

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

SEPTIMO CURSO PANAMERICANO DE METALURGIA

Dentro del Programa Multinacional de Metalurgia
(Programa Regional en Ciencia y Tecnología - OEA)

GUIA DE TRABAJOS PRACTICOS
DE
INTRODUCCION A LA METALURGIA

Ing. Daniel I. Vassallo y Lic. José V. Ovejero Garcia

Reimpresión 1976

Departamento de Metalurgia
Buenos Aires - Argentina
1971

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
DEPENDIENTE DE LA PRESIDENCIA DE LA NACION

SEPTIMO CURSO PANAMERICANO DE METALURGIA

Dentro del Programa Multinacional de Metalurgia
(Programa Regional en Ciencia y Tecnología - OEA)

GUIA DE TRABAJOS PRACTICOS
DE
INTRODUCCION A LA METALURGIA

Ing. Daniel I. Vassallo y Lic. José V. Ovejero Garcia

Reimpresión 1976

Departamento de Metalurgia
Buenos Aires - Argentina
1971

OBJETIVOS

Se persigue con los Trabajos Prácticos:

1o.) Aportar y acrecentar los conocimientos adquiridos durante las clases teóricas.

2o.) Aprender a manejar los distintos dispositivos experimentales.

3o.) Enseñar, principalmente a observar e indagar de una manera sistemática sobre el experimento realizado.

4o.) Aprender a redactar, en forma de cuadro de valores, los resultados de los mismos y sobre la base de estos resultados, a extraer conclusiones lógicas de las hipótesis o leyes admitidas.

Para lograr, quizás en parte, los objetivos propuestos, se requiere una participación total en los mismos. Para ello las guías a utilizar para la realización de trabajos prácticos son un bosquejo del camino a seguir sin indicar lo que encontrará durante la realización de la experiencia.

INFORMES

Los informes deberán ser lo más precisos posibles. En ellos deberán explicar la manera cómo desarrollaron la experiencia, indicando los procedimientos seguidos, analizando los resultados obtenidos y señalando en cada caso, la relación entre la teoría y el experimento.

Resumiendo, el informe deberá constar de :

1. - Objeto de la experiencia.

2. - Introducción teórica.

3. - Técnica operatoria.

4. - Resultados.

5. - Conclusiones.

OBSERVACION DE METALES

Objeto

Observar metales puros y comerciales. Observación de la estructura policristalina de los metales. Uso del microscopio.

Introducción

En la inmensa mayoría de las aplicaciones (los semiconductores son una excepción importante), los metales se emplean en estado de agregados policristalinos (policristales). Esto quiere decir que están formados por la yuxtaposición de enorme cantidad de pequeños cristales de orientaciones más o menos diferentes y separados por límites de grano. Estos límites de grano son zonas en las cuales, según recientes teorías, los átomos del metal tratan de acomodarse a ambas redes cristalinas de los cristales vecinos, colocándose en posiciones que no corresponden precisamente a ningún punto de la red de esos cristales.

La existencia por una parte de gran número de cristales orientados al azar y por otra de los límites de grano, dan a los metales algunas de sus características particulares.

Por una parte esas orientaciones al azar tienen como consecuencia que la anisotropía que poseen los granos, característica de los cuerpos cristalinos, se traduce en una "isotropía estadística o macroscópica". Esto tiene enorme importancia práctica pues permite el estudio de muchos problemas considerando al metal como un cuerpo sólido carente de propiedades direccionales con la consiguiente simplificación que ello supone. Por otra parte, desde el punto de vista de las aplicaciones como materiales resistentes, es muy ventajosa esta propiedad de carencia de direccionalidad. No siempre, sin embargo, los agregados policristalinos carecen de direccionalidad; la existencia de llamadas "texturas", o sea propiedades preferenciales según ciertas direcciones definidas, es un problema que ha preocupado y preocupa tanto a los investigadores como a los tecnólogos.

El otro aspecto importante que es necesario hacer notar es la existencia de los límites de grano. Estos juegan un rol muy importante en numerosos problemas metalúrgicos. Baste decir que pueden influir sobre la mayor o menor resistencia mecánica de un metal dado.

Los límites de grano están asociados a una energía superficial que tiende a un mínimo para alcanzar condiciones de equilibrio. Esta energía juega también un papel importante en el aspecto micrográfico que presenta un metal.

Si se dan las condiciones necesarias para que un metal evolucione hacia posiciones de menos energía, la tensión superficial asociada a los límites de grano hará

que la superficie que limita a los grãos tienda a disminuir. Para ello deberán desaparecer los grãos más pequeños a expensas de los grandes y éstos tomarán una forma poliédrica con puntos de encuentro de límites de grano formando entre sí ángulos de 120° .

Si se tiene en cuenta que esta tendencia a estado de equilibrio va acompañada de un crecimiento de grano y en consecuencia, a una disminución del efecto de isotropía estadística, se comprende que para la mayoría de las aplicaciones este crecimiento de grano sea considerado como perjudicial.

Observaciones a realizar

Se observarán probetas de metales que han sido preparadas para el examen metalográfico. Para que la superficie no sufra rayaduras ni agresión atmosférica las probetas han sido protegidas con una delgada película de barniz (este método se ha usado en todas las probetas preparadas para observación). Se examinarán las diferentes probetas en el microscopio con diferentes aumentos y se tomará nota de las particularidades de cada probeta. Se harán dibujos con las características de las estructuras de las probetas examinadas.

