



**INSTITUTO DE
TECNOLOGIA**

**UNIVERSIDAD NACIONAL
DE GENERAL SAN MARTIN**

**COMISION NACIONAL
DE ENERGIA ATOMICA**

**MAESTRIA EN
CIENCIA Y
TECNOLOGIA
DE MATERIALES**

REPLICAS SUS APLICACIONES

**José Ovejero García
Miguel Ipohorski**

"REPLICAS - SUS APLICACIONES"

José Ovejero García

Dr. en Física, Universidad Nacional de Tucumán.
Dr-Ingenieur, Especialidad Metalurgia Física, Université de Paris-Sud, Centre D'Orsay, Francia.
Jefe de la División Metalografía y Técnicas Especiales, Departamento de Materiales, CNEA.
Actividades: Daño por Hidrógeno, Metalografía no Destructiva, Aceros Inoxidables, Análisis de Fallas.

Miguel Ipohorski

Dr. en Física, Instituto de Física "José A. Balseiro". Universidad Nacional de Cuyo.
Desde Marzo de 1964 pertenece al grupo de Investigadores de la Comisión Nacional de Energía Atómica, Gerencia de Desarrollo, Departamento de Materiales.
Miembro del Editorial Board de la Revista "Biocell", y del Advisory Editorial Board de la Revista "Ultramicroscopy".
Actividades: Microscopía Electrónica de Transmisión y Barrido, Microanálisis Dispersivo en Energía, Fractografía, Materiales Compuestos de Matriz Metálica, Recubrimientos, Análisis de Fallas.

Este curso forma parte de los requerimientos para obtener el grado académico de "Magister en Ciencia Y Tecnología de Materiales" aprobado con nivel nacional por el Ministerio de Cultura y Educación de la Nación en su Resolución N° 3314 del 16 de Diciembre de 1994.

Está organizado en el Instituto de Tecnología, creado el 16 de Noviembre de 1993 a través de un convenio entre la Comisión Nacional de Energía Atómica y la Universidad Nacional de General San Martín.

I	PREPARACION Y OBSERVACION DE REPLICAS PARA MICROSCOPIA ELECTRONICA	
I.1	INTRODUCCION	1
I.2	MEJORAMIENTO DEL CONTRASTE. SOMBREADO	1
I.3	TECNICAS DE PREPARACION DE REPLICAS	3
I.3.1	Réplicas de Una Etapa	5
I.3.2	Réplicas de Dos Etapas	9
I.3.3	Réplicas de Extracción	10
I.3.4	Réplicas de Oxidos	11
I.3.5	Preparación de Películas Amorfes	12
I.4	OBSERVACION DE LAS REPLICAS EN EL MICROSCOPIO ELECTRONICO DE TRANSMISION	14
I.5	PREPARACION Y OBSERVACION DE REPLICAS PARA MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO	15
I.5.1	Metalizado	16
I.6	REFERENCIAS	16
II	REPLICAS METALOGRAFICAS	
II.1	INTRODUCCION	17
II.2	PREPARACION METALOGRAFICA	17
II.2.1	Desbastado	17
II.2.2	Pulido	19
II.2.2.1	Pulido Electrolítico	19
II.2.2.2	Pulido Mecánico	20
I.2.3	Revelado de la Microestructura	20
II.3	TIPOS DE MATERIALES UTILIZADOS PARA REPLICAS	21
II.4	TIPOS DE REPLICAS	24
II.5	METODOS DE OBSERVACION	24

II.6 INFORMACION OBTENIBLE DE LAS REPLICAS	25
II.6.1 Réplicas Microestructurales	25
II.6.1.1 Tipos de Fisuras	25
II.6.1.2 Microestructura	25
II.6.2 Réplicas Extractivas	26
II.7 REFERENCIAS	26
III APLICACIONES DE LA METALOGRAFIA NO DESTRUCTIVA	
III.1 INTRODUCCION	27
III.2 PROBLEMAS DE CREEP	27
III.2.1 Introducción	27
III.2.2 Aplicaciones	28
III.2.2.1 Introducción	28
III.2.2.2 Determinación de la Vida Remanente Mediante la Evolución de las Cavidades.	30
III.2.2.3 Evaluación de la Vida Remanente a Partir del Grado de Esferoidización de la Perlita	33
III.2.2.4 Evaluación de la Vida Residual a Partir de la Información Obtenible de las Réplicas Extractivas.	35
III.3 APLICACIONES EN ACEROS INOXIDABLES	37
III.3.1 Introducción	37
III.3.2 Degradación de sus Propiedades	37
III.4 REFERENCIAS	42
APENDICE A	43
APENDICE B	44
APENDICE C	45
APENDICE D	47
APENDICE E	49

AGRADECIMIENTOS

Se desea expresar el reconocimiento a las siguientes personas e instituciones por la colaboración prestada :

- Al Programa Multinacional de Materiales OEA-CNEA, Proyecto Regional de Desarrollo Científico y Tecnológico OEA, por su apoyo y la financiación del presente trabajo.
- Al Dr.J.R.Galvele, Director del Instituto de Tecnología UNGSM-CNEA.
- A la Dra.Alicia Sarce, Directora de la Maestría en Ciencia y Tecnología de Materiales del Instituto de Tecnología UNGSM-CNEA.
- Al Lic.Luis A.Quesada, Secretario Académico del Instituto de Tecnología UNGSM-CNEA.
- A las Sras.Lidia Montes de Novoa y Elida Rodríguez, a la Srta.Edith R.Laiker, y al Sr.Julio Paz, de la Secretaría del Instituto de Tecnología UNGSM-CNEA.
- Al Sr.Néstor J.Marcone por toda su asistencia técnica y colaboración.
- A la Srta.Mónica N.Barrientos por su permanente colaboración.
- Al Sr. Ramón Castillo Guerra por toda su asistencia técnica y colaboración.

I PREPARACION Y OBSERVACION DE REPLICAS PARA MICROSCOPIA ELECTRONICA

I.1 INTRODUCCION

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 [1]. El contraste de la imagen electrónica, obtenida en un microscopio electrónico de transmisión o de barrido, está por lo tanto directamente relacionado con la topografía de la muestra original.

En microscopía electrónica por transmisión se entiende por **imagen electrónica o contraste**, al registro de las intensidades electrónicas transmitidas a través de la lámina delgada. Si la superficie libre de la réplica es más bien plana, Fig.I.1, la intensidad transmitida sigue directamente las variaciones de espesor de la réplica. Se puede ver claramente que el perfil de intensidades corresponde al perfil de la superficie estudiada. En cambio, si la superficie libre de la réplica sigue los contornos de la superficie replicada, Fig.I.2, el perfil de intensidades no corresponde exactamente a sus variaciones de topografía, pero de todos modos la interpretación de las imágenes sigue siendo sencilla.

Una aproximación al primer caso son las réplicas obtenidas mediante una evaporación con carbono de espesor mayor que unos 1000 Å, o las réplicas de Formvar u otras lacas de polímeros. Las películas de óxidos metálicos formados anódicamente y las réplicas muy delgadas de carbono son ejemplos de réplicas de espesor constante según la normal local de la superficie estudiada. Tanto en estos casos extremos como en una réplica real, el hecho fundamental que permite el estudio de superficies es que la distribución de intensidades de la imagen electrónica de una réplica está directamente relacionada con los rasgos topográficos (elevaciones, depresiones) de la superficie a partir de la cual fue obtenida.

I.2 MEJORAMIENTO DEL CONTRASTE. SOMBREADO

El contraste de una réplica en microscopía electrónica por transmisión aumenta notablemente si la superficie a estudiar se "sombrea" bajo un cierto ángulo η_s con un metal pesado antes de la evaporación con carbono. La imagen de la réplica compuesta así obtenida resalta variaciones de la topografía que no hubieran sido visibles en una réplica simple de carbono. El efecto del sombreado previo sobre las intensidades transmitidas puede ser observado en la Fig.I.3 para un caso simple de relieve superficial.

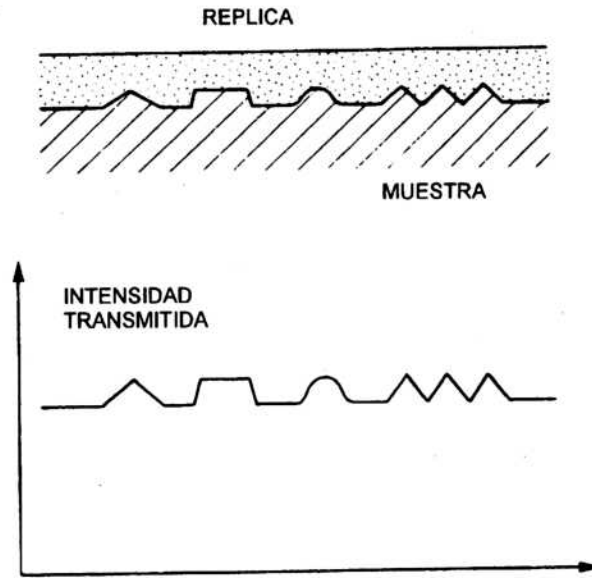


Fig.I.1 - Variación de la intensidad electrónica transmitida a través de una réplica cuya superficie libre es plana. El perfil de intensidades sigue las variaciones de espesor de la réplica.

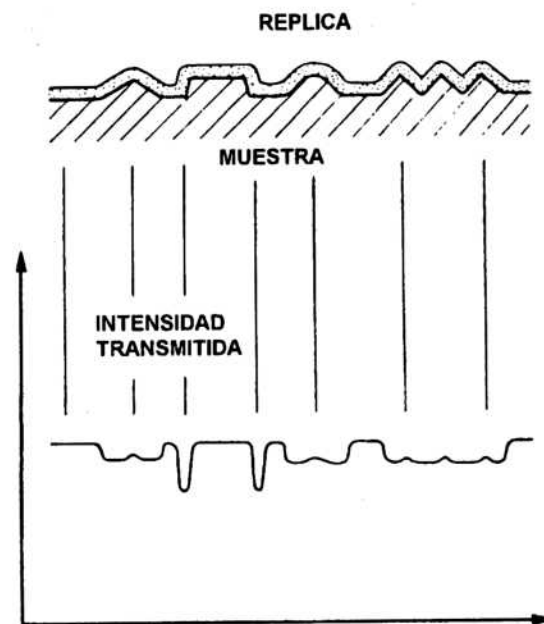


Fig.I.2 - Variación de la intensidad electrónica transmitida a través de una réplica cuya superficie libre sigue los contornos de la muestra. El perfil de intensidades no corresponde exactamente a la topografía, pero la interpretación de las imágenes es igualmente simple.

La visibilidad de pequeños rasgos topográficos se ilustra además en una situación

particular. En la Fig.I.4 se representa la diferencia relativa $\Delta I/I$ entre las intensidades transmitidas a través de una rampa como la de la Fig.I.5 y la zona de sombra, en función del ángulo de inclinación α . La curva **A** corresponde a una réplica de carbono de 150 Å de espesor, sin sombreado alguno. La curva **B** corresponde en cambio a la misma réplica de carbono pero sombreada previamente con paladio bajo un ángulo $\eta_s = 75^\circ$ de espesor $t_0 = 38$ Å. En la misma figura se ha trazado la línea correspondiente a un valor de $\Delta I/I = 5\%$ que se considera como el mínimo contraste que puede detectarse en una placa fotográfica o su copia positiva. De esta manera el ángulo mínimo que puede poner en evidencia una réplica simple de carbono es de unos 45° (curva A). Discontinuidades que forman ángulos menores con la superficie de la muestra no serán visibles en la imagen de esta réplica. En la curva B, correspondiente a la réplica compuesta, se observa en cambio que pueden detectarse elevaciones que forman ángulos muy pequeños, del orden de los 4° , debido al efecto del sombreado previo.

El contraste de la imagen electrónica de una réplica puede mejorarse también aumentando el espesor t_0 del metal evaporado. También, para una réplica dada, el contraste puede aumentarse si se opera el microscopio electrónico con tensiones de aceleración más bajas, ver sección I.4.

En la misma Fig.I.5 puede verse también que el sombreado previo de la superficie permite medir la altura de un defecto superficial dado. Consideremos el ejemplo de la rampa de altura h que forma un ángulo α con la superficie de la muestra. Si el sombreado se efectúa bajo un ángulo η_s respecto de la normal a la superficie la longitud de la "sombra" en la imagen de la réplica es

$$x = h \cdot \operatorname{tg} \eta_s$$

En una copia positiva la "sombra" es la zona donde la intensidad transmitida es máxima. Entonces midiendo x a partir de la micrografía, conociendo η_s , generalmente del orden de los 45° , y la magnificación de la micrografía, puede determinarse inmediatamente h .

I.3 TECNICAS DE PREPARACION DE REPLICAS

En microscopía electrónica por transmisión normalmente se utilizan dos métodos para obtener réplicas de una superficie :

- 1) El método de una etapa, que permite la obtención de réplicas directas de alta resolución.
- 2) El método de dos etapas, que implica la obtención de una réplica intermedia.

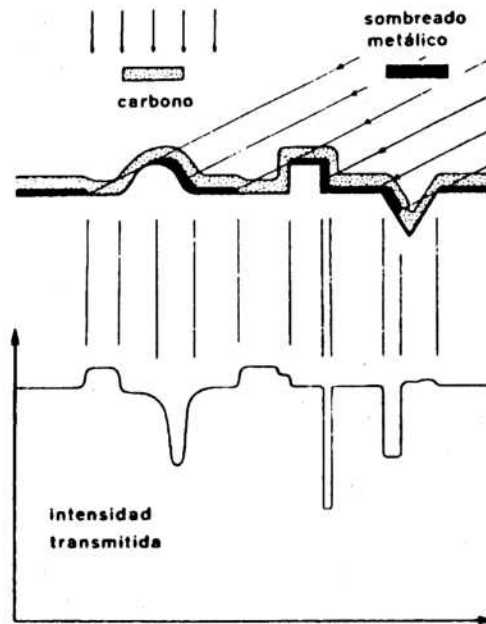


Fig.I.3 - Variación de la intensidad transmitida a través de una réplica compuesta, tal como se observaría en una micrografía electrónica por transmisión. Puede observarse el efecto del sombreado previo sobre las intensidades transmitidas, con un aumento notable del contraste.

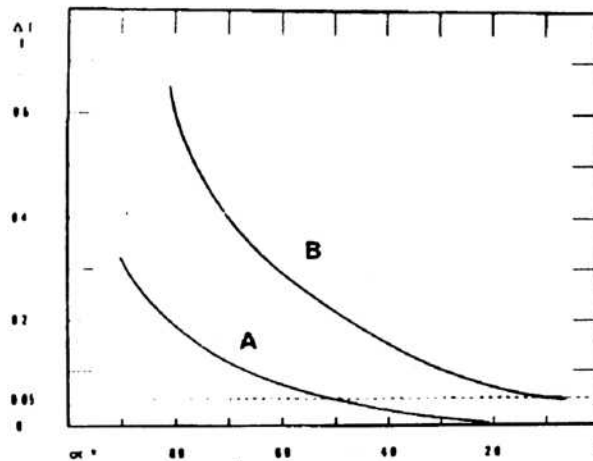


Fig.I.4 - Variación relativa entre las intensidades transmitidas a través de una elevación que forma un ángulo α con la superficie de la muestra y sus regiones adyacentes. **A** : réplica simple de carbono. **B** : la misma réplica con sombreado previo, $\eta_s = 75^\circ$. El valor $\Delta I/I = 5\%$ corresponde al mínimo contraste que puede ser detectado normalmente en una placa fotográfica. Nótese el efecto del sombreado previo en la curva B. Elevaciones que forman unos 4° con la superficie de la muestra pueden ser detectadas en una réplica compuesta.

En el primer caso la resolución máxima obtenible es de unos 20-30 Å, mientras que en el segundo se pueden llegar a observar detalles de unos 150 Å. En las dos secciones siguientes se describen los dos métodos mencionados.

