación en el siguiente análisis:

TABLA 20

## “PONDERACIÓN DE LOS CRITERIOS DE DECISIÓN”

Ponderación de los criterios	Resolución de la microestructura	Reproducción de la microestructura	Rango de magnificación	Tiempo de trabajo	Recurso humano	Versatilidad del diseño	Sistema de almacenamiento	Total	Ponderación del criterio
1 Resolución de la microestructura		10	8	10	5	9	7	49	0,138
2 Reproducción de la microestructura	10		8	10	5	9	7	49	0,138
3 Rango de magnificación	10	10		10	5	9	7	51	0,144
4 Tiempo de trabajo	10	10	8		5	9	7	49	0,138
5 Recurso humano	10	10	8	10		9	7	54	0,153
6 Versatilidad del diseño	10	10	8	10	5		7	50	0,141
7 Sistema de almacenamiento	10	10	8	10	5	9		52	0,147
Total	60	60	48	60	30	54	42	354	1

TABLA 21

## “CALIFICACIÓN DE LAS OPCIONES DE TRABAJO FRENTE AL CRITERIO: RESOLUCIÓN DE LA MICROESTRUCTURA”

Resolución de la microestructura	Microscopio metalográfico de laboratorio	Microscopio portátil	Réplicas metalográficas	Total	Calificación de la opción
1 Microscopio metalográfico de laboratorio		10	6	16	0,308
2 Microscopio portátil	10		6	16	0,308
3 Réplicas metalográficas	10	10		20	0,385
Total	20	20	12	52	1



**TABLA 22**  
**“CALIFICACIÓN DE LAS OPCIONES DE TRABAJO FRENTE AL**  
**CRITERIO: REPRODUCCIÓN DE LA MICROESTRUCTURA”**

Reproducción de la microestructura	Microscopio metalográfico de laboratorio	Microscopio portátil	Réplicas metalográficas	Total	Calificación de la opción
<b>1</b> Microscopio metalográfico de laboratorio		10	6	16	0,308
<b>2</b> Microscopio portátil	10		6	16	0,308
<b>3</b> Réplicas metalográficas	10	10		20	0,385
Total	20	20	12	52	1

**TABLA 23**  
**“CALIFICACIÓN DE LAS OPCIONES DE TRABAJO FRENTE AL**  
**CRITERIO: RANGO DE MAGNIFICACIÓN”**

Rango de magnificación	Microscopio metalográfico de laboratorio	Microscopio portátil	Réplicas metalográficas	Total	Calificación de la opción
<b>1</b> Microscopio metalográfico de laboratorio		6	8	14	0,29
<b>2</b> Microscopio portátil	10		8	18	0,38
<b>3</b> Réplicas metalográficas	10	6		16	0,33
Total	20	12	16	48	1

**TABLA 24**  
**“CALIFICACIÓN DE LAS OPCIONES DE TRABAJO FRENTE AL**  
**CRITERIO: TIEMPO DE TRABAJO”**

Tiempo de trabajo	Microscopio metalográfico de laboratorio	Microscopio portátil	Réplicas metalográficas	Total	Calificación de la opción
1 Microscopio metalográfico de laboratorio		5	10	15	0,313
2 Microscopio portátil	9		10	19	0,396
3 Réplicas metalográficas	9	5		14	0,292
Total	18	10	20	48	1

**TABLA 25**  
**“CALIFICACIÓN DE LAS OPCIONES DE TRABAJO FRENTE AL**  
**CRITERIO: RECURSO HUMANO”**

Recurso humano	Microscopio metalográfico de laboratorio	Microscopio portátil	Réplicas metalográficas	Total	Calificación de la opción
1 Microscopio metalográfico de laboratorio		6	10	16	0,32
2 Microscopio portátil	9		10	19	0,38
3 Réplicas metalográficas	9	6		15	0,3
Total	18	12	20	50	1

**TABLA 26**  
**“CALIFICACIÓN DE LAS OPCIONES DE TRABAJO FRENTE AL**  
**CRITERIO: VERSATILIDAD DEL DISEÑO”**

Versatilidad del diseño	Microscopio metalográfico de laboratorio	Microscopio portátil	Réplicas metalográficas	Total	Calificación de la opción
<b>1</b> Microscopio metalográfico de laboratorio		8	10	18	0,45
<b>2</b> Microscopio portátil	2		10	12	0,3
<b>3</b> Réplicas metalográficas	2	8		10	0,25
Total	4	16	20	40	1