Uso del Microscopio

A) Operaciones a realizar para la observación metalográfica:

- 1) Centrado de la fuente luminosa. En los microscopios que no tienen fuente luminosa precentrada (p.ej. Ortholux Leitz) se debe centrar ésta mediante el sistema con el que viene provisto el microscopio. Para ello se coloca un objeto, un objetivo de bajo aumento y se retira el ocular. Se lleva el condensador a una posición de haz concentrado y se centra. Debe eliminarse, en caso que sea posible, el difusor con que generalmente cuenta el tren iluminador para poder observar más nítidamente la imagen de la fuente.

En los Reichert Metatest que poseen lámpara precentrada la única corrección, al cambiar de lámpara, es poner el filamento de modo que el eje de la espiral del mismo sea normal al eje óptico del tren iluminador.

- 2) Volver a colocar el ocular.
- 3) Volver a colocar el difusor.
- 4) Colocar el condensador en la posición correcta (iluminación uniforme)
- 5) Cerrar el diafragma de apertura a su posición óptima.
- 6) Cerrar el diafragma de campo. Ponerlo a foco mediante el condensador corres-

pondiente. Abrirlo hasta que apenas desaparezca del campo.

7) En los microscopios Leitz centrar el reflector del iluminador.

B) Para obtener fotografías: con la cámara de distancia fija se debe operar de la siguiente manera, suponiendo que el iluminador ya ha sido centrado :

- 1) Verificar que el obturador de la cámara esté cerrado.
- 2) Colocar un chasis cargado correctamente.
- 3) Desenfocando el microscopio, poner a foco el retículo que indica el campo que será registrado en la placa. Poniendo a foco el retículo se consigue que, cuando se ajuste la imagen en el ocular, esté a foco la imagen que registrará la placa. De esta operación depende que la placa aparezca o no correctamente enfocada. Una vez puesto a foco el retículo debe anotarse a qué número de la graduación del ocular corresponde para tenerlo en cuenta cada vez que deba volverse a usar.
- 4) Buscar la zona que se desea fotografiar.
- 5) Retirar la tapa del chasis, descubriendo la placa.
- 6) Volver a verificar la puesta en foco.
- 7) En los casos en que el prisma de reflexión pueda ser desviado del camino de los rayos (en la cámara Leitz MAKAM esto es posible; en las Reichert KAM-V esto no es posible), pasarlo a esta posición.
- 8) Exponer el tiempo adecuado.

Para realizar lecturas fotométricas se deben distinguir dos casos:

- a) El microscopio posee tubo de visión subjetiva y tubo fotográfico. Luego de la operación 4 se retira el ocular del tubo subjetivo y se coloca allí el fotómetro. Se realiza la lectura fotométrica.
- b) El microscopio posee un solo tubo para visión subjetiva y fotográfica. Entre las operaciones 4 y 5 se retira la cámara fotográfica y se reemplaza por el fotómetro. Se realiza la lectura fotométrica.

C) Observaciones con luz polarizada en microscopios Metatest Reichert.

- 1) Sacar el difusor.
- 2) Colocar el polarizador en posición tal que la marca Reichert aparezca en su par-

te superior.

- 3) Colocar el 0 del polarizador en coincidencia con la pequeña marca que se encuentra a la izquierda.
- 4) Colocar el analizador sobre el objetivo en la posición de máximo contraste.

D) Medición de tamaño de objetos:

- 1) Colocar un ocular con micrómetro.
- 2) Colocar como objeto, un micrómetro objeto (1mm dividido en 100 partes).
- 3) Colocar un objetivo de acuerdo a la medición que se desea realizar.
- 4) Poner a foco el objeto y el retículo del ocular.
- 5) Hacer coincidir la escala del micrómetro objeto con la del micrómetro ocular.
- 6) Mediante simple proporcionalidad establecer cuántos micrones corresponden a cada división del micrómetro ocular.
- 7) Realizar la medición.

Recomendaciones:

- 1) Los microscopios son aparatos de precisión que deben ser usados cuidadosamente.
- 2) Debe ponerse mucho cuidado en impedir que puedan ensuciarse. A este respecto es muy importante:

(a) Evitar el polvo, especialmente en la fuente luminosa, lente frontal del condensador, lámina de reflexión, lente frontal del objetivo.

(b) Evitar que el objetivo y ocular se manchen. Las fuentes más frecuentes de manchas son los dedos o la plastilina con que se fijan las probetas a los portaobjetos. APROXIMAR EL TUBO DEL MICROSCOPIO A LAS PROBETAS CON CUIDADO.

Los oculares se pueden empañar con la evaporación proveniente de ojos o párpados, o con las pestañas.

Tanto objetivos como oculares deben limpiarse con papel especial sin ceniza. No usar ningún otro material para esta operación (pañuelos, algodón, etc.).

(c) No dejar el tubo del microscopio sin ocular y/o objetivo, en caso que no haya

tapa de ocular u objetivo. De este modo se impide el acceso de polvo a la lámina de caras paralelas.

(3) Tapar los microscopios con su cubierta correspondiente cuando no estén en uso.

(4) Secar bien las probetas y las manos antes de realizar una observación.

(5) Asegurarse de eliminar todo resto de abrasivo de probeta y manos (especialmente del pulido final) antes de realizar una observación.

(6) Tener cuidado al volver a colocar el tubo de los microscopios Metatest Reichert cuando éstos se zafan de la cremallera en su posición superior. Forzar la cremallera puede arruinarla completamente.

(7) Previa la modificación de la altura del estativo, debe reemplazarse el objetivo por una tapa de objetivo. Realice la operación con cuidado.

(8) La observación normal debe realizarse con la lámpara alimentada con 4,5 V. La alimentación de 6 V solo debe emplearse para la obtención de fotografías y para la observación con luz polarizada.