I.3.1 Réplicas de una Etapa

El método de una única etapa es el que permite la obtención de las réplicas más fieles de una muestra dada. El depósito directo de carbono sobre la superficie reproduce su topografía con mayor fidelidad que cualquier otro, obteniéndose de esta manera las réplicas de máxima resolución. El único inconveniente de una réplica de una etapa es el deterioro de la superficie replicada durante la separación de la película de carbono de la muestra.

La secuencia de operaciones para la obtención de una réplica es la siguiente :

- a) La superficie debe estar convenientemente preparada. En el caso de superficies rugosas, debe removerse todo resto de óxidos, contaminación o grasitud. En el caso de metalografías, es claro que la superficie debe atacarse con los reactivos adecuados previamente a la deposición de carbono, para producir el relieve que luego se evidenciará en la réplica.
- b) La muestra se coloca en la cámara de evaporación. Se sombrea primero evaporando un metal pesado bajo un cierto ángulo η_s , y se deposita luego carbono en forma perpendicular a la superficie a replicar. En algunos casos se suele enmascarar parte de la superficie con alguna laca o barniz dejando libre solamente la zona que se desea replicar. En el Apéndice A se detalla el procedimiento de evaporado para el caso particular de la metalizadora Edwards del laboratorio, aunque la secuencia de operaciones es válida para todo equipo de evaporación en vacío.
- c) La superficie de la muestra, con la capa de carbono adherida, se raya con una cuchilla afilada de modo de formar un reticulado de unos 2mm x 2mm. Las líneas de este reticulado dejan el metal expuesto a la acción del reactivo que se utilizará luego para remover la película de carbono.
- d) La remoción de las láminas de carbono de la superficie del metal puede hacerse mediante un ataque químico o electrolítico. El reactivo depende de cada material, utilizándose generalmente las mismas soluciones que se usan para el ataque metalográfico. En todos los casos las condiciones de ataque, concentración del reactivo o voltaje, deberían ser tales que el desprendimiento de la réplica sea más bien lento. Una evolución rápida de gas podría causar la rotura de las pequeñas láminas de carbono desprendidas. La separación de las películas de carbono puede demorar desde unos pocos segundos hasta algunas horas, dependiendo de la naturaleza de la muestra.

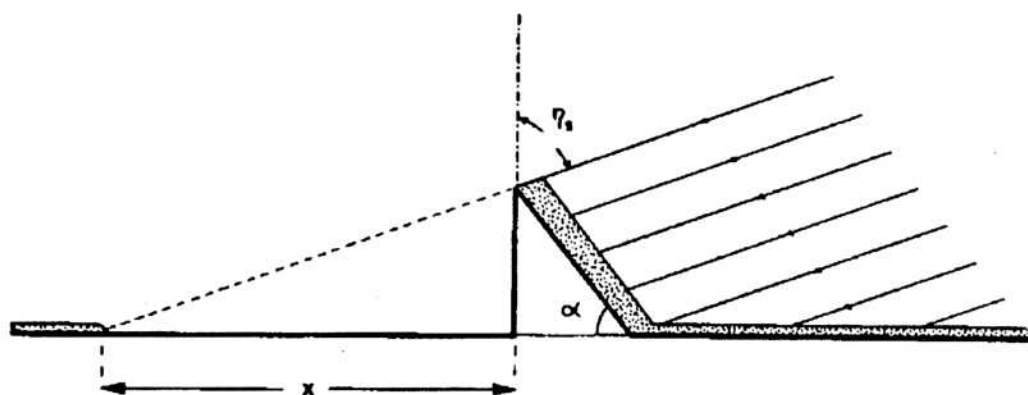


Fig.I.5 - Efecto de un sombreado previo que permite detectar pequeños cambios de elevación en la superficie estudiada. Además de aumentar el contraste, es posible medir el valor de h a partir de la medición de la longitud x de la "sombra" y del conocimiento del ángulo de sombreado η_s .

- e) Las pequeñas láminas de carbono desprendidas de la superficie del metal deben ser lavadas convenientemente para eliminar todo resto del reactivo. Se suelen agregar a los líquidos de lavado gotas de alguna sustancia que reduce la tensión superficial a fin de evitar el curvado de las láminas al pasar del reactivo a la solución de lavado. De este modo se facilita también la recolección de las réplicas sobre las grillas de microscopía electrónica. Un enrollamiento de las réplicas sobre si mismas se puede eliminar introduciéndolas en alcohol etílico y luego en agua destilada.
- f) Una vez depositadas sobre las grillas, las réplicas se dejan secar sobre un papel de filtro. Conviene luego dejarlas protegidas contra posibles contaminaciones en recipientes cerrados o incluso en vacío.

Respecto del punto d) puede agregarse que todo método mediante el cual se pueda disolver el metal sin afectar la réplica es adecuado y da buenos resultados. En el caso de existir dificultades en la remoción de una réplica se puede recurrir a una sustancia separadora, soluble en agua, que se evapora en vacío sobre la superficie de la muestra antes del sombreado con metal pesado. Sumergiendo la muestra con la réplica adherida en agua destilada se logra un desprendimiento rápido, quedando normalmente flotando sobre la superficie. La resolución de la réplica no se verá afectada si la capa separadora es suficientemente delgada. Puede ocurrir también en la etapa d) del proceso, que la réplica extraiga partículas de la superficie replicada o que queden adheridas a ella algunos productos de la solución con la que se separó la réplica. Estos elementos contaminantes pueden ser disueltos en una solución diluida de ácido nítrico, que no daña la réplica ni disuelve el sombreado si éste fue hecho con Au o Cr. La réplica debe luego lavarse en agua destilada para eliminar todo resto de ácido.

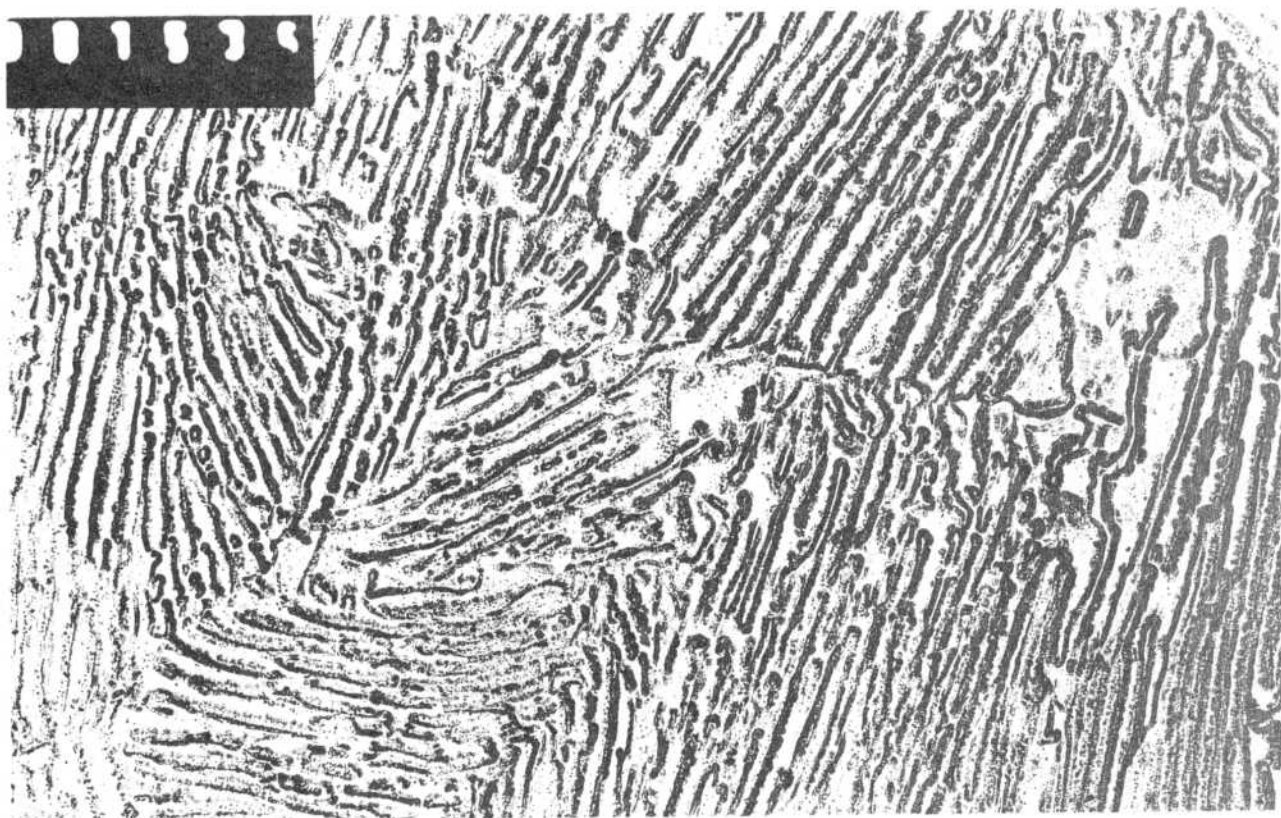


Fig.I.6 - Micrografía electrónica de una réplica directa de un acero al carbono, sombreada con oro bajo un ángulo de 45° . Se nota claramente el relieve correspondiente a la estructura perlítica. M : 5000 x.

También existen técnicas de separación en seco de réplicas directas, conservándose de esta manera la superficie original de la muestra sin deteriorar. Por ejemplo, se puede sombrear la muestra con un compuesto formado por partes iguales de platino y carbono, y volver a depositar luego carbono puro para aumentar la resistencia mecánica de la réplica. Se cubre luego esta réplica con una delgada capa de película de 2% de Parlodian en acetato de amilo. El Parlodian es una variante no explosiva y altamente purificada de nitrato de celulosa. Esta última sustancia es la que permite el fácil desprendimiento en seco de la réplica. Pero como se rompe fácilmente se hace un recubrimiento con una capa gruesa (0.5mm) de una solución saturada de Mowital, que es un compuesto polivinílico que cumple la función de soporte. Una vez seca la película combinada de Pt-C/C/Parlodian/Mowital ésta se desprende de la superficie tomando el borde con pinzas adecuadas, sumergiéndola luego en un solvente (acetato de amilo o acetona) que disuelva el Parlodian dejando libre la réplica final. Este método ha dado buenos resultados con distinto tipo de materiales. Más detalles pueden consultarse en la literatura, p.ej. en el libro de D.Kay [2].

Mediante una réplica de una etapa es posible llegar a observar rasgos topográficos del orden de los 20-30 Å. La réplica no debe tener estructuras propias, y el tamaño de los grano del metal de sombreado debe ser mucho más pequeño que el de los detalles de la superficie replicada. La estructura del sombreado es muy sensible a la contaminación de la superficie y por lo tanto se obtienen mejores resultados mientras mayor sea el vacío de la cámara de evaporación. La granularidad del sombreado será menor si la evaporación del metal pesado es más bien lenta. Actualmente se suelen utilizar también electrodos de carbono/platino con los cuales el sombreado se realiza durante la misma evaporación del carbono, y se minimiza el efecto del tamaño de grano del material de sombreado.

La Fig.I.6 muestra un ejemplo de imagen electrónica de una réplica directa de una estructura perlítica de un acero en la cual se ha efectuado un sombreado previo con Au bajo un ángulo $\eta_s = 45^\circ$. Se nota el aumento del contraste de las láminas de perlita. Los detalles de preparación de réplicas en aceros pueden consultarse en el Apéndice B.

1.3.2 Réplicas de Dos Etapas

Este método no deteriora la superficie estudiada, y es muy utilizado tanto en el laboratorio como en los casos de obtención de réplicas in-situ de componentes industriales. En la Fig.I.7 se muestra esquemáticamente la secuencia de preparación de una réplica de doble etapa. Las rugosidades de la superficie se replican primero mediante una capa intermedia de barniz o plástico. A continuación se prepara una réplica compuesta a partir de esta réplica intermedia, evaporando sobre ella un metal pesado y carbono, tal como se describió en la sección anterior. El último paso es la disolución de la etapa intermedia en un solvente adecuado.

La réplica intermedia puede obtenerse depositando sobre la superficie un barniz o laca líquida, o también presionando una cinta de plástico o acetato de celulosa. En este último caso es necesario aplicar previamente una pequeña cantidad de solvente para disolver localmente el plástico. Una vez seca la réplica intermedia se despega por sí sola o mediante una pinza. Mediante este sistema se pierden detalles de la superficie original

y por lo tanto la resolución de la réplica final es menor que la de una réplica directa. Además en la interpretación de las micrografías debe tenerse en cuenta que los rasgos topográficos se invierten : las elevaciones corresponden a depresiones y viceversa. El procedimiento completo para preparar una réplica de doble etapa se describe más detalladamente en el Apéndice C.

Si la superficie a replicar es porosa o presenta grandes rugosidades, se puede preparar una réplica de tres etapas. La operación inicial consiste en obtener una primer réplica de la superficie mediante una goma de siliconas. Los pasos siguientes son los correspondientes a una réplica de dos etapas plástico-carbono.

En muestras porosas se suele utilizar la técnica desarrollada por Hall [3] que se basa en la disminución de la profundidad de los poros por inmersión de la probeta en agua. Al retirar la muestra el líquido rellena parcialmente los poros más profundos y facilita de esta manera la preparación de las réplicas subsiguientes. En el capítulo V del libro de D.Kay [2] se detallan numerosas técnicas para la preparación de réplicas de partículas de pequeño radio de curvatura, materiales fibrosos y distintas sustancias orgánicas.

I.3.3 Réplicas por Extracción

En las primeras observaciones de réplicas se había notado la gran adherencia de partículas de impurezas a la película de carbono. Para obtener réplicas limpias se obviaba este inconveniente limpiando previamente la superficie estudiada con una primera capa de barniz o plástico. Este procedimiento se sigue utilizando actualmente repitiendo la operación de limpieza incluso dos o más veces.

Fue Fisher [4] quien teniendo en cuenta este fenómeno indeseable, sugirió la posibilidad de extraer partículas de la superficie de una muestra compuesta por dos o más fases.

El procedimiento para obtener una de estas réplicas, llamadas de extracción, es el siguiente. Sobre la muestra pulida y atacada convenientemente se deposita una capa de carbono tal como se describió en la Sección I.3.1. Luego por medio de un reactivo selectivo se disuelve la matriz, quedando de esta manera adheridos a la réplica de carbono solamente los precipitados de segunda fase presentes. La ventaja de este tipo de réplicas es clara, puesto que en la micrografía electrónica se observan las imágenes de los precipitados originales. A partir del diagrama de difracción de los mismos puede obtenerse información acerca de su estructura, y también de su composición química si se dispone de un sistema de microanálisis en longitud de onda o en energía. En una publicación del laboratorio [5] pueden consultarse los detalles del microanálisis de partículas pequeñas mediante este método.

En el Apéndice D se detalla la secuencia de operaciones para la extracción de carburos de un acero al carbono.