**TABLA 27**  
**“CALIFICACIÓN DE LAS OPCIONES DE TRABAJO FRENTE AL**  
**CRITERIO: SISTEMA DE ALMACENAMIENTO”**

Sistema de almacenamiento	Microscopio metalográfico de laboratorio	Microscopio portátil	Réplicas metalográficas	Total	Calificación de la opción
<b>1</b> Microscopio metalográfico de laboratorio		10	3	13	0,283
<b>2</b> Microscopio portátil	10		3	13	0,283
<b>3</b> Réplicas metalográficas	10	10		20	0,435
Total	20	20	6	46	1

**TABLA 28**  
**“OPCIÓN DE TRABAJO ELEGIDA EN BASE A LA MATRIZ DE DECISIÓN”**

Matriz de decisión	Microscopio metalográfico de laboratorio	Microscopio portátil	Réplicas metalográficas
1 Resolución de la microestructura	0,043	0,043	0,053
2 Reproducción de la microestructura	0,043	0,043	0,053
3 Rango de magnificación	0,042	0,055	0,048
4 Tiempo de trabajo	0,043	0,055	0,04
5 Recurso humano	0,049	0,058	0,046
6 Versatilidad del diseño	0,063	0,042	0,035
7 Sistema de almacenamiento	0,042	0,042	0,064
Total	<b>0,325</b>	<b>0,338</b>	<b>0,339</b>

## 5.2 Evaluación económica

En esta sección se realiza un análisis de costos, acerca de lo que implica la implementación de una infraestructura para realizar metalografía de campo mediante dos técnicas: Por réplicas metalográficas y por microscopio metalográfico portátil.

A continuación en la tabla 29 y la tabla 30, se analiza el costo de cada técnica.

**TABLA 29**  
**“COSTO TOTAL DE LA INFRAESTRUCTURA PARA**  
**METALOGRAFÍA DE CAMPO POR RÉPLICAS METALOGRÁFICAS”**

<b>CANTIDAD</b>	<b>DETALLE</b>	<b>PRECIO UNITARIO (\$)</b>	<b>TOTAL (\$)</b>
1	Amoladora Dewalt 2300 Watt	174,02	174,02
1	Disco de desbaste Norton Super BDA 178 X 6,4 X 22,2 mm	3,65	3,65
1	Papeles abrasivos SiC malla 120	0,22	0,22
1	Papeles abrasivos SiC malla 220	0,22	0,22
1	Papeles abrasivos SiC malla 320	0,22	0,22
1	Papeles abrasivos SiC malla 400	0,22	0,22
1	Papeles abrasivos SiC malla 600	0,22	0,22
1	Fuente rectificadora de 30 V V.C. - 5 A C.C.	300	300
1	Barra de cobre Ø 38 x 100	27	27
1	Tampónes (mecanizado en CNC)	10	10
15 mt	Cables #12 rojo y negro	0,67	10,05
2	Terminales lagarto	0,8	1,6
6	Terminales bananas	0,15	0,9
6	Terminales anillos	0,1	0,6
2	Esponja Vileda	1	2
1 mt	Paño de billar	7	7
1	Ácido perclórico suprapur al 70%; 0,25 l	455	455
1	Sustancia 2-butoxyethanol; 1 l	60	60
1	Ácido acético glacial; 2,5 l	31	31
1	Kit de láminas de acetato metalizadas	200	200
1	Mueble armario	80	80
		<b>SUB - TOTAL</b>	<b>1363,92</b>
		<b>IVA 12%</b>	<b>163,67</b>
		<b>COSTO TOTAL</b>	<b>1527,59</b>