PREPARACION DE SUPERFICIES PARA OBSERVACION METALOGRAFICA

Técnicas de pulido mecánico

Desbastado mecánico con papeles

Pulido Mecánico

Introducción

El pulido mecánico se realiza por abrasión de la superficie con partículas duras de tamaño sucesivamente decreciente. Estas operaciones pueden agruparse en tres grandes etapas:

- A. - Desbastado
- B. - Pulido basto
- C. - Pulido final

A - Desbastado

Se realiza generalmente con papeles de esmeril o de carburo de silicio. Estos últimos son más convenientes.

Se pueden usar papeles fijos o discos rotativos con papeles o con abrasivo suspendido.

B - Pulido basto

Se puede realizar con papeles de esmeril (para esta etapa no existen papeles de carburo de silicio) o con alúmina suspendida en agua, o con polvo de diamante de malla mediana.

C - Pulido final

Se realiza con alúmina de los grados más finos suspendidos en agua o con polvo de diamante sobre platos giratorios recubiertos con paños afelpados.

<u>ETAPA</u>	<u>TECNICAS</u>		
Desbastado mecánico	Abrasivo esmeril en papel	C.Si en papel fijo o en plato rotativo	C.Si en polvo suspendido en agua en disco rotante
Pulido basto	Esmeril en papeles	alúmina en paño sin pelo	polvo de diamante, paño de nylon
Pulido final		alúmina en paño afelpado 0Mg para Al y aleaciones	polvo de diamante en paño afelpado

Los diferentes métodos son intercambiables entre sí. Sin embargo las combinaciones más usadas son las indicadas con las flechas.

TECNICA

I - Desbastado

La primera operación a realizar, previo al desbastado, consiste (en el caso en que la probeta no la posea) en obtener una superficie lo más plana posible mediante un método adecuado. Este puede ser limado, cepillado, torneado, desbaste con la piedra, etc. Este último debe aplicarse juiciosamente pues la operación va acompañada de elevación de temperatura y deformación que pueden afectar las observaciones posteriores. El torneado es un procedimiento muy adecuado porque la deformación superficial es pequeña y porque provee una superficie plana muy apta para el pulido posterior, pero tiene el inconveniente de ser un método más complicado que el uso de la lima. También deben eliminarse los cantos vivos de los bordes de las probetas que pueden producir rotura en los papeles. Una vez obtenida esta superficie plana, y en caso de ser necesario, la probeta es incluida en algún soporte adecuado (ver técnica de inclusión de probetas). Se identificarán las probetas de manera que no quede ninguna duda sobre su origen. Se asentarán estos datos en el libro correspondiente.

Se procede entonces al desbaste mecánico con papeles de carburo de silicio en húmedo. Se usan progresivamente los papeles 220, 320, 400 y 600. En el caso de no usar los equipos "Lunn student" se deberá proveer a los papeles una base plana. Un vidrio grueso sujeto convenientemente puede servir a este efecto.

Los papeles deben humedecerse abundantemente. Debe ejercerse una buena presión sobre las probetas y el movimiento de vaivén debe realizarse a una frecuencia aproxi-

mada de 1 golpe por segundo. Si bien el tiempo de pulido en cada papel depende del metal que se prepara, se puede tener como norma general pulir 60 segundos en cada papel. Debe ponerse cuidado en no romper los papeles. Para ello la presión de los dedos sobre la probeta debe ser uniforme controlando que la misma no sufra un movimiento de vaivén. Ese movimiento de oscilación produce no una superficie plana, sino dos superficies que forman un ángulo diedro. Esto se produce con mayor frecuencia cuando se manipulan probetas pequeñas y cuya altura es relativamente grande comparada con la superficie de apoyo.

Periódicamente se debe girar la probeta 90° . De esta manera se puede comprobar el avance del desbaste por eliminación de las rayas producidas por abrasión en la posición anterior.

Cuando se pasa de un papel a otro se debe lavar la probeta (y la mesa de pulido en caso que éste no tenga circulación de agua) bajo un chorro de agua corriente. El pulido en el papel nuevo debe hacerse de manera que las rayas producidas sean normales a las del papel anterior.

Cuando se termina con el papel No. 600 se debe pasar al pulido en paño.

Resumen de las operaciones de preparación de probetas hasta el desbastado inclusive

- 1) Identificación de la probeta.
- 2) Preparación de una superficie plana (frentado)
- 3) Eventualmente inclusión.
- 4) Eliminar puntas y/o cantos agudos.
- 5) Identificación de la probeta incluída.
- 6) Desbaste en papeles
 - a) presionar con fuerza
 - b) girar periódicamente 90°
 - c) desbastar 60 segundos en cada papel
 - d) al pasar de papel en papel lavar la probeta (y en caso necesario el vidrio) y girar a 90° .

e) evitar que la probeta pivote. Evitar la rotura de los papeles.

II. Pulido basto con papeles de esmeril

Las técnicas a emplear son similares a las que se usan para el desbaste con papeles de carburo de silico, con la sola diferencia que no siendo estos papeles del tipo impermeable no deben ser usados bajo agua. En consecuencia deben ser usados en seco o con otro tipo de lubricante. Esto último es muy recomendable pues evita que se empasten los papeles. Se pueden usar como lubricantes alcohol, kerosene, gas-oil, benceno, etc. Para el aluminio y aleaciones se recomienda el kerosene con 20% de parafina. Se coloca una cantidad de lubricante suficiente como para que se moje la superficie del papel, sin agregar gran exceso.