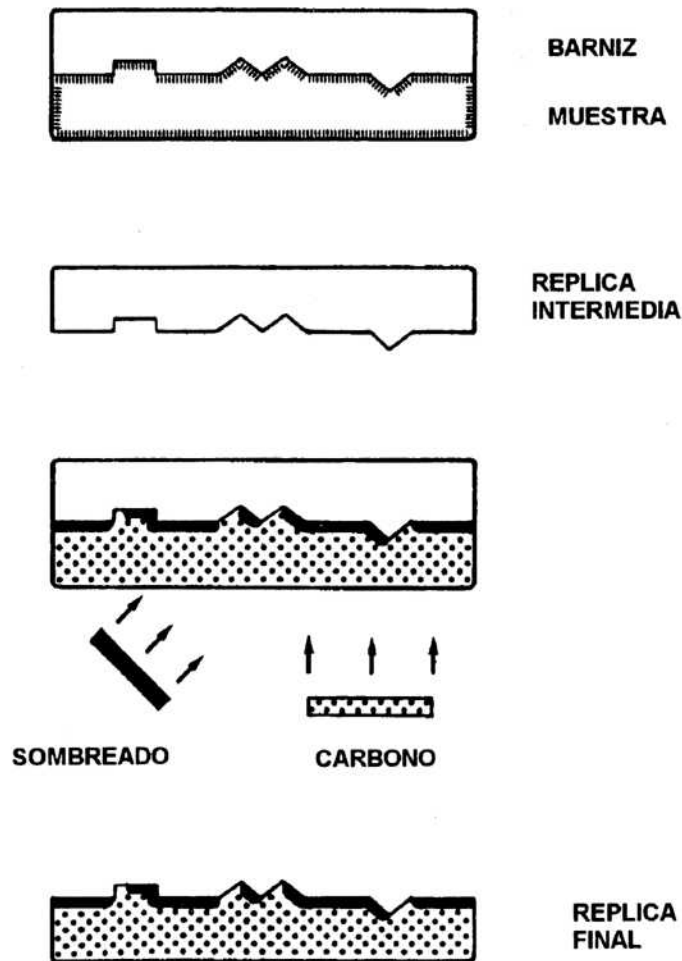


Fig.I.7 - Preparación de una réplica de dos etapas. La topografía de la superficie se reproduce primeramente mediante una capa intermedia de barniz o película plástica. Posteriormente se prepara una réplica compuesta sombreando con un metal pesado y evaporando luego carbono. La réplica final se obtiene disolviendo la capa intermedia en un solvente adecuado.

I.3.4 Réplicas de Óxidos

Una réplica de óxido se obtiene oxidando superficialmente la muestra a observar mediante un anodizado y desprendiendo luego la película así formada. Se utiliza para ello un cátodo inerte de platino o acero inoxidable. Si el anodizado es parejo la película de óxido reproduce el relieve de la superficie, tal como se ha esquematizado en la Fig.I.2. Más detalles se dan en la referencia [2].

I.3.5 Preparación de Películas Amorfas

En el laboratorio es frecuentemente necesario disponer de películas delgadas constituidas por material amorfo para ser utilizadas como soporte para la observación de partículas, polvos, o suspensiones en un líquido en el microscopio electrónico. La elección del material depende de la naturaleza de la muestra, pero normalmente se utilizan películas de carbono evaporado o de plástico. Con Formvar o Collodión es posible preparar películas plásticas de espesores inferiores a los 200 Å, pero cuando se desea trabajar con alta resolución se prefiere utilizar carbono evaporado que es más estable frente al haz electrónico.

La preparación de una película delgada de plástico es relativamente simple. En una caja de Petri se coloca una rejilla fina de alambre y sobre ésta una cantidad de grillas de microscopía electrónica. Se agrega agua destilada hasta cubrir completamente las grillas. Se dejan caer unas gotas del plástico disuelto en el solvente adecuado, 2% de Collodión en acetato de amilo o 2% de Formvar en dicloroetileno. La solución se extiende sobre toda la superficie del agua y una vez que el solvente se evapora queda flotando sobre ella una película delgada del plástico. Este se recoge sobre las grillas levantando simplemente el soporte de alambre.

Una película delgada de carbono puede prepararse de la manera siguiente. Se limpia un vidrio portaobjetos, se sumerge en agua con detergente y se deja escurrir. Se coloca el vidrio en la cámara de evaporación y se deposita carbono mediante el método ya descrito. Se sumerge luego el vidrio en un recipiente con agua destilada. La lámina de carbono flota inmediatamente sobre la superficie debido a la capa de detergente adherida originalmente al vidrio. La película se recoge sumergiendo una grilla debajo de la misma y levantándola bruscamente. Es prácticamente imposible despegar una película de carbono evaporada sobre un vidrio limpio.

Existen numerosas maneras de preparar muestras sobre películas amorfas. Si las partículas están suspendidas en un líquido lo usual es colocar una gota de éste sobre la grilla y esperar que se deposite un número considerable de partículas sobre la película. El exceso de líquido se remueve con un papel de filtro. Para la observación de partículas de un polvo suele dar buenos resultados dejarlas caer directamente sobre la grilla con la película amorfa. Un número apreciable de partículas queda adherido directamente a la película de carbono o plástico. Detalles de otras técnicas de preparación de muestras de partículas se pueden consultar en la referencia [2].

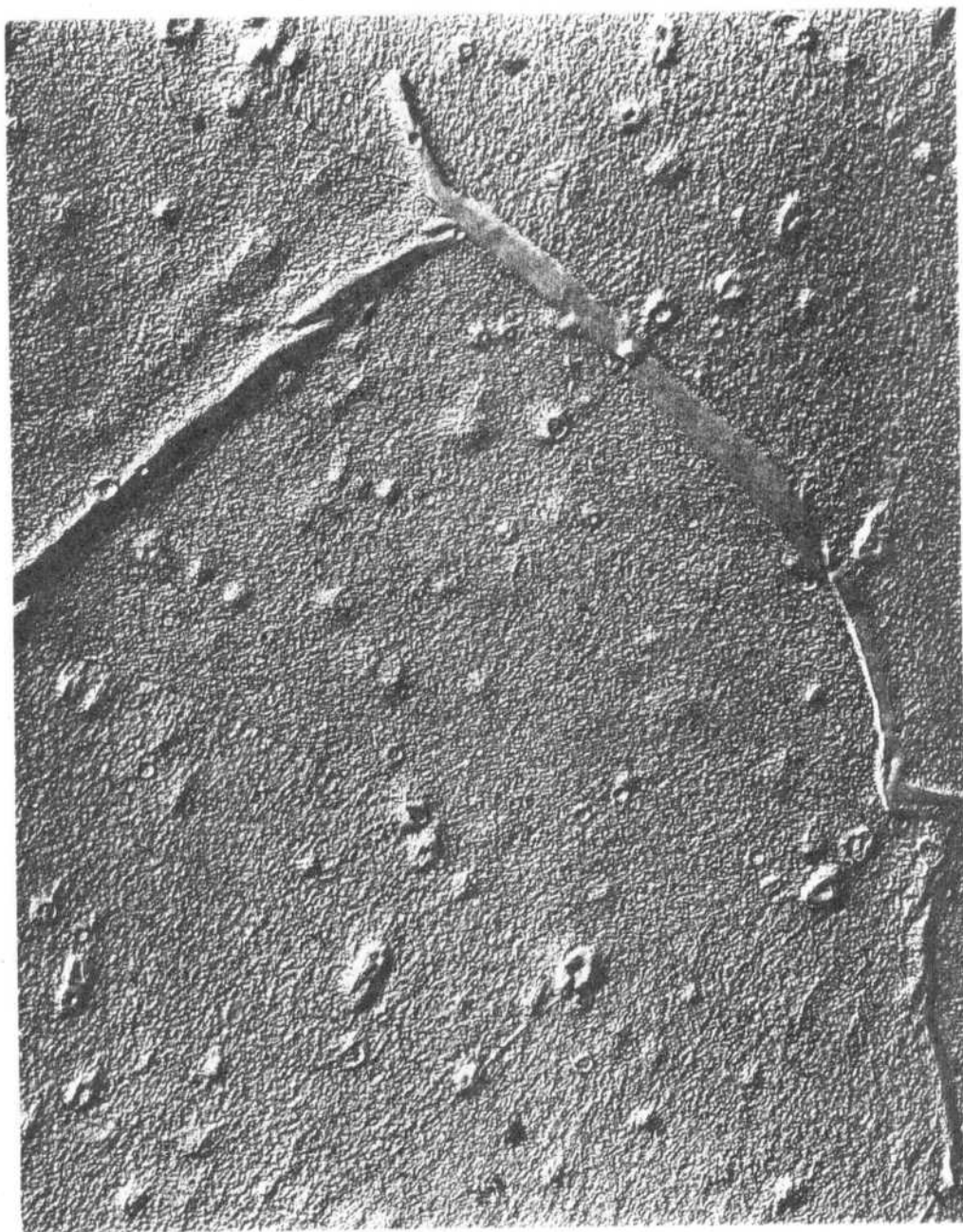


Fig.I.8 - Micrografía electrónica correspondiente a una réplica de doble etapa plástico-carbono de una superficie pulida y atacada de la aleación Zircaloy-2. Se observan los hidruros característicos de las aleaciones de Zr.

I.4 OBSERVACION DE LAS REPLICAS EN EL MICROSCOPIO ELECTRONICO DE TRANSMISION

La secuencia de operaciones para la colocación de las muestras y la obtención de imágenes en el caso particular del Microscopio Electrónico Philips EM300 se detalla en una publicación del laboratorio [6]. Por lo tanto nos limitaremos a mencionar algunas normas generales que conviene tener en cuenta en toda observación de réplicas.

La elección de la tensión de aceleración del microscopio depende del espesor de la muestra observada. Un haz de mayor energía permite observar detalles de muestras de gran espesor que podrían ser indetectables con tensiones de aceleración más bajas. Pero como la difusión de electrones por una muestra dada disminuye al aumentar el potencial acelerador, en una muestra amorfa el contraste aumenta al disminuir la tensión de aceleración. Por lo tanto la observación de muestras de espesores menores que unos 1000 Å, como es normalmente el caso de las réplicas de carbono, se realiza con potenciales más bien bajos (40-80 kV).

En cuanto a la intensidad del haz electrónico, el criterio general que se sigue durante la observación, es mantenerla en el valor más bajo compatible con un brillo adecuado en la imagen final. De este modo se disminuye la probabilidad de ruptura de la réplica por generación de calor. Un buen contraste se obtiene con aperturas de objetivo de 40 μm . Si se necesita observar una misma réplica durante un tiempo prolongado conviene utilizar el dispositivo de anticontaminación del microscopio, y las aperturas delgadas llamadas de "no contaminación".

El general la interpretación de las micrografías electrónicas no presenta mayores dificultades. En una réplica directa sombreada las zonas más oscuras corresponden a escalones o pendientes que han estado en una orientación favorable frente a la dirección del sombreado. En una réplica de doble etapa los rasgos topográficos están invertidos. Normalmente no existen ambigüedades en la identificación de la dirección del sombreado en una réplica. En caso de duda siempre se puede observar alguna partícula extraña sobre la misma réplica (partículas de polvo atmosférico, impurezas) que presentan un efecto de sombreado claro a partir del cual se puede conocer la dirección del sombreado. La interpretación de réplicas sin sombreado previo es también simple, aunque pueden presentarse algunas indeterminaciones que provienen de las variaciones de su superficie libre.

La resolución de una réplica depende de su naturaleza. Las réplicas de plástico sin sombreado como las de Formvar tienen en general una baja resolución en comparación con las de carbono evaporado. En este último caso el contraste es producido por las variaciones de inclinación de la lámina, mientras que la resolución está dada por la microestructura de la lámina de carbono, y es del orden de 50-100 Å. Si se utilizan electrodos de carbono-platino, que disminuyen el efecto de tamaño de grano del sombreado, la resolución está limitada por la microestructura propia de la réplica, que a su vez depende del vacío de la cámara de evaporación. Se han obtenido mediante este método réplicas que han puesto en evidencia detalles del orden de los 30 Å. En la Fig.1.8 se muestra la imagen electrónica correspondiente a una réplica de doble etapa de una metalografía de la aleación Zircaloy-2.

I.5 PREPARACION Y OBSERVACION DE REPLICAS PARA MICROSCOPIA ELECTRONICA DE BARRIDO

En el Microscopio Electrónico de Barrido es posible observar directamente muestras de dimensiones apreciables sin preparación previa. En el caso particular del microscopio Philips PSEM 500 instalado en el laboratorio, se pueden introducir en la cámara de vacío muestras de dimensiones próximas a los 10 cm. Las muestras de laboratorio son normalmente inferiores a estos valores. En análisis de falla de componentes estructurales también es posible obtener probetas de dimensiones pequeñas. Pero en los casos en los que no se pueda obtener probetas de las dimensiones mencionadas, es necesario entonces preparar algún tipo de réplica que pueda luego ser observada en el microscopio.

La preparación de réplicas para microscopía electrónica de barrido es generalmente simple. Esta es simplemente la réplica intermedia del proceso de preparación de réplicas de dos etapas descrito en la sección I.3.2. El método utilizado normalmente se basa en la aplicación de algún derivado celulósico (barniz de nitrocelulosa, acetato de celulosa) sobre la superficie. Después de un tiempo de secado la réplica se puede desprender por si sola o con ayuda de pinzas. La obtención de esta réplica no presenta mayores dificultades, pero la etapa más importante es en realidad la del metalizado de la superficie. Por un lado es importante que esta capa metálica sea lo suficientemente gruesa como para disipar el calor producido por el haz electrónico durante la observación, evitar todo efecto de carga eléctrica de la superficie, así como para dar también un buen soporte mecánico a la lámina de celulosa. Pero por otro lado el espesor de la capa metálica no debe enmascarar los detalles finos de la superficie. Es claro entonces que se debe tratar de obtener espesores compatibles con los dos efectos opuestos mencionados. También se suele evaporar primero una delgada capa de carbono, puesto que espesores de tan solo 20 Å ya son totalmente coherentes. De este modo evaporando luego una capa fina de metal ya se obtiene una superficie conductora que evita los efectos de carga eléctrica.

Si la superficie a replicar es irregular o porosa conviene preparar una primera impresión con goma de siliconas y luego replicar este molde de acuerdo al procedimiento indicado anteriormente. Puesto que en este método se pierden los detalles finos, se debe utilizar solo en casos extremos.

Los principio de funcionamiento y operación de un microscopio electrónico de barrido se pueden ver en una publicación del laboratorio [7] y más en detalle en el libro de Goldstein et al.[8].

I.5.1 Metalizado

Tal como se ha mencionado en las secciones anteriores, en un laboratorio de microscopía electrónica es necesario poder depositar finas capas de metal sobre la superficie de distintas muestras. Tal es el caso de los materiales no conductores que necesitan ser metalizados para su observación en el microscopio electrónico de barrido, o el sombreado de réplicas para microscopía electrónica de transmisión.

Los depósitos metálicos se realizan en una campana de vacío, con presiones del orden de 10^{-5} Torr. El metal a evaporar se coloca en un soporte adecuado calentado por una corriente eléctrica controlada desde el exterior. El metalizado con aluminio, utilizado tradicionalmente en réplicas para microscopía óptica, puede hacerse evaporando un alambre de este material arrollado sobre un filamento de tungsteno. El Al fundido queda adherido al alambre de tungsteno por tensión superficial.

Pero es mucho más conveniente evaporar Au, tanto en las muestras para microscopía electrónica de transmisión como de barrido. En este último caso aumenta además la emisión de electrones secundarios y por lo tanto el brillo de la imagen. Pequeñas cantidades de Au pueden realizarse a partir de un alambre de tungsteno de unos 0.5 mm de diámetro. Cantidades mayores se evaporan a partir de un soporte fabricado con una lámina de molibdeno de 0.2-0.3 mm de espesor, 3-6 mm de ancho, con una pequeña depresión en su centro. En el caso de muestras para microscopía electrónica de barrido, un buen metalizado con Au se puede obtener con los equipos modernos de deposición por "sputtering" que utilizan solamente una bomba de vacío mecánica y una sobrepresión de argón. Este proceso no dura normalmente más de 10 minutos, y la calidad del depósito es buena para la observación de toda clase de superficies, sean metálicas, cerámicas o no conductoras en general.

En el libro de Goldstein et al.[8] se detallan numerosos procedimientos para la preparación de réplicas para microscopía electrónica de barrido, así como las técnicas modernas de análisis de imágenes.