**TABLA 30**  
**“COSTO TOTAL DE LA INFRAESTRUCTURA PARA**  
**METALOGRAFÍA DE CAMPO POR MICROSCOPIO PORTÁTIL”**

CANTIDAD	DETALLE	PRECIO UNITARIO (\$)	TOTAL (\$)
1	Amoladora Dewalt 2300 Watt	174,02	174,02
1	Disco de desbaste Norton Super BDA 178 X 6,4 X 22,2 mm	3,65	3,65
1	Papeles abrasivos SiC malla 120	0,22	0,22
1	Papeles abrasivos SiC malla 220	0,22	0,22
1	Papeles abrasivos SiC malla 320	0,22	0,22
1	Papeles abrasivos SiC malla 400	0,22	0,22
1	Papeles abrasivos SiC malla 600	0,22	0,22
1	Fuente rectificadora de 30 V V.C. - 5 A C.C.	300	300
1	Barra de cobre Ø 38 x 100	27	27
1	Tampónes (mecanizado en CNC)	10	10
15 mt	Cables #12 rojo y negro	0,67	10,05
2	Terminales lagarto	0,8	1,6
6	Terminales bananas	0,15	0,9
6	Terminales anillos	0,1	0,6
2	Esponja Villeda	1	2
1 mt	Paño de billar	7	7
1	Ácido perclórico suprapur al 70%; 0,25 l	455	455
1	Sustancia 2-butoxyethanol; 1 l	60	60
1	Ácido acético glacial; 2,5 l	31	31
1	Microscopio metalográfico Allring modelo BS53	650	650
1	Cámara CMOS Oplenic para microscopio DCM500	267,86	267,86
1	Laptop HP 4430S A7K18LT#ABM	819	819
1	Mueble armario	80	80
		<b>SUB - TOTAL</b>	2900,78
		<b>IVA 12%</b>	348,09
		<b>COSTO TOTAL</b>	<b>3248,87</b>

# CAPÍTULO 6

## 6. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Se concluye lo siguiente:

- 1) Acorde al objetivo planteado en este trabajo, se deja montada una infraestructura básica para realizar metalografía de campo que posibilitará a los estudiantes de Ingeniería Mecánica desarrollar destrezas, habilidades en técnicas de pulido, ataque electrolítico y otras técnicas de metalografía de campo.
- 2) Si bien es cierto las réplicas son técnicas desarrolladas hace algún tiempo atrás, no dejan de ser útiles si las comparamos con otras técnicas de campo. Siendo una de sus bondades que captura una imagen, que por otros métodos no puede ser obtenida; siendo su

ventaja que esta imagen se la puede observar y analizar cuantas veces sea necesario en un microscopio de laboratorio.

- 3) Otro beneficio de esta técnica, es que el acetato de la muestra viene metalizado en Aluminio<sup>(\*)</sup> de fábrica, lo que permite al usuario hacer la observación directamente en el microscopio, sin pasos preliminares. En el evento de tener un acetato diferente implicará un proceso posterior de metalización a nivel de laboratorio lo que no todos los usuarios lo pueden hacer. Y esto es una gran desventaja al usuario.
  
- 4) En sitios de difícil acceso y en condiciones adversas y de peligro: Trabajo en altura y áreas confinadas, las réplicas tienen una gran ventaja en cuanto al tiempo de utilización. Se minimiza el tiempo de trabajo entre un 60% y un 56% del tiempo del ensayo que con un microscopio portátil.
  
- 5) Económicamente, las réplicas a largo plazo generan gastos si se lo compara con los costos de tener una infraestructura con microscopio portátil, cámara y laptop; pero en compensación, su

---

<sup>(\*)</sup> Struers Transcopy Kit



uso genera otros beneficios, por ejemplo: Se requiere menos personal humano, se ahorra tiempos de trabajo.

- 6) De acuerdo a los resultados obtenidos experimentalmente, las réplicas producen una buena resolución y reproducción de las microestructuras a bajas magnificaciones hasta 200X, debido a que al incrementar la magnificación, el objetivo del microscopio se acerca más a la réplica y hace contacto con las irregularidades de ésta. Por este motivo, el sistema de microscopía por luz se vuelve menos idóneo para el análisis de las réplicas a altas magnificaciones.