III. Pulido basto con alúmina

Para esta operación se debe usar alúmina gruesa y un paño sin pelos. Durante la misma se debe mover la probeta para evitar la aparición de "colas de cometa". Este movimiento puede ser un giro de la probeta sobre si misma, o una rotación en sentido contrario a la de giro del disco, o un movimiento de ida y vuelta sobre una secante.

La probeta debe ser firmemente sostenida para evitar que pueda desprenderse y sea arrastrada por el disco. La probeta debe ser firmemente presionada contra el plato al principio, y más suavemente al final.

Periódicamente, si se observa que el paño se seca, lo que se nota por cierto agarre de la probeta a la tela, se debe agregar un poco de agua. Se puede juzgar la cantidad de alúmina que posee el paño observando la superficie de la probeta, cuando ésta se seca - cosa que debe demorar 3 á 5 segundos (si tarda más en secarse es indice que el paño está demasiado húmedo).

IV. Pulido final con alúmina

Para este pulido se emplea un paño con pelos (tipo terciopelo o pana) y alúmina fina.

Durante esta operación debe realizarse el mismo movimiento que en la anterior para impedir la aparición de colas de cometa.

La presión sobre la probeta debe ser suave. Cuando es difícil eliminar la alúmina de la probeta, es conveniente usar como lubricante una disolución de agua y detergente.

TECNICA DE PULIDO ELECTROLITICO

I - Pulido electrolítico en celda

La gran variedad de metales y reactivos de pulido, cada uno con una técnica bien definida no permite hacer generalizaciones sobre técnicas de preparación electrolítica, como se hizo para la preparación mecánica.

En cada caso se deberá recurrir a la bibliografía correspondiente para obtener los datos de voltaje y/o densidad de corriente posición, distancia y material de electrodos, temperaturas, preparación superficial previa, etc.

Las instalaciones de pulido electrolítico del laboratorio constan de una batería central de 6 celdas y 2 laterales de 3 celdas cada una y están alimentadas por un grupo motor-generador de corriente continua que permite llegar a tensiones de 110 V. El montaje de los circuitos de celda es potenciométrico y mediante el reóstato se puede regular la tensión de bordes entre 0 y 110 V, medible sobre un instrumento. El control se completa con un amperímetro que lee el pasaje de corriente a través de la celda. Cada equipo de pulido va provisto de dos llaves, una para accionar el motor del agitador y otra que interrumpe el circuito de la celda. Se encuentran también dos fusibles, para el circuito del motor y de la celda, de 5 A, respectivamente. El grupo motor-generador se pone en marcha accionando una llave que se encuentra a la derecha del grupo central. Junto a ella hay otra llave que da tensión a los motores de agitación. Los agitadores giran a una velocidad de 4 rpm, accionados por motores bifásicos y su velocidad no es regulable. La pinza de sujeción de las probetas va colocada sobre una varilla horizontal que puede correr y colocar a la probeta en posición más o menos alejada del eje. Esto permite variar la velocidad periférica y en consecuencia el grado de agitación.

Las probetas se colocan conectadas a la pinza que posee el eje del motor (ánodo +). Se debe cuidar que la pinza no se sumerja en el reactivo. En caso que deba sumergirse toda la probeta, ésta deberá estar unida por un intermediario del mismo material que la probeta.

Como cátodo se usa generalmente el mismo recipiente de acero inoxidable en que se coloca el reactivo. Su altura se gradúa mediante el uso de una mesita regulable. Las mesitas deben ir siempre protegidas con las fundas de plástico con que se las provee.

En general las probetas son extraídas del baño bajo tensión.

Con respecto al empleo de reactivos a base de ácido perclórico atenerse estrictamente a las instrucciones existentes (ver apuntes sobre peligros del uso del ácido perclórico).

II. Pulido a tampón

a) Técnica

Elegir un tampón de forma apropiada. Para la mayor parte de los casos se emplea el de cabeza semiesférica. El de cabeza cónica queda reservado para los casos en que el electrolito sufre un calentamiento excesivo o en que se desee pulir una superficie pequeña.

Cubrir el tampón con la tela de modo que ésta quede en íntimo contacto con el metal. Sujetar la tela en posición con una banda de goma.

Conectar el tampón al cátodo (-) y unir eléctricamente la pieza a pulir al ánodo (+) (en los equipos del cuarto de pulido electrolítico el ánodo es el eje del motor).

Colocar la pieza a pulir sobre un cristalizador para evitar que el exceso de reactivo de pulido manche el lugar de trabajo.

En caso de pulido de probetas pequeñas o chapas, que debido a su poca masa pueden calentarse rápidamente, se recomienda colocarlas sobre una pieza metálica de mayor volumen con la cual haga buen contacto.

Colocar el reactivo en un vaso de precipitado y embeber el paño del tampón con el reactivo.

Regular la tensión entre bornes, en vacío, al valor tabulado. Tocar con el tampón la pieza en el lugar que se quiera preparar, de modo que se pula el área mojada por el reactivo. Existen diferentes técnicas de movimiento del tampón que se adaptan a casos diversos. No conviene dejarlo siempre en el mismo punto pues pueden aparecer marcas en la zona pulida debido a la superficie rugosa del paño que puede producir velocidades diferentes de disolución. En general se pula en el menisco líquido que queda entre tampón y superficie metálica, efectuando desplazamientos lentos con movimiento de circular. Cuando se trata de materiales muy blandos es importante no tocarlos con el paño porque esto puede producir rayas, si hubiese algún material extraño (polvo o trozos de inclusiones arrancadas). En otros casos conviene apoyar el tampón en toques sucesivos de duración variable (generalmente del orden de 3 segundos). En otros casos es conveniente desplazar el tampón rápidamente sobre la probeta. Con un poco de experiencia se puede llegar a determinar el método más adecuado haciendo algunas pruebas y observando cómo reacciona la superficie de la probeta. El poder controlar la operación a medida que ésta se realiza es una de las grandes ventajas del método.