REFERENCIAS

- 1 - Mahl H., Zeit.f.Tech.Phys. 21 (1940) 17
- 2 - D.Kay, Editor, "Techniques for Electron Microscopy", Blackwell, 1965.
- 3 - Hall D.M., Brit.J.Appl.Phys. 8 (1957) 295.
- 4 - Fisher R.M., "Electron Metallography Symposium on Techniques", A.Soc.Testing Materials, Special Technical Publication N°155, 1953.
- 5 - R.A.Versaci, Microscopía Electrónica Analítica, PMTM/A-24, Buenos Aires, 1987.
- 6 - M.Ipohorski y N.J.Marccone, "Operación del Microscopio Electrónico Philips EM300", PMM/A-55, CNEA, 1974.
- 7 - M.Ipohorski, "Microscopía Electrónica de Barrido", PMM-163/95, IT-38/95, Buenos Aires 1995.
- 8 - J.I.Goldstein et al., "Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis", Plenum Press, New York, Second Edition, 1992.

II REPLICAS METALOGRAFICAS

II.1 INTRODUCCION

Las relaciones existentes entre microestructura - propiedades mecánicas , microestructura - tratamientos térmicos , microestructura - resistencia a la corrosión , hacen que el estudio de la microestructura constituya una herramienta importante tanto en la investigación científico - tecnológica como en el control de los materiales. Al ser el método metalográfico destructivo, creaba una serie de limitaciones en el caso de exámenes metalográficos de control o análisis de fallas en servicio. La posibilidad de proceder a un pulido local, sin necesidad de destrucción de la pieza , para la extracción de la muestra fue resuelta por **Jacquet** en el año 1957.

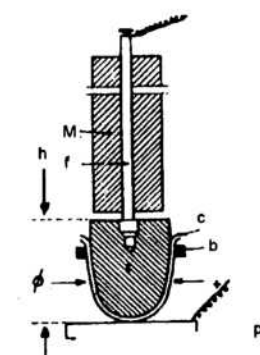
Este metalurgista francés desarrolló por una parte un método denominado "**Tampón**" que hace posible el pulido electrolítico "**in situ**" de la mayoría de los metales y las aleaciones de uso industrial y, por otra parte, un método de réplica nitrocelulósica que permite una copia exacta de la estructura metalográfica y que puede ser observada en el microscopio por transparencia o por reflexión. Durante la última década esta técnica de examen, llamada **Metalografía no Destructiva**, ha sido puesta a punto para cubrir una serie de controles de instalaciones industriales. La Metalografía no Destructiva consiste en la preparación metalográfica de la superficie y la toma de la réplica, in situ, del componente a analizar.

II.2 PREPARACION METALOGRAFICA

II.2.1 Desbastado

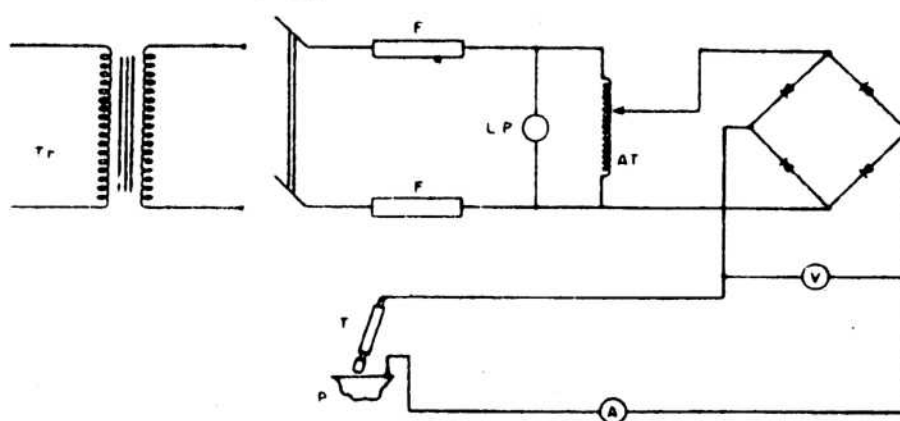
La operación de pulido mecánico se lleva a cabo por los métodos clásicos de preparación metalográfica. Generalmente las superficies a examinar están cubiertas de óxido y de restos carbonosos cuya eliminación puede realizarse con una lima. Cuando los lugares a examinar son numerosos, la operación se acelera mediante el uso de una amoladora portátil, eléctrica o neumática.

A continuación, por medio de papeles de carburo de silicio de granulometría decreciente, 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 0,2 mm , en consecuencia basta remover esa cantidad de metal para llegar a la zona



Modelo de Tampón para pulido
 C: Cálculo de Ac. Inoxidable
 r: Conductor eléctrico
 N: Aislante de goma
 c: Envoltura aislante
 P: Objeto a pulir
 b: Sujetador
 h: 2 cm.
 f: 1 cm.

Fig.II.1 - Esquema de un Tampón para Pulido



T₁ TRANSFORMADOR 220/220
 LP LAMPARA PILOTO
 AT AUTO TRANSFORMADOR

V VOLTÍMETRO
 A AMPERÍMETRO
 T TAMPÓN

F FUSIBLES
 P PIEZA A PULIR

- Circuito de la fuente de alimentación del "tampón"

Fig.II.2 - Circuito de la Fuente de Alimentación del Tampón

representativa del material. Para tener la seguridad que ello haya ocurrido se pueden realizar controles sucesivos de la estructura a diferentes profundidades. Esta operación de desbastado de la superficie del material no debilita al elemento examinado ya que el espesor de la capa removida es pequeña en comparación al espesor de la pared.

II.2.2 Pulido

II.2.2.1 Pulido Electrolítico

El pulido electrolítico se realiza según la técnica del **tampón**. Este método consiste en reemplazar la celda electrolítica por un menisco de reactivo ubicado entre la pieza a pulir (ánodo) y el tampón (cátodo). El tampón está formado por una varilla metálica que termina en una cabeza cilíndrica semiesférica cubierta por un material absorbente no conductor, Fig.II.1.

Para la mayoría de los metales y aleaciones, la terminación superficial obtenida por pulido electrolítico es de muy alta calidad o al menos equivalente a la obtenida por el pulido mecánico mas cuidadoso. Por otra parte, una vez que el proceso electrolítico es puesto a punto para un dado material los resultados serán reproducibles. Por este motivo la habilidad del operador juega un rol secundario. A esto debemos agregar que el pulido electrolítico permite una economía substancial de tiempo. Al no producir rayas ni deformación plástica, brinda el verdadero estado de la microestructura del material. Es muy aconsejable para el caso de aceros inoxidables austeníticos inestables y materiales de baja temperatura de recristalización .

Los mejores resultados obtenidos con esta técnica se presentan en metales puros y soluciones sólidas, es decir estructuras monofásicas libres de inclusiones. En el caso de aleaciones que poseen más de una fase, el éxito es menor debido a las posibles diferencias locales de potencial (disolución anódica preferencial). Naturalmente estos efectos dependen del tiempo de la electrólisis. En estos casos es preferible utilizar condiciones de pulido que reduzcan su tiempo a un mínimo.

La parte eléctrica es muy económica y consiste (Fig.II.2.) en un autotransformador que alimenta un rectificador de hasta 2A. El tampón es conectado al cátodo (-) de la fuente de tensión continua y la muestra a pulir al ánodo (+). La tensión a usar se fija en vacío y se mide por medio de un voltímetro. No es necesaria la presencia de un amperímetro, toda vez que la densidad de corriente queda automáticamente fijada. Sin embargo su existencia en el sistema es conveniente para detectar calentamientos anormales consecuencia de un rápido aumento de la densidad de corriente. Una vez fija la tensión, se moja el tampón en el electrolito correspondiente al material y se comienza la operación.

Para el caso del pulido de nuevas aleaciones se deberá determinar la densidad de corriente o tensión correspondiente y el tipo de electrolito. Para ello es necesario el trazado de la curva voltaje-intensidad de corriente, típica del proceso aludido. Esta curva (Fig.II.3.) presenta regiones bien definidas: la zona AB (zona de ataque), la zona CD (Zona de la meseta) donde se produce el pulido de la muestra y por último la zona DE, donde se produce un desprendimiento gaseoso importante que suele dañar la superficie de la pieza por corrosión. Es de destacar que la calidad del pulido aumenta de C a D con los valores crecientes del voltaje. El pulido electrolítico también es posible realizarlo mediante el uso de una celda electrolítica portátil tipo MOVIPOC 130. En la Tabla II.1 se muestran ejemplos de condiciones de pulido electrolítico.

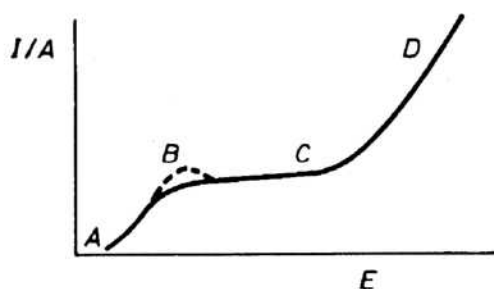


Fig.II.3 - Curva Voltaje - Intensidad de Corriente correspondiente a un Pulido Electrolytico.

II.2.2.2 Pulido Mecánico

Otra forma de eliminar las rayas y la deformación producida por la operación de desbastado, es mediante el pulido mecánico. Esta operación se realiza pulido la superficie del componente, previamente preparada con papel 600, con pasta de diamante de $1\mu\text{m}$.

I.2.3 Revelado de la Microestructura

El revelado de la microestructura puede llevarse a cabo mediante el ataque químico (ej. nital para aceros al carbono) o electrolítico mediante la técnica del tampón (ej. ácido oxálico al 10 % para el caso de aceros inoxidables austeníticos). En la Tabla II.2 se muestran algunas condiciones de ataque para el revelado de la microestructura.

TABLA II.1		
ELECTROLITOS Y VOLTAJE PARA PULIDOS CON TAMPON		
ELECTROLITOS	MATERIALES	TENSION (V)
9 ml Acido Perclórico (60%) 91 ml Butil Cellosolve	Aceros - Hierro	35 - 40
	Aluminio y Aleaciones Base Aluminio	30 - 35
10 ml Acido Perclórico (60%) 45 ml Acido Acético (Glacial) 45 ml Butil Cellosolve	Aceros - Hierro	30 - 35
	Aleaciones Base Cromo	32 - 35
	Níquel y Aleaciones Base Níquel	30 - 40
54 ml Acido Fosfórico (85%) 22 ml Alcohol Etilico (Absoluto) 3 ml Agua Destilada 21 ml Butil Cellosolve	Cobre y Aleaciones Base Cobre	4 - 6

TABLA II.2			
ELECTROLITOS Y VOLTAJES PARA ATAQUE CON TAMPON DE ACEROS INOXIDABLES			
ELECTROLITOS	TIEMPO (s)	TENSIO N (V)	REVELA
100 gr Acido Oxálico 900 ml Agua Destilada	60	6 - 8	Microestructura en gral. Precipitación de carburos de Cromo
50 gr OH Na 50 ml Agua Destilada	45	3	Ferrita δ
50 ml H NO ₃ 50 ml Agua Destilada	30	6	Microestructura en gral.
10 ml H Cl 950ml Agua Destilada	15	6	Ferrita δ

II.3 TIPOS DE MATERIALES UTILIZADOS PARA REPLICAS

Los materiales utilizados para la obtención de las réplicas deben dar como resultado una fiel reproducción de la microestructura del elemento analizado y debe garantizar una muy buena resolución. En el mercado existen distintos tipos de materiales usados para la obtención de réplicas:

1. Hojas de acetato de celulosa con soporte de aluminio reflectante(TRANSCOPY). Este tipo de réplicas es de regular reproducción y su resolución es mediocre. Puede analizar una superficie de 6 cm².

La técnica operatoria consiste en humedecer la réplica con solvente, dejar un tiempo (5 minutos) y luego pegar, presionando, sobre la superficie del componente.

2. Hojas de acetato de celulosa sin soporte (G.255 Agair-Polaron)

Este material da como resultado réplicas de buena resolución y reproducción. Cubre áreas grandes. Se pueden obtener macrografías.

La técnica operatoria consiste en humedecer la réplica con solvente y luego pegar, por tensión superficial, a la superficie que también fue mojada con solvente. Antes de la observación es necesario metalizar la réplica.

3. Barniz Nitrocelulósico

Este material presenta excelente reproducción y resolución. Puede llegar a cubrir grandes superficies (macrografías).

La técnica operatoria se describe a continuación. Mediante un vástago de vidrio se

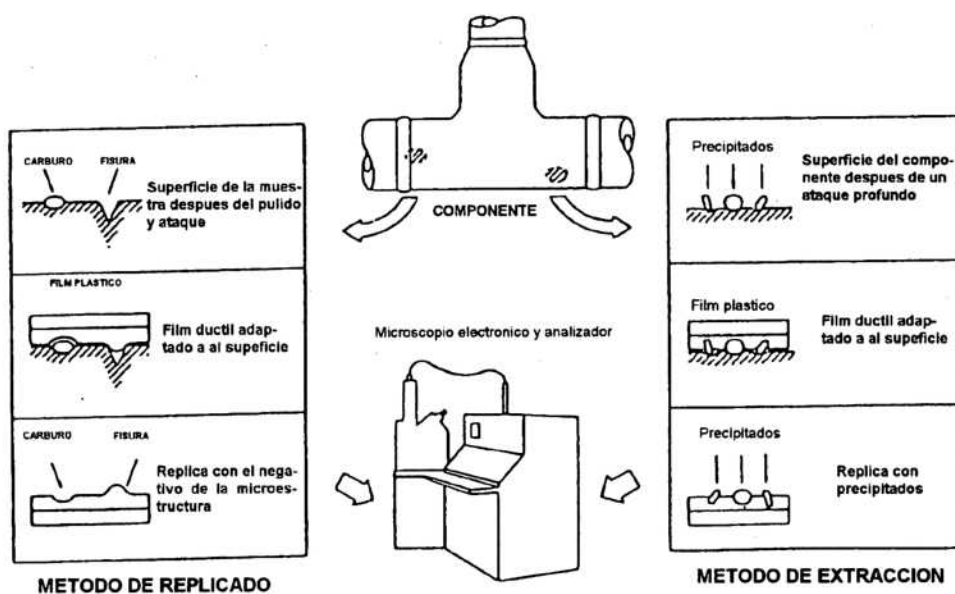


Fig.II.4- Esquema de la Preparación y Observación de una Réplica In-Situ Obtenida sobre un Componente Estructural.

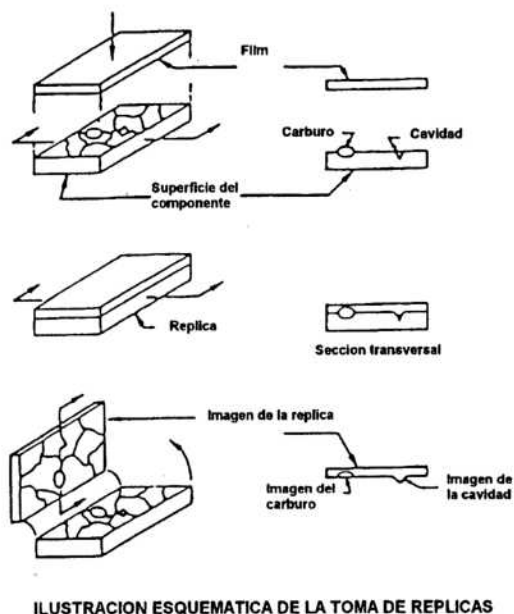


Fig.II.5 - Esquema de un Proceso Típico de Replicación.