Se recomienda lo siguiente:

- 1) Para futuros trabajos de tesis de grado y de investigación, sería interesante construir un equipo de metalización en vacío para crear técnicas alternativas que permitan realizar observaciones metalográficas en campo y prescindir de estas réplicas que fueron empleadas en este proyecto.
- 2) Adquirir acetatos de celulosa de diversos espesores para realizar ensayos de replicado, utilizando técnicas de contraste por

metalizado (sublimación en vacío) ó de aplicación de pinturas negras, tal como se especifica en el estándar ASTM E1351, literal 8.1. Esto permitirá realizar un análisis comparativo de los resultados que se obtengan y determinar cuál es la mejor técnica de contraste.

- 3) En caso de requerirse realizar estudios más profundos de los detalles de las microestructuras, se sugiere analizar las réplicas utilizando técnicas de microscopía electrónica de barrido ya que se logra obtener altas magnificaciones de la imagen hasta 5000X. Habrá que cumplir con lo establecido en el estándar ASTM E 1351, literal 5.3, que la microestructura tomada en la réplica deberá ser mayor a  $0.1 \mu\text{m}$  y el metalizado deberá realizarse con Oro preferentemente.
- 4) En caso de requerirse disminuir el tiempo de trabajo de electropulido, rediseñar la fuente de alimentación rectificadora al doble de potencia de la actual a 300 Watt, ver apéndice 1. Se sugiere una fuente rectificadora trifásica, de onda completa con puente rectificador.
- 5) Realizar de ser posible, cursos de capacitación para conocer más acerca del uso y las ventajas de las réplicas metalográficas.



# APÉNDICES

## APÉNDICE 1

### PARÁMETROS DE TRABAJO PARA ELECTROPULIDO Y ATAQUE ELECTROLÍTICO CON DISTINTOS ELECTRÓLITOS Y ATACANTES

PARÁMETROS DE TRABAJO PARA EL ELECTROPULIDO CON DISTINTOS ELECTRÓLITOS UTILIZANDO FUENTE DE ALIMENTACIÓN DE 150 WATT				
ELECTROLITO	TENSIÓN (V)	TIEMPO (seg)	TENSIÓN APLICADA (V)	TIEMPO REQUERIDO (seg)
1. Ácido acético glacial 940ml, ácido perclórico 60% 60ml	20-60	1-5 min	30	4 min
2. Etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, ácido perclórico 30% 200ml	30-65	15-60	30	60
3. Etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, agua 137ml, ácido perclórico 62ml	20	20	20	20
4. Metanol absoluto 600ml, butil cellosolve 360ml, ácido perclórico 60ml	30-40	5-60	30	60

**PARÁMETROS DE TRABAJO PARA ELECTROPULIDO Y ATAQUE ELECTROLÍTICO CON DISTINTOS ELECTRÓLITOS Y ATACANTES**

PARÁMETROS DE TRABAJO PARA EL ELECTROPULIDO CON DISTINTOS ELECTRÓLITOS UTILIZANDO FUENTE DE ALIMENTACIÓN DE 300 WATT				
ELECTROLITO	TENSIÓN (V)	TIEMPO (seg)	TENSIÓN APLICADA (V)	TIEMPO REQUERIDO (seg)
<b>1.</b> Ácido acético glacial 940ml, ácido perclórico 60% 60ml	20-60	1-5 min	60	1 min
<b>2.</b> Etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, ácido perclórico 30% 200ml	30-65	15-60	60	21
<b>3.</b> Etanol 95% 700ml, butil cellosolve 100ml, agua 137ml, ácido perclórico 62ml	20	20	20	20
<b>4.</b> Metanol absoluto 600ml, butil cellosolve 360ml, ácido perclórico 60ml	30-40	5-60	40	5

**PARÁMETROS DE TRABAJO PARA ELECTROPULIDO Y ATAQUE ELECTROLÍTICO CON DISTINTOS ELECTRÓLITOS Y ATACANTES**

PARÁMETROS DE TRABAJO PARA ATAQUE CON DISTINTOS ATACANTES		
ATACANTE	TENSIÓN APLICADA (V)	TIEMPO REQUERIDO (seg)
1. 1-5ml HNO <sub>3</sub> , 100ml etanol 95%	-	hasta 1 min
2. 45gr KOH, 60ml agua	2.5	5-10