El otro factor a tener en cuenta -junto con la elección del reactivo apropiado y de la técnica de aplicaciones- y que determina el éxito de la técnica, es la tensión entre cátodo y ánodo. Esta se determina en vacío y fija la densidad de corriente,

pues la superficie a pulir y la distancia entre cátodo y ánodo están fijadas para un tampón dado por la geometría del mismo. En general la tensión no es crítica, salvo para ciertos casos difíciles y conviene hacer ensayos para encontrar el valor óptimo. Si bien conviene en general trabajar con la mayor tensión posible, en los casos de piezas pequeñas que se pueden calentar fácilmente es preferible emplear tensiones menores. Como se ha explicado en las generalidades sobre pulido electrolítico, el empleo de tensiones bajas corresponde a la zona de ataque de la curva I vs V . Conviene en consecuencia operar en una zona alejada, a mayor voltaje. En caso en que esto no es posible, a consecuencia del calentamiento local, se puede pulir a menor voltaje y cuando se considera que prácticamente se ha terminado la operación, se deja enfriar la probeta y se realizan unos cortos "toques" a mayor voltaje. En caso de calentamiento conviene también cargar el tampón de electrolito con más frecuencia. De este modo el electrolito sirve en parte de refrigerante. La tensión de trabajo está también ligada a la técnica de toque. Es necesario pues, para materiales sobre los cuales no existe experiencia, realizar algunos ensayos previos de puesta a punto.

En la mayor parte de los casos y según la técnica de toque usada, la zona pulida está formada por un área central brillante, en general de forma aproximadamente circular, rodeada de un anillo atacado y luego de una zona no terminada de pulir en la cual existen aún rayas de la preparación mecánica previa.

Es interesante examinar la zona atacada pues muy frecuentemente en ella aparece revelada la estructura con bastante fidelidad y puede dar una primera impresión sobre el estado del metal. Ese anillo atacado se produce debido a que en la zona alejada del punto de contacto del tampón con el metal, la densidad de corriente disminuye y en consecuencia se está en la región de ataque de la curva I vs V .

En algunos casos no es posible desplazar el tampón y la técnica a usar debe ser la de toques, estando el desplazamiento del tampón acompañado de un ataque muy marcado de la superficie. Esto es debido a que el desplazamiento destruye por agitación la capa viscosa (hay que recordar siempre los factores que influyen sobre la capa viscosa y operar sobre ellos de manera que ésta no sea destruída).

b) Reactivos del método tampón

<u>Electrolito</u>	<u>Composición básica</u>	<u>Composición</u>
A	Acido ortofosfórico-Etanol	34 gr de ácido por 100 cc de solución
B	Acido nítrico - Metanol	28 gr de ácido por 100
C ₁	Acido perclórico - Acido acético	5,7 g de HClO_4 por 100 cc de solución

<u>Electrolito</u>	<u>Composición básica</u>	<u>Composición</u>
C ₂	Acido perclórico- Acido acético	7,6 g HClO ₄ por 100 cc de solución
C ₃	" "	9-11 g HClO ₄ por 100 cc de solución
C ₄	" "	23,7 g HClO ₄ por 100 cc de solución
C ₅	" "	26,6 g HClO ₄ por 100 cc de solución
D	Acido perclórico-Metanol	16 g de ácido por 100 cc de solución
E	Tiocianato de potasio- Etanol	SCNK 160 g. Etanol 800 cc glicerina 80 cc H ₂ O dest. 20 cc
F	Acido perclórico - Butilcellosolve	10 cc de ácido por 100 cc de solución

c) Condiciones de pulido tampón para distintos metales y aleaciones.

i) Cobres, latones, mono y polifásicos. Bronces al aluminio. Cobre-níquel.

Electrolito A: 10 - 15 V, desplazamiento continuo del tampón, los mejores resultados entre 13 y 15 V. El único inconveniente es el depósito de cobre que se forma en el cátodo, lo que obliga a lavar periódicamente el paño. Frecuencia de lavado alrededor de 10'. Conviene lavar el paño con agua y frotando. luego de lavado, el paño debe ser enjuagado en alcohol y secado. El rededepósito de cobre puede ser causa de que aparezcan rayaduras en la probeta.

Electrolito B: 15 a 20 V. Los mejores resultados con desplazamiento continuo del tampón y 20 V; los problemas de rededepósito son análogos al caso anterior. Los mejores resultados se obtienen con bronce al aluminio.

ii) Aceros

Los aceros al carbono se pulen fácilmente con el reactivo C-3 y una tensión de 30 V. Con el F a 30-40 V.

En el caso del C-3 el rápido calentamiento del electrolito hace que el área a pulir no sobrepase a 1 ó 2 cm² debido a la oxidación. El mejor método es el de toques sucesivos con tampón de pequeño radio de curvatura.

En lo que se refiere a fundiciones, la matriz se pule fácilmente, radicando el problema en el grafito por lo que la preparación previa debe ser cuidadosa para acortar el tiempo de pulido lo más posible. Los aceros inoxidables del tipo 18/8 se pulen perfectamente con el C-3 o el F y eventualmente con el C-4. Con este material es necesario tener en cuenta la mala conductividad, lo que puede producir fuerte calentamiento local, especialmente en chapas delgadas lo que da como resultado la aparición de capas oscuras de óxido que enmascaran la estructura.

iii) Aluminio y aleaciones

Reactivo D con un voltaje de 25 a 30 V mediante toques sucesivos pule correctamente el aluminio y aleaciones. Reactivo F con 40-60 V y desplazamiento más o menos lento según el caso.