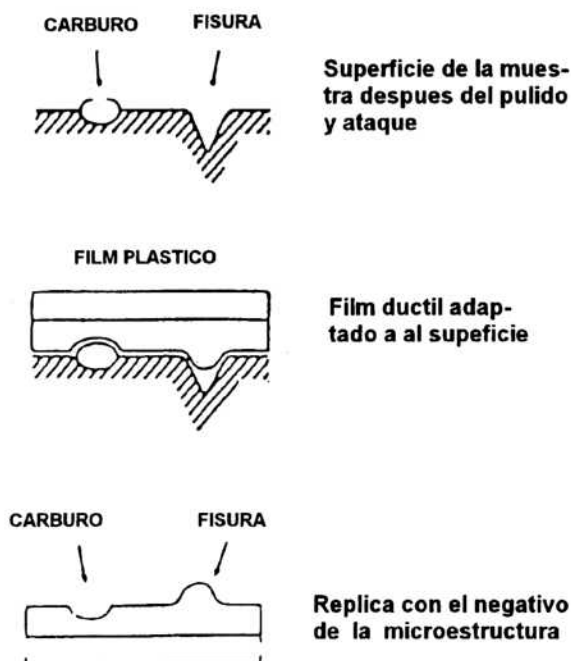


Fig.II.6 - Esquema de la Preparación de una Réplica.

coloca el barniz sobre la superficie de la pieza. El espesor de la película debe ser del orden de 0,1 a 0,2 mm. La operación debe llevarse a cabo con cuidado de manera de no introducir burbujas de aire durante la misma. La presencia de estas conspira contra la calidad de la réplica y su facilidad de extracción.

Luego de colocado el barniz, el tiempo de secado del mismo (eliminación del solvente por evaporación) es de alrededor de una hora. Durante este tiempo se debe tratar de proteger el barniz del polvo atmosférico. Una vez que el barniz está totalmente seco, se encuadra con una hoja de afeitar la zona a desprender.

La extracción de la réplica se facilita, colocando sobre la misma un algodón embebido en agua durante algunos minutos. Luego de esta operación, la réplica se extrae con una pinza del tipo de depilación. Posteriormente, se pega la réplica extraída sobre un portaobjetos que tiene sobre su superficie una cinta adhesiva transparente doble faz. La réplica, en estas condiciones, puede ser observada por transparencia mediante un microscopio biológico o por reflexión mediante un microscopio metalográfico, colocando para este último caso un espejo debajo del portaobjetos. Se obtienen mejores condiciones de observación por reflexión, si se metaliza el conjunto réplica-portaobjetos por evaporación en vacío de aluminio.

Si es necesario tener información sobre ciertos detalles de la microestructura que, por razones de poder de resolución, no puedan obtenerse de la observación por microscopía óptica, las réplicas metalizadas pueden ser observadas por microscopía electrónica de barrido, Figs.II.4, 5 y 6.

II.4 TIPOS DE REPLICAS

Existen dos tipos de réplicas las estructurales y/o cavitacionales y las extractivas. La técnica operatoria que acabamos de describir corresponde al primer tipo de réplicas (estructurales-cavitacionales).

Para el caso de las réplicas extractivas la preparación de la superficie a analizar es análoga a la de la réplica estructural. Lo que cambia es el tiempo de ataque metalográfico, este debe ser mas prolongado. Se debe sobreatacar la superficie. La extracción de los carburos o partículas de segunda fase se realiza aplicando a la superficie el barniz nitrocelulósico o una resina en estado pastoso (TECNOVIT). Luego de sacar la réplica de la superficie, se deposita carbono, evaporado en vacío, sobre la superficie replicada. Posteriormente, se disuelve la resina con solvente quedando las partículas extraídas en el film de carbono. La observación puede realizarse por microscopía electrónica de transmisión, de barrido o microsonda electrónica.

II.5 METODOS DE OBSERVACION

Numerosos instrumentos permiten estudiar la microestructura de los materiales, cada uno en su dominio particular de aplicación según el aumento que

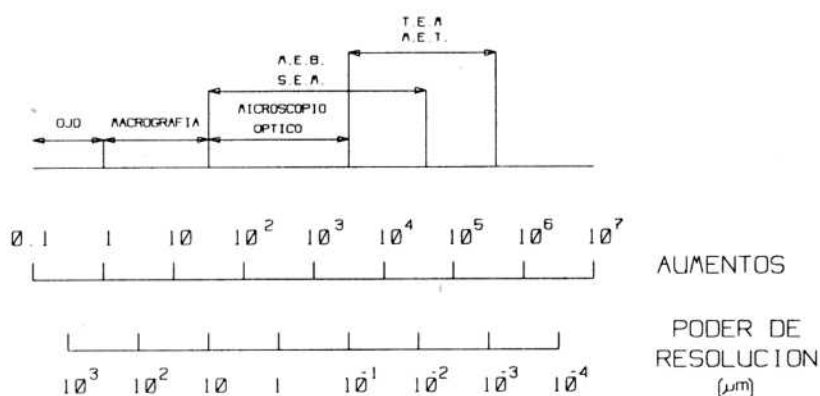


Fig.II.7 - Escala que Indica los Rangos de los Aumentos y Poder de Resolución de los Distintos Instrumentos de Observación de Microestructuras.

el permite y según el tipo de observación que uno busque realizar. La Fig.II.7. presenta las escalas de observación, los instrumentos que permiten estos exámenes, su poder de resolución y ejemplos de la información obtenida.

El poder de resolución de un microscopio está limitado por la longitud de onda de la luz utilizada. Para el caso del microscopio óptico este es del orden de los $0,2 \mu\text{m}$; es decir que el aumento útil de este instrumento no puede pasar, aproximadamente, los 1500x.

Para el caso del microscopio electrónico de transmisión, donde la "luz" utilizada es un haz de electrones acelerados por una diferencia de potencial del orden de los 100 Kv, el poder

de resolución es del orden de los 0,4 nm. Este instrumento permite obtener aumentos de 200.000x. El análisis de las réplicas extractivas, realizado con este aparato, nos permite determinar la naturaleza de las partículas extraídas, su distribución en la microestructura, su tamaño y morfología.

En el caso del microscopio electrónico de barrido (MEB) el poder de resolución es del orden de los 5 nm y se pueden alcanzar aumentos del orden de 100.000x. La profundidad de campo es alrededor 100 veces superior a la del microscopio óptico; esto lo hace ideal para la observación de superficies de fractura.

La simplicidad de la preparación de las muestras para el examen por MEB y la posibilidad de observación directa de su superficie hacen que este instrumento sea cada vez mas utilizado en investigación y control industrial. Si el MEB cuenta con un espectrómetro de rayos X se puede realizar análisis químicos de muy pequeñas zonas (ej. precipitados) del orden de $1\mu\text{m}^3$ y también obtener imágenes que dan la repartición espacial de los elementos (imágenes de rayos X). Este mismo tipo de análisis químico de las partículas es posible realizarlo mediante la utilización de la microsonda electrónica. En resumen, el MEB permite la observación de las réplicas microestructurales, con gran definición y altos aumentos y la identificación de los precipitados de las réplicas extractivas.

II.6 INFORMACION OBTENIBLE DE LAS REPLICAS

II.6.1 Réplicas Microestructurales

II.6.1.1 Tipos de Fisuras

Un examen por partículas magnéticas permite una definición grosera del tipo de fisuras; mientras que la réplica permite una definición precisa de la misma.

La Fig.II.8. muestra ejemplos de distintos tipos de fisuras que pueden ser puestas en evidencia por las réplicas microestructurales en un material base hierro. Cada tipo de fisura corresponde a un determinado fenómeno. En otras palabras conociendo el tipo de fisura, y otros datos complementarios, es posible conocer la causa que condujo a la fisuración del componente y de este modo tomar las medidas tendientes a la solución del problema.

II.6.1.2 Microestructura

El empleo de la réplica permite el análisis de la microestructura del componente y de esta forma conocer el posible daño sufrido por este durante el servicio.

Como ejemplos típicos de cambios microestructurales en aleaciones base hierro podemos citar:

-la esferoidización de la perlita de un acero, de estructura ferrítico-perlítica, que trabaja a alta temperatura.

-la precipitación de carburos de cromo (sensibilización) en un acero inoxidable que fue sometido a un calentamiento en el rango de los 450°C a los 750 °C (soldadura, servicio, tratamiento térmico).

TÍPICA PROPAGACION DE FISURAS EN LA ESTRUCTURA DE UN MATERIAL

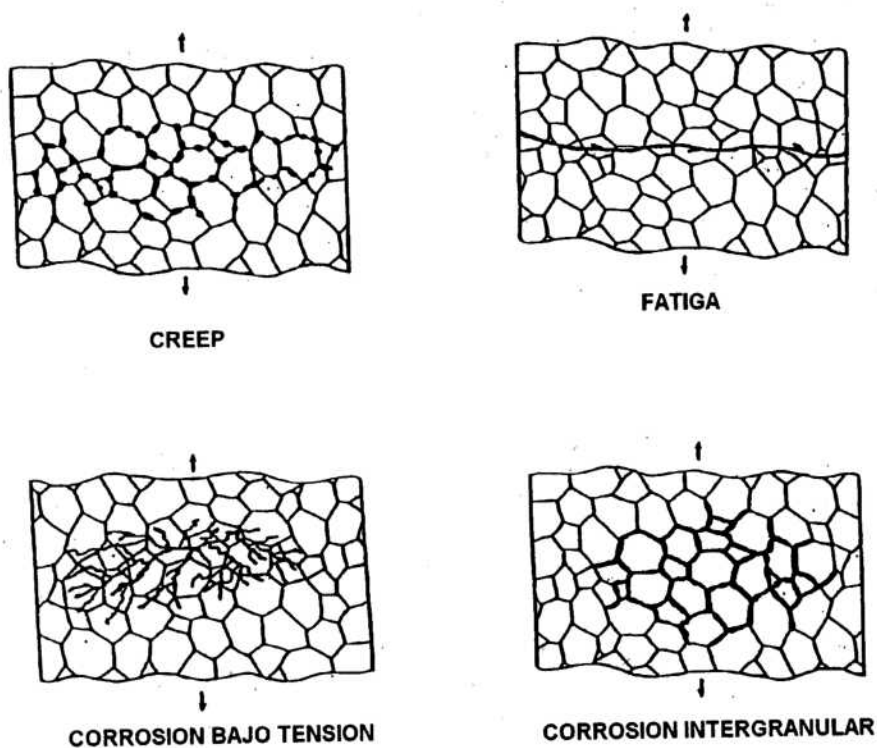


Fig.II.8 - Esquema de los Distintos Tipos de Fisuras que Pueden ser Puestos en Evidencia por una Réplica Microestructural en un Material de Base Hierro.

II.6.2 Réplicas Extractivas

En el caso de aceros de media y baja aleación que trabajan a altas temperaturas ($T > 0,4 T_f$) el análisis de las réplicas extractivas permite determinar el tipo de carburo, su morfología y distribución. La cuantificación de estos parámetros permitirán predecir la vida del componente analizado. En el caso de otros aceros (ej. aceros inoxidable) la identificación de ciertas fases, que aparecen durante el servicio del componente, permitirá predecir o evitar su falla.

II.7. REFERENCIAS

1. Jacquet, P.A. Metal Progress, Vol85, No1, (1964)
2. Fritzche, J., Sarrate, M., Vassallo, D., Wortman, O. Jornadas de Control de Calidad, Buenos Aires 1978.
3. Bé, C.A., Lazzati, A. CISE, Documento Di Formazione, SMS-DF-90-001
4. ASTM, ES 12-87
5. Metals Handbook, ASTM, 8th Edition, Vols. 8 y 10.
6. De Ferri Metallographia, Vol.I.

III APLICACIONES DE LA METALOGRAFIA NO DESTRUCTIVA

III.1 INTRODUCCION

Cuando un material trabaja a temperaturas elevadas (0,4 a 0,5 Tf), ocurren diferentes fenómenos que pueden producir la degradación de sus propiedades, conduciendo a la falla en servicio del componente. Entre los problemas que se pueden presentar podemos mencionar:

- Creep
- Fatiga de alto y bajos ciclos
- Fatiga térmica
- Sobre carga
- Fragilización por revenido
- Ataque por hidrógeno
- Grafitización
- Oxidación
- Carburación
- Descarburación
- Sensibilización a la corrosión intergranular (aceros inoxidable)
- Precipitación y/o transformaciones de fases que conducen a la degradación de las propiedades del material.
- Fragilización por hidrógeno (a la temperatura ambiente) durante la operación de parada y arranque de los equipos.

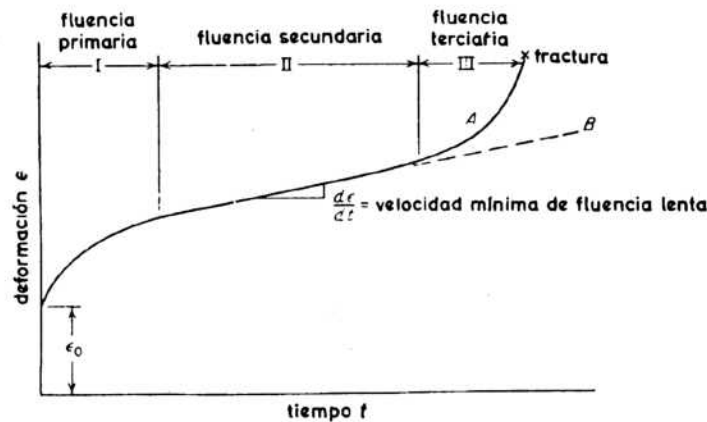
La mayoría de estos fenómenos son dependientes del tiempo y de la temperatura; por lo tanto sería posible el seguimiento de su evolución mediante el uso de las técnicas de Metalografía no Destructiva. Esto permitiría tomar las medidas correctivas correspondientes, de modo de evitar la falla en servicio de componente.

III.2 PROBLEMAS DE CREEP

III.2.1 Introducción

Las tensiones impuestas a un componente (ej. presión de trabajo) que trabaja a altas temperaturas produce una deformación continua del material. Por definición, el creep es la dependencia de la deformación con el tiempo de un material sometido a una determinada tensión. Luego de un determinado período de tiempo el creep puede terminar en la rotura del material (creep-ruptura). De lo anterior, es evidente que el creep es función del tiempo, la temperatura y la tensión. Además de estas, hay otras dos variables a considerar: la microestructura del material y el medio en el cual trabaja.

El creep de los metales y sus aleaciones está regido por los principios anunciados anteriormente. Para ciertas combinaciones de "temperatura-tensión", las curvas de creep (deformación-tiempo) presentan claramente tres estadios (I, II, y III) que corresponden, respectivamente, al creep primario, secundario y terciario, Fig. III.1.



—Curva típica de fluencia lenta (*creep*) mostrando las tres etapas del proceso. Curva A, ensayo a carga constante; curva B, ensayo a tensión constante.

Fig.III.1 - Curvas de Creep : Deformación vs.Tiempos. Se han marcado las zonas correspondientes al creep primario, secundario y terciario.

Durante el creep primario (llamado también transitorio) la velocidad de deformación disminuye en forma continua. La resistencia al creep aumenta a medida que progresa la deformación. En el creep secundario o estacionario, los mecanismos de endurecimiento se equilibran con los de recuperación. La velocidad adquiere un valor mínimo constante. Así como el final del creep primario es difícil de determinar, también lo es el comienzo del terciario. En este estadio, la velocidad de deformación aumenta hasta llegar a la fractura del componente. Esta aceleración de la velocidad de deformación puede deberse a cambios metalúrgicos (ej. recristalización) o a una disminución de la sección por estricción y/o por oxidación.

La duración del creep terciario es muy importante para efectuar la parada del componente antes de la rotura. Es de destacar que en algunos casos no se presentan las tres etapas de creep descritas anteriormente.