## APÉNDICE 2

### ESTIMACIÓN DE LA PROPORCIÓN DE TIEMPO DE TRABAJO POR RÉPLICAS CON REFERENCIA AL TIEMPO DE TRABAJO POR MICROSCOPIO PORTÁTIL UTILIZANDO LAS TÉCNICAS CONVENCIONALES DE PULIDO MECÁNICO

TRABAJO CON RÉPLICAS	
OPERACIÓN	t (seg)
Desbaste Grueso	60
Desbaste Fino	240
Pulido Grueso	120
Pulido Fino	60
Ataque Químico	5
Replicado	333
Captación de Imagen	15
<b>TOTAL</b>	<b>833</b>

TRABAJO CON MICROSCOPIO PORTÁTIL	
OPERACIÓN	t (seg)
Desbaste Grueso	60
Desbaste Fino	240
Pulido Grueso	120
Pulido Fino	60
Ataque Químico	5
Captación de Imagen	900
<b>TOTAL</b>	<b>1385</b>

$$t_{\text{replicado}} = 0.6 t_{\text{microscopio portátil}}$$



## APÉNDICE 3

### ESTIMACIÓN DE LA PROPORCIÓN DE TIEMPO DE TRABAJO POR RÉPLICAS CON REFERENCIA AL TIEMPO DE TRABAJO POR MICROSCOPIO PORTÁTIL UTILIZANDO LAS TÉCNICAS DE PULIDO Y ATAQUE ELECTROLÍTICO

FUENTE DE ALIMENTACIÓN (30V - 5A) POTENCIA 150 WATT				
TRABAJO CON RÉPLICAS	Electrolito 1, Atacante 2	Electrolito 2, Atacante 2	Electrolito 3, Atacante 2	Electrolito 4, Atacante 2
OPERACIÓN	t <sub>1</sub> (seg)	t <sub>2</sub> (seg)	t <sub>3</sub> (seg)	t <sub>4</sub> (seg)
Desbaste Grueso	60	60	60	60
Desbaste Fino	240	240	240	240
Electropulido	240	60	20	60
Ataque Electrolytico	10	10	10	10
Replicado	333	333	333	333
Captación de Imagen	15	15	15	15
<b>TOTAL</b>	<b>898</b>	<b>718</b>	<b>678</b>	<b>718</b>



**ESTIMACIÓN DE LA PROPORCIÓN DE TIEMPO DE TRABAJO POR  
RÉPLICAS CON REFERENCIA AL TIEMPO DE TRABAJO POR  
MICROSCOPIO PORTÁTIL UTILIZANDO LAS TÉCNICAS DE PULIDO Y  
ATAQUE ELECTROLÍTICO**

	FUENTE DE ALIMENTACIÓN (60V - 5A) POTENCIA 300 WATT			
TRABAJO CON RÉPLICAS	Electrolito 1, Atacante 2	Electrolito 2, Atacante 2	Electrolito 3, Atacante 2	Electrolito 4, Atacante 2
OPERACIÓN	t <sub>1</sub> (seg)	t <sub>2</sub> (seg)	t <sub>3</sub> (seg)	t <sub>4</sub> (seg)
Desbaste Grueso	60	60	60	60
Desbaste Fino	240	240	240	240
Electropulido	60	21	20	5
Ataque Electrolítico	10	10	10	10
Replicado	333	333	333	333
Captación de Imagen	15	15	15	15
<b>TOTAL</b>	<b>718</b>	<b>679</b>	<b>678</b>	<b>663</b>

**ESTIMACIÓN DE LA PROPORCIÓN DE TIEMPO DE TRABAJO POR  
RÉPLICAS CON REFERENCIA AL TIEMPO DE TRABAJO POR  
MICROSCOPIO PORTÁTIL UTILIZANDO LAS TÉCNICAS DE PULIDO Y  
ATAQUE ELECTROLÍTICO**