Puede ocurrir que la trama de la envoltura quede marcada sobre la superficie de la muestra. Si el pulido se realiza con el menisco del electrolito las marcas son prácticamente eliminadas.

iv) Zinc y sus aleaciones

Con reactivo E y voltaje de 20-30 V. Pulido con el menisco del electrolito.

v) Estañó y plomo

Reactivo C-3, los inconvenientes del redepósito catódico son muy grandes por lo que el tiempo entre lavado y lavado de paño debe ser corto.

vi) Uranio

Reactivo D; C-5 con voltaje de 20-25 V; Reactivo F a 30-40 V.

DEFORMACION PLASTICA DE METALES Y ALEACIONES

OBJETO:

Esta práctica tiene por objeto observar el aspecto que presenta la superficie de metales policristalinos y aleaciones policristalinas que han sido deformadas plásticamente y, basándose en lo conocido sobre monocristales, tratar de determinar los mecanismos que han actuado en la deformación.

PREPARACION DE LAS PROBETAS:

El material, que se encuentra sin deformación previa debido a que ha sido sometido a un tratamiento de recocido, debería pulirse con cuidado, para evitar deformarlo, de acuerdo a los métodos descriptos en las prácticas anteriores:

- a) zinc
- b) aluminio
- c) latón
- d) hierro

TECNICA EXPERIMENTAL:

El material, una vez pulido, será colocado en una máquina de deformación y se irá observando, con el microscopio, mientras se deforma.

Para cada metal, describir y dibujar:

- a) material sin deformar
- b) aparición de las primeras modificaciones
- c) evolución de la estructura a medida que aumenta la deformación

De acuerdo a lo observado:

- a) Qué mecanismos operaron?
- b)Cuál actuó primero?
- c) Para qué se requiere mayor tensión, para **maclar** o para deslizar?
- d) Es la deformación homogénea en todos los granos?
- e) Es la deformación homogénea en cada grano?
- f) Cuántas direcciones de deslizamiento se ven?
- g) Qué ocurre con los límites de grano?

Repulir y ver qué observa. **Redeformar.**

DEFORMACION SUPERFICIAL PRODUCIDA POR ABRASION

OBJETO

Tratar de averiguar qué tipo de daño se produce en el Zn cuando se realiza la operación de desbastado con papeles abrasivos y la magnitud del mismo en función del tamaño de grano del abrasivo empleado.

INTRODUCCION

La abrasión a que son sometidos los metales con el objeto de preparar una superficie apta para el pulido final, como así también ciertas operaciones previas de la preparación de probetas (corte, limado, etc.) producen alteraciones en la estructura, que en ciertos metales, especialmente los anisótropos, llegan a ser significativas. También son susceptibles a este fenómeno los metales blandos de alto punto de fusión (Titanio, Zirconio, Niobio) en los cuales, además, la eliminación mecánica de la capa deformada es bastante lenta.

MATERIAL A UTILIZAR

Zn fundido o recocido.

OBSERVACIONES A REALIZAR

- 1o.) Reconocer la estructura del material.
- 2o.) Producir la abrasión bajo condiciones controladas.
- 3o.) Examinar la estructura superficial y subyacente anotando las diferencias con la estructura original.
- 4o.) verificar el grado de penetración.
- 5o.) mediante un informe describir e interpretar lo observado.

DIAGRAMA DE EQUILIBRIO

OBJETO:

Identificación de fases mediante metalografía y el diagrama de equilibrio.

INTRODUCCION

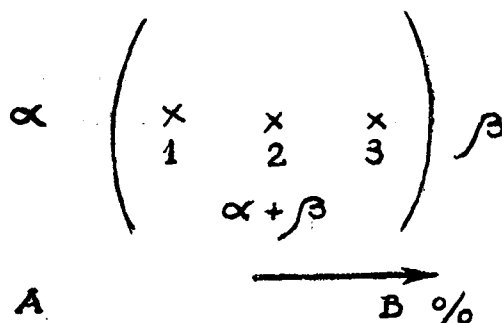
En general la estructura de los sistemas metálicos multicomponentes poseen una diversidad de morfologías debido a la presencia de diversas fases, en proporciones variable y con diferente aspecto según la forma (tipo de reacción, velocidad de transformación, etc.) como han aparecido.

Trabajar con un tal sistema exige previamente familiarizarse con las fases presentes, su forma, cantidad, respuesta a los reactivos de ataque, etc.

Para poder familiarizarse con las estructuras e interpretarlas, de una muestra dada, es necesario conocer la composición química, la manera como actúan los diferentes reactivos de ataque y contar con el diagrama de equilibrio.

Para reconocer en una aleación que se sabe presenta las fases α y β , de acuerdo al diagrama de equilibrio, ambas fases entre sí el método consiste en preparar varias aleaciones de composición creciente en el componente B, tal como los puntos 1, 2, 3 de la figura.

La fase α será la que se encuentra en mayor proporción en la aleación 1 y la fase β la de mayor proporción en la muestra 3.



Es evidente que una sola muestra no permite identificar con seguridad las fases presentes. En realidad un conocimiento preciso de fases desconocidas exige una determinación de las mismas por algún método tal como Rayos X que caracteriza la estructura cristalina de la fase o microsonda electrónica que da la composición química. Sin embargo el método metalográfico una vez que se ha correlacionado con una técnica complementaria, rayos X, por ejemplo, permite una determinación simple generalmente más sensible que la que se obtiene con métodos radiocristalográficos.

