

2do. Curso
Panamericano de Metalurgia Nuclear

Realizado por el Departamento de Metalurgia
de la
Comisión Nacional de Energía Atómica

Metalografía Microscópica

Ing. GERARD WYON

Ecole des Mines, París
(Francia)

República Argentina

1965

Siendo "Metalografía", literalmente, el estudio de los metales, se concibe fácilmente que el tema sea muy vasto. Sería necesario integrar en este curso temas tales como los ensayos físicos, la cristalografía, la metalurgia física, etc.

Debemos pues restringir nuestras ambiciones, tanto más cuando los temas enumerados serán objeto de conferencias especializadas. Nuestro programa estará, en consecuencia, limitado a la metalografía microscópica, es decir, al estudio de las estructuras de los metales y de las aleaciones, mediante la ayuda del microscopio óptico o electrónico.

UN POCO DE HISTORIA

La idea de observar las superficies metálicas con la ayuda de un instrumento óptico no es reciente, ya que el inglés Robert Hooke, en 1665, intentó este medio de investigación en una publicación titulada "Micrographia". Pero fué necesario esperar hasta 1841 para que un ruso, Anasoff, utilizara verdaderamente el microscopio con el objeto de estudiar un producto metalúrgico: el acero damas cado.

En la misma época, en 1864, el inglés Sorby transpuso los métodos de la petrografía al examen de los productos metalúrgicos naturales: los meteoritos. Pero estas fueron más bien macrográficas, imágenes con débil aumento, que fueron publicadas. (Fig. 1 y 2).

Veinte años después el francés Osmond publicó con Werth su memoria so bre "Teoría celular de los aceros" donde figuran las primeras fotomicrográficas, y en 1894, aparecieron por primera vez en el mundo micrográficas de una calidad perfecta ilustrando el artículo de Floris Osmond, sobre "La Constitución de los Aceros al Carbono" (Fig. 3). Se puede decir, que Osmond fué el verdadero crea dor de la metalografía microscópica.

A continuación de estos pioneros, se ve entonces surgir toda una generación de investigadores prestigiosos: MARTENS y TAMMANN en Alemania; BELAIW en Rusia; LE CHATELIER, CHARPY y PORTEVIN en Francia; ROBERTS-AUSTEN y STEAD en Inglaterra; BENEDICKS en Suecia; SAUVEUR en Estados Unidos, y muchos otros.

Fué, pues, necesario esperar treinta años para que los trabajos de ANASOFF y de SORBY salieran del olvido y para que los investigadores comprendieran todo el interés que presenta la metalurgia microscópica. LE CHATELIER en su libro "De los métodos en las ciencias experimentales" se expresa por otra parte así en 1900: "Viendo los primeros resultados obtenidos fui sorprendido por su importancia capital para la industria metalúrgica. El análisis químico elemental, haciendo conocer exactamente la composición de los metales y aleaciones, había sido la causa, ciertamente, en sus orígenes, de progresos inmensos en la metalurgia desde hacía medio siglo. La metalografía microscópica que permite estudiar la estructura de los metales, debe poder rendir servicios parecidos y dar nacimiento a nuevos progresos".

Es por otra parte a HENRY LE CHATELIER que se debe el microscopio metalográfico moderno, así como la técnica de pulido con la ayuda de una suspensión de alúmina, tal como es aún practicada en nuestros días y que reemplaza al calcotar (rojo de joyero) de OSMOND, de empleo tan delicado.

Las cosas permanecieron en este estado hasta 1930, fecha en la cual el francés JACQUET (con Figour) obtuvo un brevet para un procedimiento de pulido electrolítico de níquel. Este brillante e infatigable metalógrafo extendió su método sucesivamente al cobre, al aluminio, luego al hierro, al molibdeno y al plomo. Este descubrimiento revolucionario como aquel de SORBY y de OSMOND, no fué inmediatamente comprendido por los investigadores que reprochaban a este método revelar frecuentemente aspectos diferentes a aquellos que ellos obtenían habitualmente.

Se puede ahora afirmar que 1935, cuando aparecieron las primeras micrografías obtenidas reemplazando los abrasivos por una simple célula de electrolisis, es el año del nacimiento de la metalografía moderna. Sin esta técnica que permite obtener superficies no perturbadas y de un alto grado de perfección, es probable que el estudio tan fecundo de los metales y aleaciones con la ayuda del microscopio electrónico no habría podido ser abordado.