TRABAJO CON MICROSCOPIO PORTÁTIL	Electrolito 1, Atacante 2	Electrolito 2, Atacante 2	Electrolito 3, Atacante 2	Electrolito 4, Atacante 2
OPERACIÓN	t <sub>1</sub> (seg)	t <sub>2</sub> (seg)	t <sub>3</sub> (seg)	t <sub>4</sub> (seg)
Desbaste Grueso	60	60	60	60
Desbaste Fino	240	240	240	240
Electropulido	60	21	20	5
Ataque Electrolítico	10	10	10	10
Captación de Imagen	900	900	900	900
<b>TOTAL</b>	<b>1270</b>	<b>1231</b>	<b>1230</b>	<b>1215</b>
Proporción de tiempo de trabajo por replicado referido al tiempo de trabajo por microscopio portátil	57%	55%	55%	55%
	$p = \frac{57\% + 55\% + 55\% + 55\%}{4} = 56\%$			
	$t_{\text{replicado}} = 0.56 t_{\text{microscopio portátil}}$			

## BIBLIOGRAFÍA

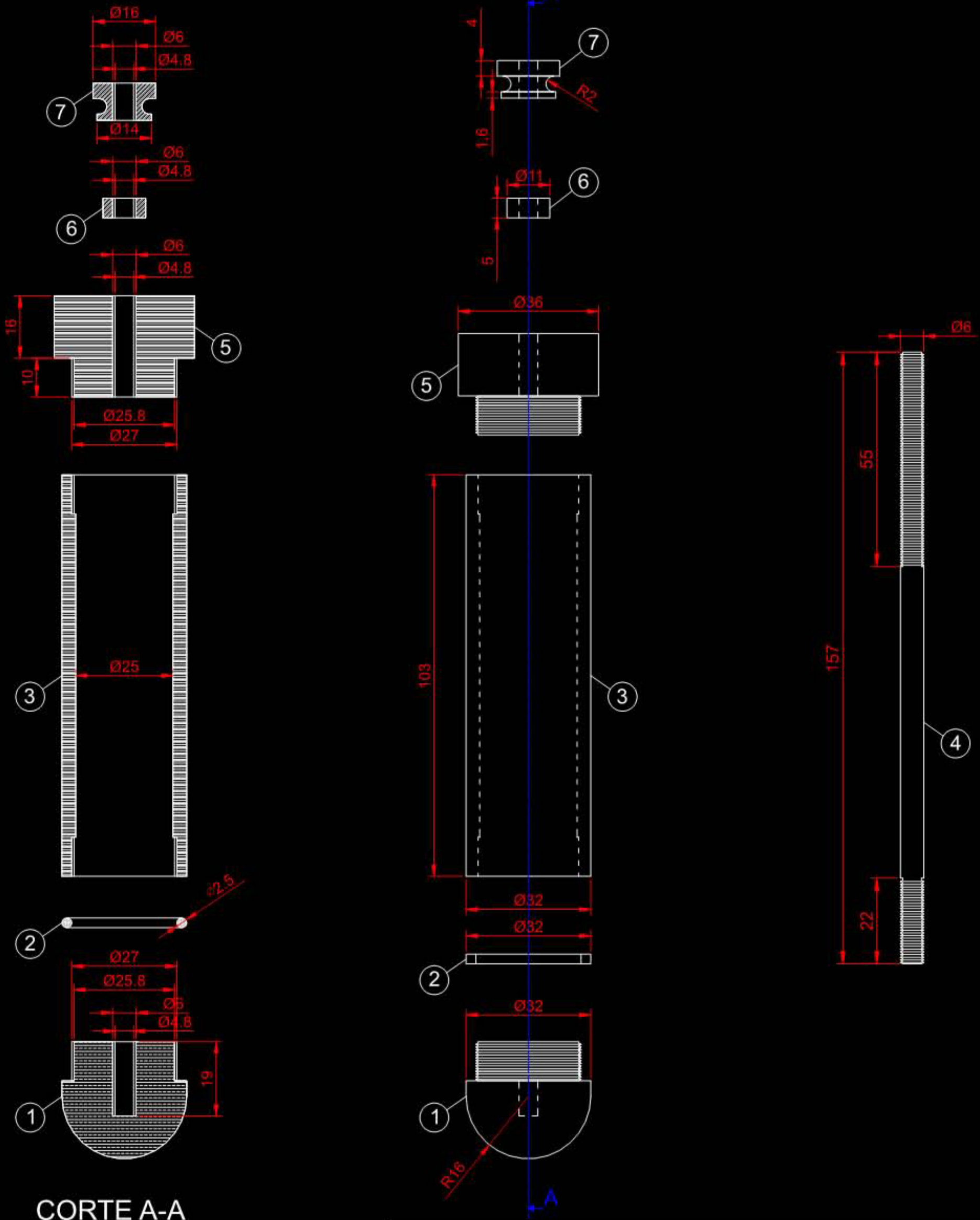
1. ASM Metals Handbook, Volume 9. (1992). Metallography and Microstructures. P 53-55, 72-75, 85.
2. ASM Metals Handbook, Volume 17. (1989). Nondestructive Evaluation and Quality Control. P 52-56.
3. ASM Metals Handbook, Volume 19. (1991). Fatigue and Fracture. P 453-456.
4. ASM International. (1989). Damage Mechanisms and Life Assessment of High Temperature Components. Ohio. United States.
5. ASTM International. (2001). E 3, Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. West Conshohocken, United States.
6. ASTM International. (1999). E 1558, Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens. West Conshohocken. United States.