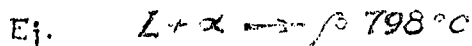
La determinación de las fases estables a temperaturas superiores a la ambiente se puede realizar mediante técnicas tales como rayos X a alta temperatura o metalográfica a alta temperatura. Sin embargo estas técnicas son engorrosas. Por enfriamiento

brusco, las probetas pueden "congelar" el equilibrio a temperatura, es decir que las fases que estaban en equilibrio a alta temperatura se encuentran a la temperatura ambiente en un estado metaestable. Esto ocurre cuando la velocidad de enfriamiento es mayor que la velocidad en que ocurre la transformación. No hay reglas generales que digan cuando una transformación se puede o no cortar ya que la cinética de la transformación depende de múltiples factores. Sin embargo es más factible cortar una reacción que ocurre a baja temperatura que una reacción a alta temperatura.

Reconocer las fases presentes en la aleación Cu-20% Sn en peso usando su diagrama de equilibrio.

TRABAJO A REALIZAR

1o.) Estudio del diagrama de equilibrio. Encontrar las reacciones. Escribir su fórmula y dar la temperatura



2o.) Examinar las probetas 50/50 y 70/30

- Cuántas fases ve?
- Es esto compatible con la regla de las fases?
- Cuáles son las fases estables de la aleación 50/50?
- " " " 70/30?
- Basándose en lo dicho en la introducción identificar cada fase.

fase - color

- Cómo se originan estas fases? Describa el enfriamiento de la aleación y las fases que aparecen.
- Qué morfología tiene cada fase? Por qué?

3o.) Examinar las probetas 1-2-3-4-5 aleación Cu-Sn 20% W.

No.

- 1 hora a 700°C - templado en agua con hielo
- 1 hora a 700°C - enfriado al aire
- 1 hora a 550°C - templada en agua con hielo
- 1 hora a 550°C - enfriada al aire
- 1 hora a 500°C - templada en agua con hielo

- a) Cuáles son las fases estables a temperatura ambiente ?
- b) alguna de estas probetas presenta la fase ϵ ? (Comparar con el aspecto de la fase de probetas 50/50 - 70/30).
- c) Teniendo en cuenta que los enfriamientos rápidos generalmente retienen "congelada" las fases presentes en equilibrio a la temperatura del tratamiento. Pueden identificar las fases presentes ?

Se observan cuatro fases de diferente color. Llenar el cuadro:

<u>Fase</u>	<u>Color</u>
	amarillo
	amarillo castaño (con líneas en su interior)
	castaño violáceo
	azul

- d) Qué aspecto presenta el eutectoide $\alpha + \delta$ en las tres probetas en que se encuentra ? Si son diferentes a qué le atribuye ?
- e) En la probeta No. 3 se observan unos "bastones" de la fase marrón-violeta. Qué origen puede tener ?

SOLIDIFICACION

OBJETO.

Observación de estructuras obtenidas por solidificación.

INTRODUCCION.

En general se puede admitir que la composición de una aleación fundida es homogénea pero el sólido resultante puede presentar, en distintos puntos de su masa, fluctuaciones de composición que pueden llegar a ser notables. Este fenómeno se conoce con el nombre de segregación. Existen diferentes clases de segregación: normal, interdendrítica, inversa y por gravedad. Otro aspecto importante de un metal o aleación solidificada es la presencia o ausencia de porosidades. Las causas de aparición de estos defectos pueden deberse: a la contracción de volumen que acompaña a este cambio de estado, en la mayoría de los metales, o de la expulsión de gases disueltos en el líquido por la interfase de crecimiento, o de una combinación de estos fenómenos.

TRABAJO A REALIZAR:

- a) Observación de la estructura de una aleación hipereutéctica de Sn 39% Pb, en peso, enfriado lentamente.
- b) Observación de la microestructura de aleaciones de Al 4% Cu y Al 20% Cu, en peso, enfriadas rápidamente

TECNICA OPERATORIA:

Para el punto a:

- 1) Coloque la aleación Pb-Sn en un tubo de ensayo y fúndala mediante un mechero a gas.
- 2) Mantenga por diez minutos, después de haber fundido, en el mechero con el objeto de sobrecalentar el líquido.
- 3) Luego coloque el tubo con la aleación fundida en el recipiente que contiene material aislante y deje solidificar (el tiempo aproximado para solidificar es de 30 minutos).

Preparación metalográfica de las muestras:

- a) Se cortará la muestra longitudinalmente y luego serán desbastada hasta papel 400 lubricado con detergente.

b) El pulido electrolítico :

Aparato: Disa electropol

Reactivo: A_2

Tiempo: 20 seg.

Voltage: 20 volt.

Punto b :

Fundición

Se utilizará un horno a resistencia Kanthal, con crisoles de grafito.

Colada:

Las muestras se colocan directamente en un aro apoyado sobre una gran masa de una aleación de Al Cu que actuará como enfriador.

Preparación metalográfica:

a) Se cortarán las muestras longitudinalmente y luego serán desbastada hasta papel 600.

b) Pulido electrolítico:

Aparato: Disa electropol

Reactivo: A_2

Tiempo: 60 seg.

Voltaje: 30 volt.

Observaciones a realizar :

1) En la aleación Pb-Sn

a) Dibuje lo que observa al microscopio, en la probeta.

b) De acuerdo a lo observado en a) podría Ud. explicar a qué composición corresponde?

c) Explique lo que pudo ocurrir durante el proceso de solidificación.

2) En la aleación de Al-Cu

a) Dibuje lo observado, en el microscopio, en ambas aleaciones.

b) Con ayuda del diagrama de equilibrio. Podría identificar las fases presentes?

c) Si hubo segregación a qué tipo corresponde?

d) En la muestra de Al 4% Cu como sería la microestructura sin segregación?

e) Lamine ambas muestras

¿qué es lo que observa? A qué se debe este comportamiento?