Por fin, en 1956, JACQUET y VAN EFFENTERRE pusieron a punto un método de metalografía no destructiva, que ha hecho accesible, notablemente, el estudio metalográfico de materiales nucleares fuertemente radioactivos o tóxicos.

Los investigadores disponen pues hoy de toda una gama de métodos metalográficos perfectamente adaptados a cada caso particular.

Es el estudio de estas diferentes técnicas y sus aplicaciones, que será el objeto de este curso.

CAPITULO 1º

PREPARACION DE SUPERFICIES EN VISTA AL EXAMEN MICROGRAFICO

I.1 Problemas de la obtención de probetas.

No solamente el modo de obtención sino también la localización de la zona de la cual se obtienen las probetas metalográficas es de gran importancia. En efecto, es esencial que el espécimen sea característico de la estructura del material a estudiar, estructura que puede depender de un cierto número de factores.

I.1.a Importancia de la localización de la probeta.

Es bien evidente que la sola composición química de la aleación estudiada no es suficiente para caracterizar su estructura, y aún la composición química es por otra parte susceptible de variar notablemente de un punto a otro de la misma pieza como consecuencia de los fenómenos de segregación. Siendo las propiedades de una aleación función de su estado estructural importa pues que la zona examinada sea característica de este estado estructural.

Ejemplos:

- Caso de una pieza laminada: La estructura longitudinal en el sentido de la laminación, es diferente de la estructura transversal (figs. 4 y 5).

- Caso de una pieza cementada o nitrurada donde es importante conocer la filiación de la estructura de la periferia hacia el centro (fig. 6).
- Caso de una pieza fundida que posea partes de secciones, pequeñas y de secciones de gran espesor: la estructura es diferente según la sección (figs. 7, 8 y 9).
- Caso de una pieza forjada en la cual la estructura es variable y depende del grado de deformación en caliente o en frío de la aleación (figs. 10, 11 y 12).
- Caso de obtención de probetas de una aleación líquida en el momento de la colada de una gran pieza: la estructura del pequeño lingote-probeta será ciertamente diferente de aquella de la pieza masiva en friada mucho más lentamente.

I.1.b Importancia del modo de obtención de las probetas.

A consecuencia del volumen o de la forma de la pieza a examinar, es muy raro poder utilizar esta pieza entera como probeta metalográfica. Dejando aparte ciertos casos particulares de los cuales hablaremos posteriormente, el ensayo de la metalografía microscópica es por lo tanto un ensayo destructivo. Sin embargo es muy importante no modificar la estructura durante la operación de obtención de la probeta: El aserrado o el corte deberán pues ser efectuados de tal manera que ningún calentamiento sensible de la probeta pueda alterar su estructura. Existen, aun, ciertos casos en los cuales solamente el corte electrolítico o el corte por chispas son admisibles (casos de los metales muy blandos o de aquellos que se maclan muy facilmente).

I.2 Diferentes modos de obtención de los especímenes.

Antes que nada conviene insistir particularmente sobre el hecho de que un examen atento de la superficie exterior de la pieza bruta, previo a toda operación de obtención de probetas, es no sólo muy indicado sino indispensable. De esta ma

nera son informaciones preciosas obtenidas como consecuencia de un examen a ojo desnudo, o mediante una simple lupa (fisuras que desembocan en la superficie acentuadas, si es necesario, por un ensayo de fluoroscopia -aspecto de una ruptura en servicio típica de ruptura por fatiga- alteraciones superficiales tales como oxidación, corrosión, desgaste, etc.)

I.2.1. Métodos clásicos.

Habiéndose efectuado el examen a ojo desnudo y elegido el lugar conveniente para obtener el espécimen, los métodos más corrientes son el corte por sierra bajo agua, o el corte mediante muela diamantada con aspersión abundante de un fluido de refrigeración (fig.13). Las figuras 14 y 14bis muestran un ejemplo de alteración de estructuras debido a calentamiento durante el curso del corte.

N.B. Es evidente que los materiales radioactivos o nocivos (U, Pu, Be...) deben ser tratados en "dry box"; será necesario igualmente desconfiar de las contaminaciones por el oxígeno o el nitrógeno del aire en los casos de los metales muy reactivos, tales como el Ti o Zr, por ejemplo.

I.2.2. El corte por chispeo.