7. ASTM International. (1999). E 407, Standard Practice for Microetching Metals and Alloys. West Conshohocken. United States.
8. ASTM International. (2001). E 1351, Standard Practice for Production and Evaluation of Field Metallographic Replicas. West Conshohocken. United States.
9. CNEA. Consideraciones a tener presente en la Estimación de Vida Residual de Componentes de Aceros de Altos Requerimientos Tecnológicos. El 04 de 01 de 2013, de <http://www.aaende.org>.
10. Ingeniería e Investigación, Volumen 30. (2010). Análisis de la Fractura de una Biela de Compresor de Refrigeración. El 03 de 01 de 2013, de <http://www.scielo.org>.
11. Montero Ricardo. Curso de Réplicas Metalográficas. El 15 de 01 de 2013, de <http://www.emagister.com>.
12. Raúl Coltters. Fatiga con Corrosión, Fatiga Térmica. El 03 de 01 de 2013, de <http://www.analisisdefractura.com>

13. Salazar Rodriguez William Vidal. (2010). Estudio de Factibilidad en Técnicas No Destructivas para realizar Metalografía en Campo de Componentes Estructurales: Réplicas Metalográficas y Microscopio Portátil. Guayaquil, Ecuador.
14. Scielo Nucleus. (2007). Tendencias Actuales para determinar la Degradación de los Materiales Metálicos de Componentes Industriales. El 03 de 01 de 2013, de <http://scielo.sld.cu>.
15. Struers. Repliset/Replifix Brochure. El 15 de 01 de 2013, de <http://www.struers.dk>.
16. TUV Industrie Service GmbH. Metallographic Replicas and Creep Strain Measurement for Lifetime Assessment at High Temperature Components. El 04 de 01 de 2013, de <http://www.sme-gtz.org>.
17. Universidad Nacional de Jujuy. Trabajo Práctico Análisis de Fallas e Integridad de Equipos Industriales. El 04 de 01 de 2013, de <http://www.campus.fi.unju.edu.ar>.

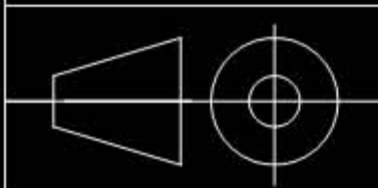
# PLANOS





CORTE A-A

LISTA DE MATERIALES			
No	TAMAÑO	DESCRIPCION	CANTIDAD
1	27 X 10 X 1	PUNTA DE COBRE	1
2	32 X 27	RING DE CAUCHO	1
3	32 X 103	TUBO DE PLÁSTICO	1
4	6 X 157	ESPÁRRAGO DE COBRE	1
5	27 X 10 X 1	TAPÓN DE PLASTICO	1
6	6 X 5 X 1	TUERCA DE ACERO	1
7	6 X 9.6 X 1	CONTRATUERCA DE ACERO	1



Dibujado por:  
Aprobado por:

Nombre:  
J. Encarnación  
Ing. Julian Peña

Fecha:  
19/01/2013

**ESPOL**

Escala:  
**1:1.5**

**Electrodo de Cobre para Electropulido**  
**Plano N°1**

No.  
**1**