SISTEMA HIERRO - CARBONO

A. OBJETO

Observación de las estructuras de aleaciones hierro-carbono correspondiente a diferentes composiciones y tratamientos térmicos.

B. INTRODUCCION

El diagrama Fe-Fe₃C usado corrientemente no corresponde realmente a un diagrama de equilibrio. En efecto en dicho diagrama ~~aparece~~ la fase CFe₃ que no existe en condiciones de equilibrio termodinámico.

Sin embargo el verdadero diagrama en el que aparece el grafito en lugar del Carburo de hierro sólo tiene valor para aleaciones con alto tenor en carbono (fundiciones) y el diagrama metaestable Fe-CFe₃ se comporta como un verdadero diagrama de equilibrio para las velocidades en que se desarrollen la enorme mayoría de los procesos.

Hecha esta salvedad se debe tener en cuenta que el diagrama de fases sólo es aplicable a aquellos estados que son de equilibrio aunque se trate de un equilibrio metaestable como es nuestro caso. Ahora bien, cuando se relaciona ésto con las estructuras del acero hay que tener en cuenta dos cosas. En primer lugar que en las aplicaciones de las aleaciones ferrosas hay muchas estructuras de interés práctico que no corresponden a estados de equilibrio y en segundo lugar que el diagrama de equilibrio nos dice la proporción en que se encontrarán dos fases dadas a una determinada temperatura pero no la forma en que dichas fases aparecerán. Un diagrama de equilibrio expresa qué cantidad de CFe₃ está en equilibrio con hierro pero no puede predecir la forma en que se encuentra el CFe₃ (p. ej. en láminas o en glóbulos de diversos tamaños) lo que depende de la historia del material.

En consecuencia existen una gran cantidad de estructuras asociadas al diagrama Fe-C que corresponden a estructuras de equilibrio metaestable, estructuras de no equilibrio y diferentes formas de los constituyentes en ambas.

C. TECNICA; PREPARACION DE LAS PROBETAS

Las probetas se preparan, en caso de necesitarlo, mediante un desbastado con papeles deCSi hasta No. 600. El pulido final se realizará con tampón. Ver técnica de pulido de aceros.

Las probetas se atacarán o bien con el mismo reactivo del tampón o con Nital al 4% para las probetas de bajo carbono y probetas templadas y Nital 2% para las probetas de mayor porcentaje de carbono.

D. OBSERVACIONES A REALIZAR

Realizar las observaciones de las probetas en los diferentes estados estructurales y describir cuáles son las características de las mismas.

E. CUESTIONARIO

- 1) Cómo se puede reconocer un hierro α en un hierro δ ?
- 2) Cómo y en qué casos es posible reconocer el tamaño de los antiguos granos en un acero que ha sufrido ya transformación eutectoidea ?
- 3) En qué se diferencian las estructuras de aceros de igual composición normalizados y recocidos ?
- 4) Por qué en una misma probeta la separación entre las láminas de ferrita y cementita puede ser diferente para distintas colonias de perlita ?
- 5) Por qué no se puede hablar de granos de perlita ?
- 6) Calcular los porcentajes de constituyentes estructurales en aceros enfriados lentamente conteniendo a) 0,08%C; b) 0,35%C; c) 0,70%C; d) 1,2%C; e) 1,6%C, a temperatura ambiente.
- 7)Cuál sería la diferencia en estructura de un acero 1,2%C
 - a) enfriado en el horno desde la temperatura arriba de A_{cm}
 - b) normalizado por sobre A_{cm} , recalentado hasta muy poco arriba de A_{ci} y luego enfriado en el horno?
- 8) Reconocimiento de estructuras incógnitas.

LIBROS RECOMENDABLES:General:

- 1) Metals in the service of man, W.Alexander. A.Street - inglés
- 2) Metalurgia Física, B. Chalmers - inglés-castellano
- 3) Estructuras, propiedades termodinámicas y mecánicas, Ed. Wulf-Inglés-castellano
- 4) Physical Metallurgy, Reed-Hill - inglés
- 5) Physical Metallurgy, Cottrell - inglés-castellano
- 6) Physical Metallurgy, R.W.Cahn - inglés
- 7) Metallic Materials, P. Hurd - inglés
- 8) Elements of Materials Science, Van Vlack - castellano
- 9) Metalurgia Física, A.G.Guy - inglés-castellano (bilingüe)
- 10) The structure of metals and alloys, Hume Rothery - inglés
- 11) Constitution of Binary alloys, Brick & Phillips - inglés
- 12) Elements of X-Ray Diffraction, B.D.Cullity - inglés
- 13) Metalurgia Mecánica, Dieter, Castellano-inglés

Metalurgia Física:

- 1) Physics of solids, West & Thompson - inglés-castellano
- 2) Physics of metals, Seitz - inglés
- 3) Introduction to solid state physics, Kittel - inglés
- 4) Conceptos de Física Moderna, Arthur Beiser, castellano-inglés

Transformaciones de Fase:

- 1) Kinetics of phase transformations in solids, Burke - inglés
- 2) Physical Metallurgy, R.W.Cahn, inglés
- 3) Constitution of binary alloys, Brick & Phillips, inglés
- 4) Structure of Metals (3rd.ed.), Barret y Massalski - inglés

Solidificación y Fundición:

- 1) The solidification of metals, Winegard, inglés
- 2) Principles of solidification. B.Chalmers, inglés
- 3) Fundamentals of Metals Casting, Flinn, inglés