Este método es aplicable también a los materiales muy duros tales como los carburos, y a los metales muy blandos tales como el aluminio.

a) Principio

Descubierto en Cracovia por el profesor BIERNAWSKI (1), y actualmente muy desarrollado industrialmente, este procedimiento es relativamente simple. Una batería de condensadores es descargada periódicamente entre una "lámina de corte" de latón delgado y la probeta a cortar. Con el objeto de no disipar la energía del chispeo, la descarga tiene lugar en un baño de aceite que sirve igualmente de fluido de refrigeración. Las tensiones son del orden de los 1.000 a 3.000 volts y un motor comandado mediante un relé sensible permite conservar una distancia pequeña entre la lámina y la probeta.

La probeta permanece globalmente fría pero, en el nivel de la sección, el gradiente térmico local es bastante grande. De esto resultan con-

tracciones térmicas que pueden introducir defectos en los materiales de bajo límite elástico.

b) Ventajas e inconvenientes

Con este método se pueden efectuar cortes en los materiales más diversos, aún en los más duros. No se puede hablar propiamente de deformación pero sin embargo, como lo hemos dicho, defectos tales como dislocaciones pueden ser introducidos en los materiales suficientemente blandos. Es sin embargo el único procedimiento que permite obtener secciones rectas de un perfil cualquiera ("Carottage" por ejemplo).

1.2.3. Corte electrolítico.

Esta técnica particular es la única utilizable cuando el espécimen no debe ser perturbado por ningún tipo de deformación. Este es especialmente el caso de las probetas monocristalinas o bicristalinas utilizadas para los estudios de deformación plástica.

a) Principio

Un hilo fino o un disco delgado unido al polo negativo de una fuente de corriente continua es colocado en la inmediata vecindad de la probeta a cortar. El hilo, animado de un movimiento continuado o alternativo (o el disco puesto en rotación lenta), es rociado o impregnado por un electrolito conveniente, estando la pieza unida al polo positivo de la fuente de corriente continua (Figs. 16 y 17). En el caso del aluminio, se utiliza un hilo de cobre de 0,05 a 0,1 mm. de diámetro, con un electrolito constituido por una solución de 200 grs/lts. de NaNO_3 adicionado de 20 cm³/1000 de HCl concentrado (destinado a evitar la hidrólisis de las sales de aluminio formado en el curso de la electrólisis). Con una corriente de 12 volts y una intensidad de 0,5 y 1,5 ampers, la velocidad de avance del corte es de 20 mm/hora y el espesor de la "traza de la sierra" inferior a 1 mm (2).

b) Ventajas e inconvenientes

Este procedimiento es el único que posibilita cortar cristales, aún los más delicados, sin alterar su estructura. Es sin embargo un método bastante lento que no permite obtener secciones rectas planas.

I.2.4. El corte mediante ultrasonido.

En el caso de los materiales muy duros, tales como los carburos (ej.: carburo de uranio), se sumerge la pieza a cortar en una suspensión de polvo abrasivo. Ondas ultrasonoras estacionarias permiten localizar la abrasión en zonas bien definidas de la probeta (en los vientres de las ondas ultrasonoras).

I.3. Las diferentes técnicas de pulido de las superficies metalográficas.

Hace solamente una treintena de años, el pulido mecánico basado en la abrasión del espécimen mediante la ayuda de carborundum o de alúmina, era el único utilizado. Hoy toda una gama de técnicas son adoptadas para diferentes casos particulares, permitiendo esas técnicas obtener óptimos resultados con el mínimo de dificultades.

Analizaremos pues, sucesivamente:

El montaje de las probetas con vistas a su posterior pulido.

El pulido mecánico preliminar a mano o a máquina.

El pulido mecánico de terminación con sus variantes:

El pulido a la alúmina.

El pulido al polvo de diamante.

El pulido electrolítico, en el cual distinguiremos: el pulido en celda.

El pulido en el "Disa Electropol".

El pulido con "tampon".

El pulido químico.

I.3.1. Montaje de las probetas con vistas al pulido.

Cuando es posible obtener una probeta suficientemente voluminosa (del orden de 1 cm³ con una superficie a pulir del orden de 1 cm²), y el pulido es efectuado manualmente, no es necesario realizar ningún montaje.

Por el contrario, en casos muy numerosos el montaje es indispensable.

Citaremos entre éstos:

Las superficies a pulir de pequeñas dimensiones (hilos, tubos, láminas delgadas, etc).

Los especímenes para los cuales es necesario poder observar el borde externo o interno de la probeta (observación de capas de difusión, por ejemplo).