III.2.2 Aplicaciones

III.2.2.1 Introducción

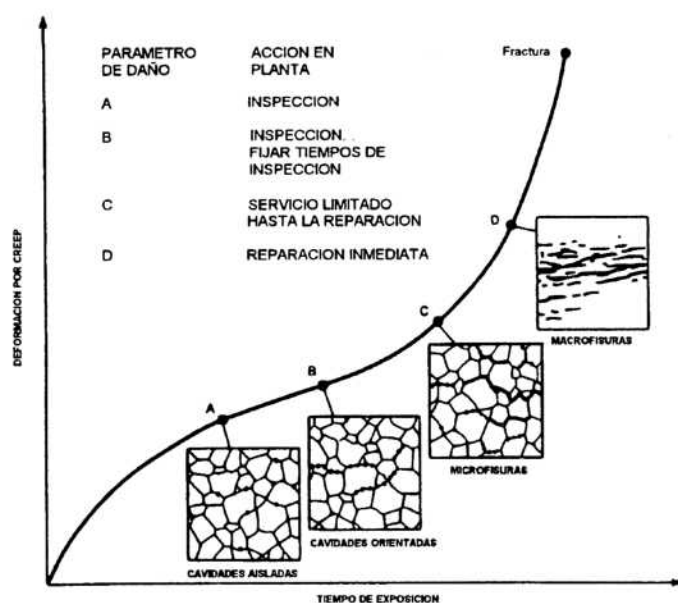
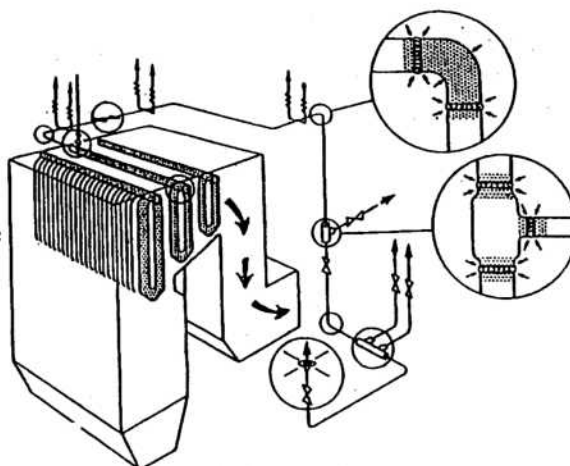
Independiente de los métodos a utilizar para evaluar la vida remanente de un componente es necesario, como primer medida, seleccionar los lugares donde se tomarán las réplicas. El criterio de selección de los lugares donde se deben tomar las réplicas está basado en experiencias anteriores y aquellos considerados los más críticos desde el punto de vista del funcionamiento del componente (soldaduras, codos, zonas de más altas temperaturas,...). En las Fig.III.2, se muestran algunos ejemplos.

Resultados de la literatura indican que 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 (ej. 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 (contenido de impurezas, P, As, Sn, y Sb), tipo de microestructura de partida, condiciones de trabajo (presión - temperatura) y estado de tensiones. En el caso de las cavidades, influyen en su formación y crecimiento las impurezas, las tensiones (ej. tensiones residuales), estructuras aciculares y el tamaño de 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 a zonas del material de más ductilidad, que corresponde al material base.

Fig.III.2 - Esquema de las Zonas Críticas de Obtención de Réplicas en una Planta Industrial de Generación de Energía.



DISTRIBUCION DE LA VIDA POR CREEP BASADA EN LA CLASIFICACION DE CAVIDADES

Fig.III.3 - Método de Neubauer de estimación de la vida remanente.

III.2.2.2 Determinación de la Vida Remanente Mediante la Evolución de las Cavidades

La mayor parte de las fallas por creep en servicio, ocurrieron en los cordones de soldadura a partir de la nucleación y crecimiento de cavidades. Este proceso se desarrolla en los antiguos límites de granos austeníticos y están orientadas normalmente la máxima tensión principal. Estas cavidades coalescen, se producen fisuras finalizando en la rotura del componente. Por estos motivos, la determinación de la vida remanente a partir de la evolución de las cavidades se aplica a la ZAC y los cordones de soldaduras, Fig.III.3. Para evaluar la vida remanente de un componente, a partir de la evolución de las cavidades, existen dos métodos uno cualitativo y otro cuantitativo de reciente desarrollo.

-Método Cualitativo

El método cualitativo fue desarrollado por Neubauer (1981), Fig.III.3, el que establece cinco (primero fueron cuatro) estados del daño por creep a partir de la observación de las réplicas, Fig.III.4.

Daño A.

Observación: sin daño

Recomendación: no es necesaria ninguna medida.

Daño B.

Observación: cavidades aisladas; esto aparece al final del estado estacionario del creep.

Recomendación: reinspección en tres años.

En este caso, no es posible determinar la dirección de la máxima tensión principal a partir de esta observación.

Daño C.

Observación: Cavidades orientadas; esto aparece durante el comienzo del tercer estado del creep (creep terciario)

Recomendación: reinspección en uno o dos años.

Daño D.

Observación: microfisuras; esto se desarrolla durante el creep terciario.

Recomendación: reparar; continuar en servicio por aproximadamente seis meses y reemplazar el componente.

Daño E.

Observación: Macrofisuras; esto conduce al final de la rotura por creep del componente.

Recomendación: parar la planta y reemplazar el componente.

Estos métodos que acabamos de ver no cuantifican el daño por creep, sólo dan una idea del estado del material y sugiere las acciones a tomar para evitar fallas por creep en servicio.

CLASIFICACION DEL DAÑO POR CAVITACION

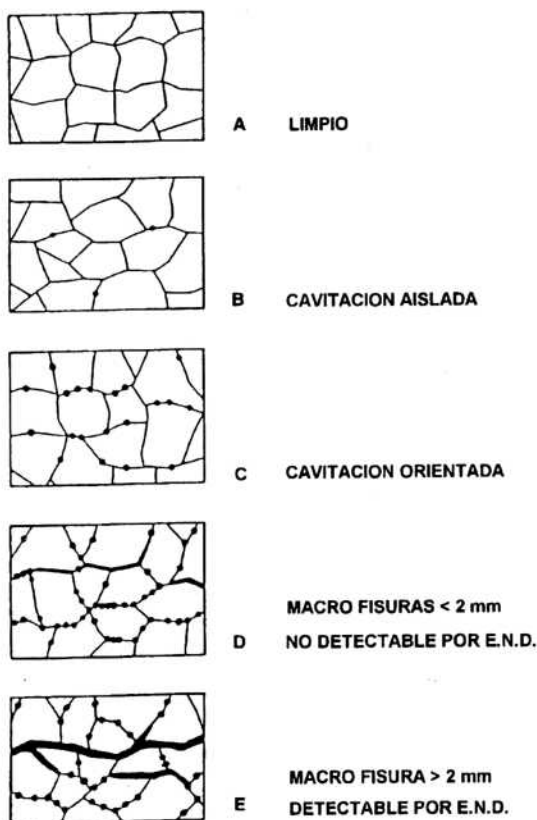


Fig.III.4 - Clasificación del daño por creep por evolución de cavidades.

-Método Cuantitativo.

Para estimar la vida residual es necesario contar con un parámetro microestructural que esté ligado al grado del daño y poder correlacionarlo con la fracción de vida remanente del componente. Tal parámetro deberá reunir las siguientes condiciones:

- no deberá estar influenciado por el procedimiento de toma de las réplicas.
- no deberá depender de las dimensiones de las cavidades.
- deberá ser de simple aplicación.

De todos los parámetros posibles el que más se adapta a estos requerimientos es el denominado "**Parámetro A**" definido como:

$$A = \text{Bordes de granos con cavidades} / \text{Bordes total de granos}$$

La forma de realizar la medición se puede ver en la Fig.III.5. La línea que aparece en este esquema es paralela a la dirección de máxima tensión principal. Un mínimo de 400 granos deben ser contados para tener un valor confiable y preciso. También deberán trazarse distintas líneas para cada medida.

Una vez obtenido el valor del parámetro "A" se lleva el mismo a una curva de creep, específica del material analizado, y de esa forma se determina la vida remanente del componente. En la Fig.III.6 se pueden ver un ejemplo.

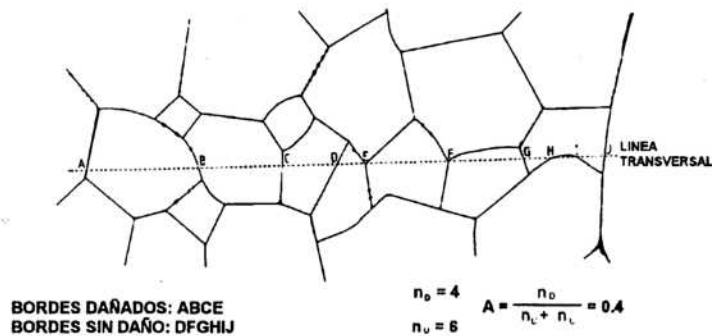


Fig.III.5 - Esquema para la determinación del parámetro microestructural A ligado al grado del daño, para determinar la vida remanente del componente.

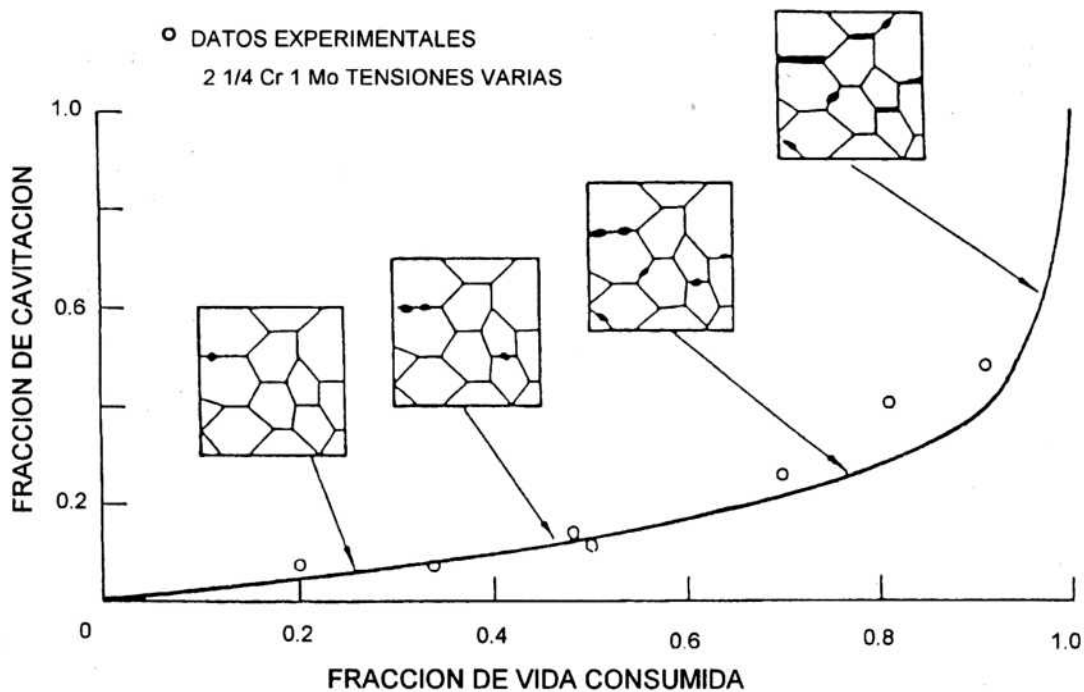


Fig.III.6 - Curva de creep, específica del material analizado, para determinar la vida remanente del componente.

III.2.2.3 Evaluación de la Vida Remanente a Partir del Grado de Esferoidización de la Perlita

Los materiales de un componente, en condiciones normales de operación, sometidos a la acción simultánea de esfuerzos mecánicos y altas temperaturas, sufren transformaciones de la microestructura con disminución progresiva de sus propiedades mecánicas. En condiciones anormales de operación (ej. aumento de la temperatura del material) el daño se acelera pudiendo conducir a la rotura en corto tiempo. Un ejemplo de esta degradación son los aceros al carbono, usados en calderas que sufren en servicio transformaciones estructurales detectables metalográficamente. La más evidente de ellas es la esferoidización de los carburos laminares de la perlita que se produce como consecuencia de la disminución de la energía libre del sistema que acompaña la disminución de superficie de la interfase cementita-ferrita al pasar de la forma laminar a la forma esférica.

La esferoidización permite detectar anomalías en la historia térmica del material. Si en condiciones normales de operación el proceso de esferoidización se completa a lo largo de la vida útil de un dado componente de una caldera la presencia, en la microestructura del material, de carburos coalescidos luego de poco tiempo de funcionamiento será indicio de un funcionamiento a temperaturas superiores a las normales. En otras palabras el componente tendrá una vida útil inferior a la prevista.

En los aceros de baja y media aleación ocurre, durante el servicio, variación del tipo de precipitados (composición química), morfología y distribución ; esta variación es también, lógicamente, función del tiempo y de la temperatura. Por lo tanto estudiando estas variaciones es posible determinar la vida remanente de un componente en servicio. Este método de evaluación se aplica, en particular para el material base.

Los métodos utilizados para evaluar la vida residual de un componente a partir del grado de esferoidización de la perlita son cualitativos y dan una idea del tiempo de vida remanente, por creep, del componente analizado. Las correlaciones existentes entre fracción de vida de creep y microestructura surgen de experiencias en servicio y estudios experimentales de laboratorio (ensayos acelerados de creep)

La clasificación más utilizada corresponde a Toft y Marsden y es la siguiente: (Fig.III.7)



Fig.III.7 - Clasificación del daño por creep a partir de la evolución de la microestructura

Daño A.

Observación: Ferrita y perlita laminar. Sin daño.

Daño B.

Observación: Comienzo de la esferoidización de la perlita. Carburos precipitados en los límites de granos.

Daño C.

Observación : Estadio intermedio de esferoidización de la perlita. La estructura laminar es todavía evidente.

Daño D .

Observación: La esferoidización de la perlita es completa. Los carburos continúan agrupados en sus colonias originales de perlita.

Daño E.

Observación: Carburos dispersos en los granos y límites de granos de ferrita. No se observan trazas de la estructura ferrítico - perlítica original.

Daño F.

Observación: Carburos dispersos en los granos y límites de granos de ferrita. Gran cantidad

de carburos coalescidos.

Luego de haber determinado el grado del daño se entra en las curvas de las Fig.III.8, y se estima la vida residual del componente analizado.

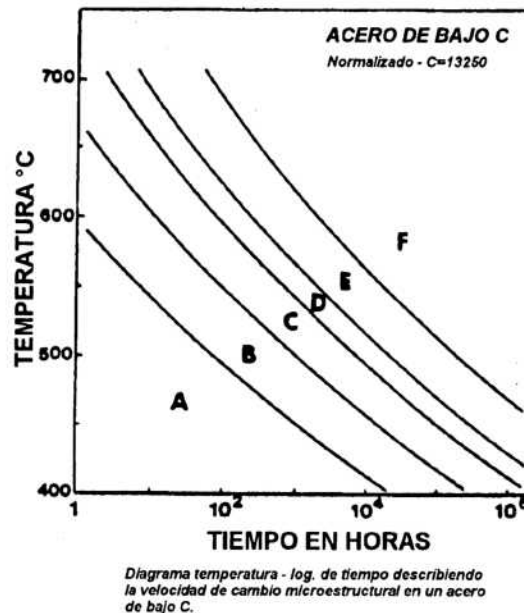


Fig.III.8 - Diagrama Tiempo-Temperatura en los que se muestran la velocidad de los cambios microestructurales en un acero al carbono normalizado. Los estados microestructurales (A-F) fueron identificados por Toft y Marsden.

III.2.2.4 Evaluación de la Vida Residual a Partir de la Información Obtenible de las Réplicas Extractivas.

Los estudios de laboratorio (basados en experiencias en servicio) tendientes a la evaluación de la vida residual, a partir de la información obtenibles de las réplicas extractivas, están orientados al material base de los componentes. Estos estudios se realizan en aceros de baja, media y alta aleación. Las réplicas extractivas dan información sobre:

- Estado de la precipitación
- Variación de la densidad de precipitación.
- Evolución de la composición de los precipitados.
- Transformaciones de fases.
- Morfología de las fases.

-Estado de la precipitación

La precipitación inter e intragranular depende fundamentalmente de dos parámetros de funcionamiento del componente: Tiempo y Temperatura. El estado de la precipitación permite una evaluación cualitativa del estado de envejecimiento del material; el cual puede ser Normal, de acuerdo a las condiciones previstas de funcionamiento, o Anormal o Prematuro. La aparición de este último indicaría que la temperatura media de funcionamiento del

componente fue superior a prevista. A partir de este dato, se trataría de determinar la causa que condujo a la elevación de la temperatura del componente para poder corregirla y, de esta forma, evitar la falla prematura del componente. Ejemplo: Fase σ en un acero inoxidable Tipo AISI 316.

-Variación de la densidad de precipitación

Como vimos anteriormente, la resistencia al creep de un material depende de las condiciones de servicio (tiempo, temperatura, tensiones) y de la microestructura del material. Estudios de laboratorio y experiencias en servicio muestran que la resistencia al creep está relacionada con distribución y dimensión de los precipitados. La mayor parte de estos estudios fueron realizados en aceros del tipo 1Cr-0.5Mo, Fig.III.9. Lo delicado de la obtención y manipulación de las réplicas y de la determinación del espaciado entre partículas hacen que este método este aún en los primeros estadios de desarrollo para su aplicación en componentes en servicio.

-Variación de la composición.

Los aceros del tipo Mo y/o Cr-Mo son utilizados, a alta temperatura, en estado normalizado, recocido y/o bonificado (templado y revenido). Los carburos presentes en el material (consecuencia de los tratamientos térmicos efectuados al componente) sufren cambios en su composición química durante el servicio a alta temperatura. Este cambio de la composición, función del tiempo y de la temperatura, produce una disminución de la resistencia al creep del material. Se encontró que se produce un empobrecimiento de soluto en la matriz (Cr, Mo, Mn, Si) y un incremento en la reacción $M_{23}C_6/M_3C$. En principio, el análisis de la composición de los carburos y/o y de la cantidad de soluto en la matriz nos podría permitir evaluar la vida residual del componente.

El análisis de los carburos puede ser realizado por Rayos X, Microsonda, Edax, Microscopio de Transmisión Analítico. Este último instrumento es el más adecuado debido a que permite observar las partículas y analizar aquellas de muy pequeño tamaño (del orden de los nanómetros). En este instrumento se pueden observar las réplicas de extracción, y/o láminas delgadas obtenidas de muestras muy pequeñas del material en servicio. El análisis de estas últimas permite determinar la composición química de la matriz.

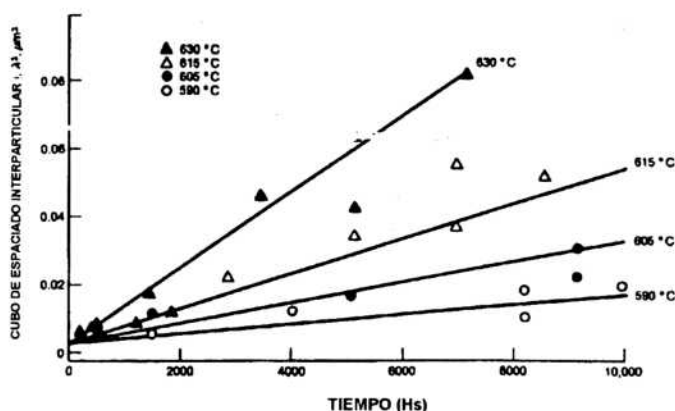


Fig.III.9 -Relación de la resistencia al creep con la distribución y dimensión de los precipitados en una aleación 1Cr-0.5 Mo.

III.3 APLICACIONES EN ACEROS INOXIDABLES

III.3.1 Introducción

La definición general, común a todas las normas, dice que los aceros inoxidable son aquellos aceros que "contienen 11% o más de cromo con un tenor de carbono inferior al 1,10%". Estos aceros presentan propiedades mecánicas equivalentes o, en algunos casos, superiores a los aceros al carbono y una elevada resistencia a la corrosión. Esta característica, que es la principal y más importante, se debe a la formación de una película de óxido de cromo (de naturaleza controvertida) muy adherente, impermeable y poco soluble en un gran número de reactivos, que protege al material subyacente contra la posibilidad de ataque de ciertos medios corrosivos, en particular, oxidantes. Esta película protectora, llamada película pasivante, se forma espontáneamente por exposición del metal en contacto con el aire, o rápidamente por un tratamiento de pasivado (ej. inmersión en una solución oxidante).

III.3.2 Degradación de sus Propiedades

Los aceros inoxidable al ser calentados, en un cierto rango de temperatura, sufren cambios en sus propiedades que pueden conducir a la falla en servicio del componente. Analizaremos aquellos que ocurren en los aceros inoxidable de mayor uso industrial : **martensíticos, ferríticos y austeníticos.**

-Sensibilización.

Este fenómeno puede presentarse en los aceros inoxidable ferríticos y austeníticos y consiste en la precipitación de carburos de cromo en los límites de grano cuando estos son calentados en un rango de temperaturas comprendidos entre los 450 a los 800°C. Esta precipitación puede ocurrir durante una operación de soldadura, el trabajado en caliente, un tratamiento térmico o consecuencia de un enfriamiento lento luego de la operación de hipertemplado. La respuesta de un acero inoxidable a la sensibilización está puesta en evidencia por las curvas TTS (Tiempo- Temperatura-Sensibilización), Fig.III.10.

Si bien el fenómeno de corrosión intergranular, consecuencia de la precipitación de carburos de cromo en los límites de grano, es muy conocido el mecanismo por el cual se produce es aún discutido. Como hecho experimental concreto, se observa una descromización alrededor de los carburos. Por consiguiente, si la precipitación de carburos en los límites de grano es continua se tendrá una zona continua descromada en estos límites, (Fig.III.11.). Cuando el material, en estas condiciones, es puesto en contacto con un medio corrosivo se produce un rápido ataque de los límites de grano. Esta corrosión acelerada del acero, si no es detectada a tiempo, puede conducir a la falla en servicio del componente. Es de destacar que la presencia de carburos en los límites de grano no sólo va a permitir la corrosión intergranular sino que también va a disminuir la resistencia del material a la corrosión bajo tensión y a la fatiga. En la Fig.III.12 se puede observar la corrosión intergranular en un acero inoxidable austenítico, en una fotomicrografía obtenida de una réplica.

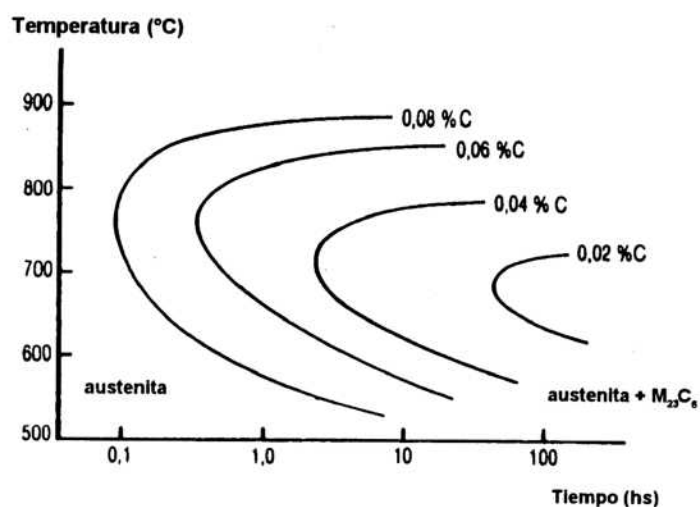


Fig.III.10 - Influencia del % de carbono en la cinética de precipitación del carburo de cromo en un acero tipo 18Cr-10Ni

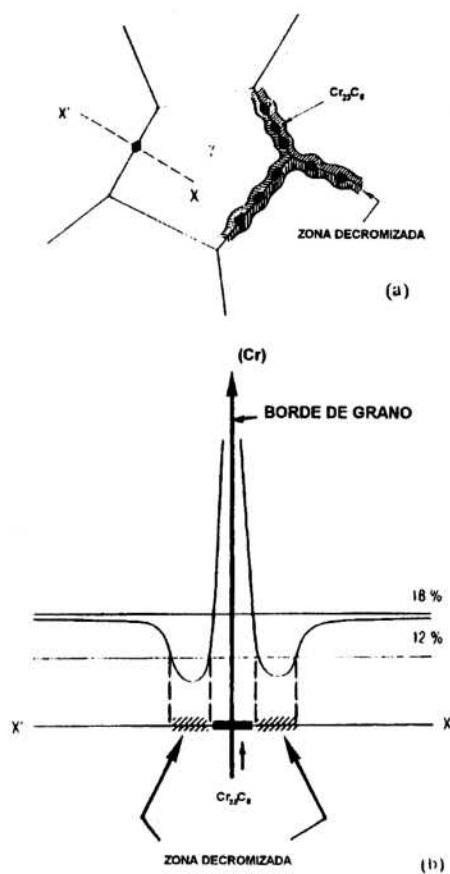


Fig.III.11 - Ilustración esquemática del fenómeno de descromización en los bordes de grano.

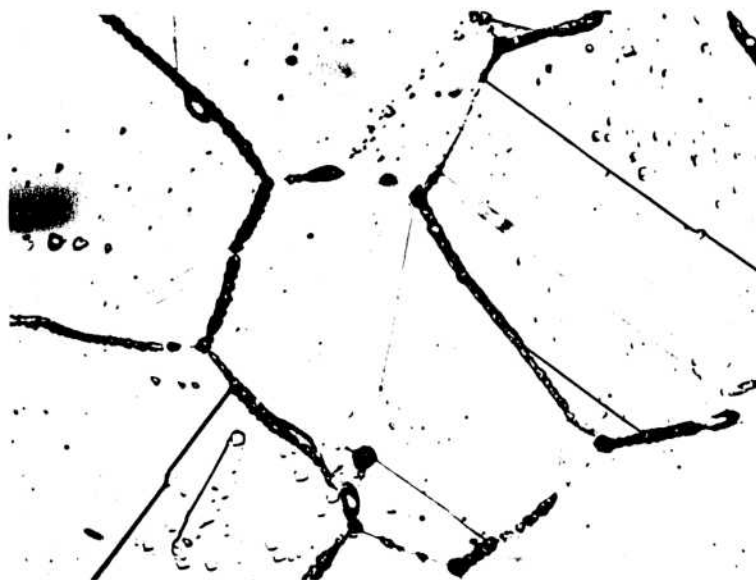


Fig.III.12 - Fotomicrografía mostrando el fenómeno de corrosión intergranular en un acero inoxidable austenítico.

-Corrosión bajo tensión.

La corrosión bajo tensión es un fenómeno de fisuración de los materiales bajo la acción simultánea de un medio y de tensiones (tracción). Este fenómeno es muy peligroso debido a que en muchos casos se produce en medios aparentemente pocos agresivos y a que es muy difícil de detectar antes que la fisura produzca la falla del componente. Los aceros inoxidables y las aleaciones Ni-Cr-Fe son susceptibles a este fenómeno. También lo son las aleaciones de aluminio, titanio, cobre, aceros al carbono El fenómeno de corrosión bajo tensión está gobernado por la interacción de tres parámetros:

- material (composición química, estructura)
- medio
- tensiones (aplicadas-residuales)

En el caso de los aceros inoxidables, las fisuras pueden ser transgranulares, intergranulares o, algunas veces, mixtas. En la Fig.III.13 se puede observar, en una fotomicrografía obtenida de una réplica, una fisura de corrosión bajo tensión en un acero inoxidable austenítico.



Figs.III.13 -Fotomicrografía mostrando el fenómeno de corrosión bajo tensión en un acero inoxidable austenítico.

-Ferrita δ .

La ferrita δ , fase estable a alta temperatura, puede aparecer en los aceros inoxidables martensíticos y en los cordones de soldaduras de los aceros inoxidables austeníticos (también en fundiciones de aceros inoxidables austeníticos).

En el caso de los aceros martensíticos, contenidos de ferrita δ del orden del 15% producen una disminución importante de la resistencia a la fatiga del material. En el caso de los cordones de soldadura de los aceros inoxidables austeníticos es necesario, para evitar ciertos problemas, acotar los niveles de ferrita δ . Se aconseja tener un mínimo del 3% (6% para aceros con Nb) para minimizar los riesgos de fisuración en caliente y un máximo del 12% para evitar problemas de corrosión y fisuración por formación de fase σ . La Fig.III.14 muestra, en una réplica de un cordón de soldadura de un acero inoxidable austenítico, la estructura mixta ferrita δ -austenita.

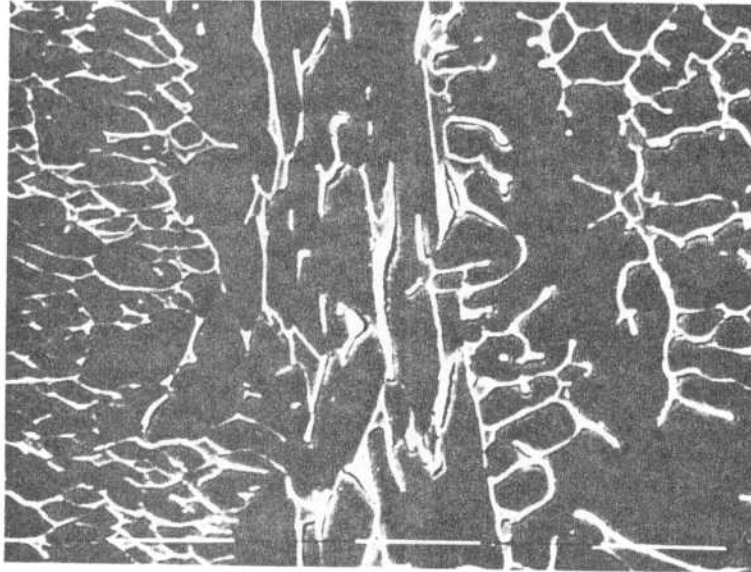


Fig.III.14 -Réplica de un cordón de soldadura de un acero inoxidable austenítico, con estructura mixta ferrita δ - austenita.

-Fisuración en caliente.

Los aceros inoxidables austeníticos tienen un coeficiente de dilatación térmica elevado. La existencia de tensiones, inducidas por la solidificación y las segregaciones interdendríticas, hacen que las soldaduras puramente austeníticas (luego del enfriamiento) sean sensibles al fenómeno de fisuración en caliente. La presencia de 3 a 8% de ferrita δ , en el metal depositado por soldadura, permite reducir la sensibilidad a la fisuración a alta temperatura. La solubilidad de las impurezas (S, P, Se, Sn, ..) es mayor en la ferrita que en la austenita. Por este motivo, la presencia de ferrita interdendrítica permitirá una mayor cantidad de impurezas en solución en su estructura evitando, de este modo, la formación de compuestos de bajo punto de fusión que son la causa de la fisuración bajo la acción de tensiones de solidificación. La Fig.III.15 muestra en una réplica de un cordón de soldadura de un acero inoxidable austenítico, la clásica fisuración en caliente.

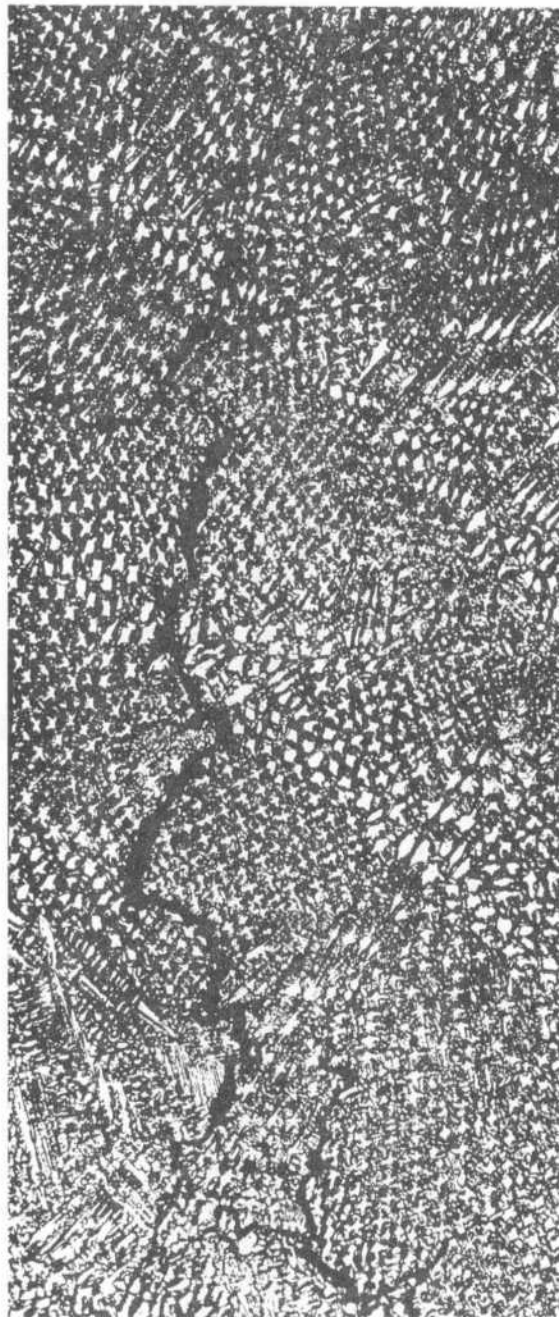


Fig.III.15 - Fisuración en caliente observada a través de una réplica de un cordón de soldadura de un acero inoxidable austenítico.

III.4. REFERENCIAS

1. Metals Handbook, ASTM, 8th Edition, Vols. 9 y 10.
2. Viswanathan, R. "Damage Mechanisms and Life Assessment of High-Temperature Component", ASM 1989.
3. Bé, C.A., Lazzati, A., CISE ,Documento Di Formazione, SMS-DF-90-001
4. Lacombe,P., Baroux,B. Y Beranger,G. "Les Aciers Inoxidables", 1990.

APENDICE A

METALIZADO Y PREPARACION DE REPLICAS EN UNA METALIZADORA DE VACIO

Una metalizadora para la preparación de réplicas o metalizado, es esencialmente una campana de vacío con un sistema de bomba mecánica y difusora de aceite. Dentro de la cámara de evaporación propiamente dicha se encuentran diferentes terminales de tensión y dispositivos para la evaporación de metales a partir de filamentos o navecillas. En particular la evaporadora Edwards 12E6/1229 instalada en el laboratorio dispone de 4 terminales independientes de tensión. Asimismo algunas evaporadoras poseen dispositivos que permiten enmascarar algunas muestras, o parte de ellas, durante las sucesivas evaporaciones, controlándose este proceso desde el exterior de la campana. Tanto en la evaporación de carbono como en los distintos metalizados es necesario tener en cuenta que el vacío debe ser mejor que 10^{-4} Torr. De esta manera disminuye la contaminación de la superficie de las muestras y las colisiones con las moléculas de gases residuales.

La evaporación de oro se realiza a partir de navecillas de molibdeno, mientras que el aluminio se evapora a partir de una gota formada sobre un filamento de molibdeno o de tungsteno en forma de espiral. La evaporación de carbono se realiza siempre a partir de dos electrodos que forman un arco. Algunos dispositivos también permiten rotar la muestra durante la evaporación con el objeto de obtener una película continua y uniforme.

Al preparar una réplica de carbono convencional conviene evaporar primero el elemento metálico y luego la capa de carbono que forma la réplica propiamente dicha. Estas operaciones pueden invertirse, pero el contraste de la réplica resultante es entonces menor. Por ejemplo, para realizar un buen sombreado, es suficiente evaporar una lámina de oro de 0.2 mm de espesor y 0.5 x 0.5 mm a una distancia de 10 cm de la muestra, bajo un ángulo conveniente (30 a 60°). Un espesor adecuado se obtiene haciendo saltar el arco durante un segundo a una distancia de unos 15 cm de la muestra. Si es necesario, el espesor de la película de carbono puede medirse con el método de Tolansky.

La evaporadora Edwards dispone de dos rangos de tensión y corriente que se seleccionan con una única llave. Para evaporar metales a partir de un filamento o navecilla se aplican 10 V (60 A) y para carbono 30 V (20 A). También debe tenerse en cuenta que después de toda evaporación la campana debe quedar siempre en vacío.

APENDICE B

PREPARACION DE UNA REPLICA DIRECTA DE UN ACERO AL CARBONO

- Se prepara cuidadosamente una probeta metalográfica de acuerdo a los procedimientos usuales : inclusión en resina, desbaste mecánico, pulido con diamante.
- Se ataca suavemente con Nital al 0.5%.
- Se sombrea con Au y luego se evapora carbono, tal como se ha detallado en el Apéndice A.
- Se marca con una cuchilla un reticulado de un tamaño compatible con el diámetro de las grillas de microscopio, aprox. 2mm x 2mm en el caso del microscopio electrónico Philips EM 300.
- Se coloca una gota de pulido tampón sobre la muestra.
- Se levanta las réplicas con el pulido tampón utilizando una tensión menor que la del pulido electrolítico del mismo acero. En general un acero se pule electrolíticamente con una solución de 90 % de butilcellosolve y 10 % de ácido perclórico, con una tensión de 40 V. Para levantar la réplica conviene emplear una tensión de unos 8 - 10 V.
- Se aplica el tampón sobre la réplica hasta que se formen burbujas. Conviene seguir actuando con el pulido hasta que se despegue completamente la réplica. Se suelen despegar simultáneamente varias láminas.
- Se introduce la probeta en agua destilada. Las réplicas despegadas flotarán en la superficie del agua.
- Se lavan las réplicas sumergiéndolas en una caja de Petri en una solución de ácido nítrico al 50 % durante unos 10 minutos. Se lavan luego en tres recipientes distintos con agua destilada y finalmente en alcohol. Las réplicas se trasladan de un recipiente a otro sobre las grillas.
- Se secan las réplicas aplicando lateralmente un papel de filtro. No conviene utilizar aire caliente.

APENDICE C

PREPARACION DE UNA REPLICA DE DOBLE ETAPA

C.1 - Preparación de una Réplica de Doble Etapa con una Cinta de Acetato de Celulosa

- Se prepara la superficie de la muestra mediante el pulido y ataque metalográfico correspondiente.
- Se coloca una gota de acetona sobre la superficie a replicar.
- Se aplica la cinta de acetato de celulosa sobre la superficie presionando durante unos segundos hasta que la parte disuelta de la película se adapte y copie todos los relieves. Si la superficie es rugosa conviene aplicar sobre ella una solución al 10 % de acetato de celulosa en acetona y luego colocar y presionar la cinta.
- Se deja secar completamente. Generalmente la película se desprende por si sola en unas 2 horas, pero en caso contrario se retira cuidadosamente con una pinza.
- Se coloca la cinta sobre un soporte adecuado o vidrio porta objeto, teniendo la precaución de que la parte que estuvo en contacto con la superficie de la muestra quede hacia afuera. Para sujetar la cinta pueden usarse pequeños trozos de cinta adhesiva.
- Se sombrea y se deposita carbono en una campana de vacío, tal como se describió en el Apéndice A.
- Para disolver la réplica intermedia se puede sumergir el conjunto en acetona hasta que el acetato se disuelva completamente y quede la réplica flotando en la superficie. En este caso la réplica se recoge finalmente en las grillas de microscopía electrónica.
- Otra manera de disolver la réplica intermedia es la siguiente. Se corta el conjunto en pequeños trozos de unos 2 mm x 2 mm que se colocan sobre las grillas de microscopía. Esta a su vez se depositan sobre una rejilla de acero inoxidable o cobre dentro de una caja de Petri. Se vierte acetona hasta el nivel en que ésta moje completamente las grillas. Al cabo de una hora la película de acetato se disuelve quedando la réplica directamente depositada sobre la grilla. Si la réplica es muy frágil se puede disolver la película de acetato sometiendo el conjunto a vapores de acetona.
- En todos los casos conviene lavar las grillas con la réplica adherida en uno o más baños de acetona para eliminar posibles restos de película de acetato.

C.2 - Preparación de una Réplica de Doble Etapa con Barniz de Nitrocelulosa

- Se prepara adecuadamente la superficie de la muestra.

- Se aplica una cierta cantidad de barniz de nitrocelulosa sobre la superficie. La viscosidad así como la cantidad de barniz depende de la naturaleza de la superficie a replicar, y las consistencias adecuadas deberán ser determinadas en cada caso.
- Se deja secar entre 40 y 60 minutos y se despegá cuidadosamente la lámina de barniz con una pinza.
- Se sombrea y se deposita carbono sobre la película de barniz, tal como se detalla en el Apéndice A.
- Se cortan trozos de unos 2 mm x 2 mm y se colocan sobre grillas de microscopía electrónica dispuestas a su vez sobre una rejilla metálica.
- Se coloca el conjunto en un recipiente cerrado de acetato de butilo en su fondo y un embudo cerrado conteniendo agua fría en su parte superior, como se indica en la Fig.C1.
- Se calienta el recipiente hasta unos 120-140°C. Los vapores de acetato de butilo van disolviendo lentamente el barniz y se condensan sobre la pared fría del embudo. Mediante este sistema cada réplica queda asentada sobre su correspondiente grilla, lista para su observación en el microscopio electrónico.

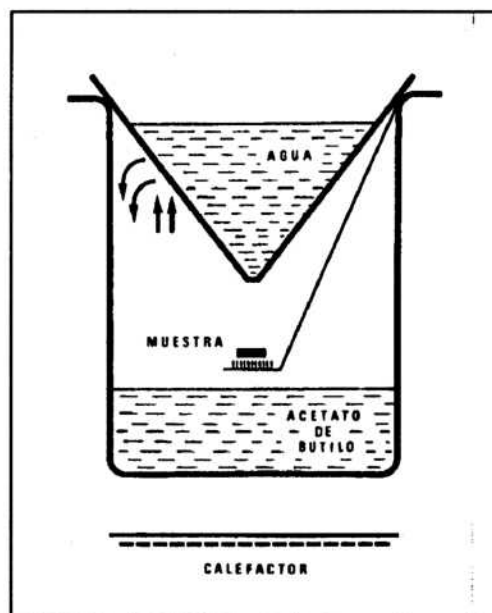


Fig.c.1.- Dispositivo para disolver la película de barniz en una réplica de doble etapa. Los vapores del acetato de butilo disuelven lentamente el barniz. Cada réplica queda asentada sobre su correspondiente grilla, lista para su observación en el microscopio electrónico.

APENDICE D

REPLICA POR EXTRACCION - EXTRACCION DE PRECIPITADOS DE UN ACERO SAE 3335 TEMPLADO Y REVENIDO A 600°C

- Se desbasta la muestra con papeles abrasivos y pasta de diamante de 0.25 μm .
- Se atacan suavemente con picral al 2 % durante unos 25 segundos.
- Se deposita carbono en una campana de vacío, hasta un espesor tal que la capa presente un color azulado.
- Con una cuchilla se marca un reticulado de 2 mm x 2 mm sobre la superficie de la muestra con la capa de carbono así depositada.
- Se pule electrolíticamente con un tampón de alambre de Kantal y 10 % de ácido nítrico en alcohol etílico, con una tensión de 20 V, hasta que comiencen a desprenderse las láminas de carbono.
- Se coloca la muestra en agua destilada hasta que las réplicas se desprendan completamente y floten sobre la superficie. Conviene dejar un tiempo adicional bajo el agua.
- Se recogen las réplicas en grillas de microscopía electrónica y se sumergen en alcohol etílico. Una vez secas, ya se pueden introducir en el microscopio electrónico para su observación y análisis. Un ejemplo se muestra en la Fig.D.1.

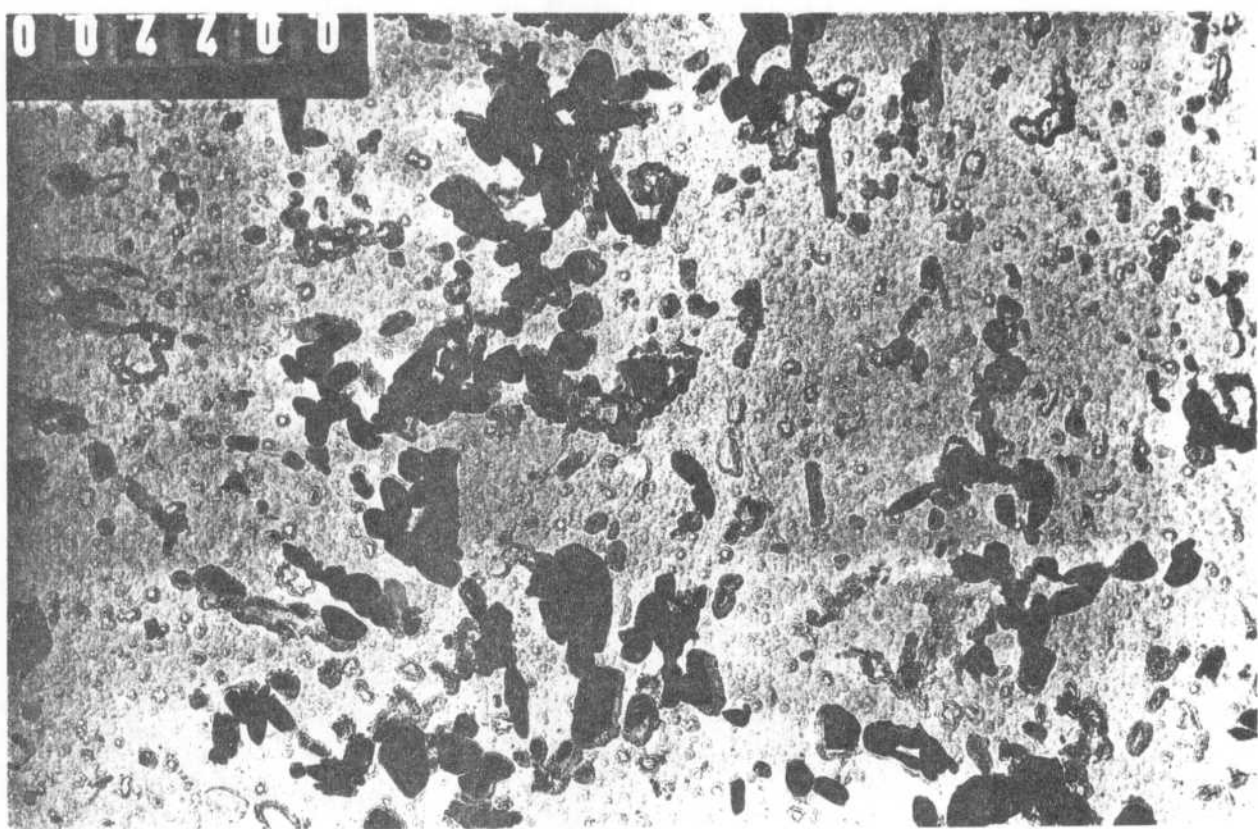


Fig.D.1 Micrografía electrónica correspondiente a una réplica de extracción de un acero SAE 3335 templado y revenido.

APENDICE E

PROCEDIMIENTO PARA OBTENER UNA REPLICA DE OXIDO DE ALUMINIO DE ALTA PUREZA

- Se pule electrolíticamente la probeta con ácido perclórico y butilcellosolve.
- Se efectúa el anodizado en una celda electrolítica usando una solución compuesta por 3 % de ácido tartárico en agua, ajustada a pH 5.5 con hidróxido de amonio. Se pule durante 20 a 30 minutos con una tensión de unos 30 V utilizando un cátodo de acero inoxidable.
- Con una cuchilla fina se marca un reticulado de unos 2 mm x 2 mm.
- Se sumerge la muestra en una solución saturada de cloruro mercuríco durante 1 minuto.
- Se lava en alcohol etílico y se deja en agua destilada.
- El ataque con cloruro mercuríco (HgCl_2) prosigue estando la probeta en el agua. Las películas de óxido se van desprendiendo lentamente.
- Finalmente se recogen las réplicas así desprendidas en grillas de microscopía electrónica, y se lavan en agua destilada.