Las probetas destinadas a ser pulidas mecánicamente mediante la máquina de pulir.

I.3.1.a Montaje mecánico.

Los especímenes pequeños pueden muy bien ser montados en pequeños dispositivos simples tales como los representados en las figs. 18, 19 y 20. En general es útil prever el acunado de las probetas mediante hojas delgadas de cobre (para los metales ferrosos) o de material plástico (para las aleaciones ligeras).

Los topes eventualmente utilizados deben ser de una dureza aproximada a aquella de la probeta, y su naturaleza debe ser tal que no exista riesgo de perturbar el ataque metalográfico posterior como consecuencia de un factor electroquímico desfavorable (corrosión por formación de una pila local en el caso de las cuplas Cu-Al o Cu-Zn, por ejemplo).

Caso particular de las probetas que necesitan un examen de los bordes.

Para evitar, como consecuencia del pulido, el redondeado que hace imposible el examen en el microscopio de las zonas marginales, se hace frecuentemente uso del depósito electrolítico de un metal duro, diferente de la aleación a examinar. El cobre es particularmente utilizado para las aleaciones ferrosas debido a su brillo y su color que permite muy bien marcar la superficie de separación y al mismo tiempo protegerla contra la corrosión. En la práctica el cobreado es efectuado en dos etapas.

Luego de una limpieza y un desengrasado cuidadoso de la superficie a cobrear, se coloca una primera capa en un baño conteniendo

Cianuro de cobre	22,5 gr
Cianuro de sodio	34,0 gr
Carbonato de sodio	15,0 gr
Agua	1000 cc

La electrólisis es efectuada en las siguientes condiciones:

Probeta como cátodo

Anodo de cobre

Densidad de corriente 2 mA/cm²

Temperatura 30 a 40° C

Estando ya la superficie protegida, el depósito puede ser completado en un baño más rápido pero en el cual la acidez habría alterado inicialmente la superficie a cubrir. Este baño contiene

Sulfato de cobre	250,0 gr
------------------	----------

Acido sulfúrico	75,0 gr
-----------------	---------

Agua	1000 cc
------	---------

y las condiciones de electrólisis son las siguientes

Probeta como cátodo

Anodo de cobre

Densidad de corriente 20 a 40 mA/cm²

Temperatura ambiente

Se puede también recubrir electrolíticamente las probetas con una capa de hierro. Luego de una limpieza cuidadosa la electrólisis es efectuada en un baño de:

Cloruro férrico	288,0 gr
-----------------	----------

Cloruro de sodio	57,0 gr
------------------	---------

Agua	1000 cc
------	---------

La electrolisis se realiza a 85° C con una densidad de corriente de 5 a 20 mA/cm², y el ánodo es una hoja de acero de bajo carbono conteniendo pequeñas cantidades de impurezas metaloidicas. Este ánodo debe ser encerrado en una bolsita de tela para evitar la formación de barro.

La temperatura a 85° C debe ser respetada si se quiere obtener un depósito adherente y compacto (fig. 21).

I.3.1.b Montaje por fusión.

El azufre, las ceras, las aleaciones de bajo punto de fusión han sido utilizados para el montaje de pequeñas probetas. Estos procedimientos presentan sin embargo un cierto número de inconvenientes: el azufre posee una tendencia desagradable a fisurarse durante el enfriamiento (fig. 22). Los reactivos de ataque se infiltran en estas fisuras y producen luego suciedades en la superficie metalográfica examinada.

Las ceras son solubles en los reactivos alcohólicos.

Las aleaciones de bajo punto de fusión se atacan preferencialmente con los reactivos metalográficos, lo cual perturba el ataque de la probeta misma.

Por fin, la dureza bastante débil de estos montajes no impide que el pulido mecánico redondee las aristas de la probeta.

Entre las aleaciones de bajo punto de fusión utilizadas, citaremos:

La aleación de Wood que funde a 65° C:

Bismuto	50%
Plomo	25%
Estaño	12,5%
Cadmio	12,5%

La aleación de Lipowidz que funde a 70° C:

Bismuto	50%
Plomo	27%
Estaño	13%
Cadmio	10%

I.3.1.c Montaje mediante la ayuda de resinas.

Es actualmente el mejor procedimiento, en consecuencia el más usado. Entre las resinas utilizables se pueden distinguir tres tipos:

Las resinas termo-endurecibles

Son las bakelitas (cuyo principal defecto es su poca dureza), y las resinas fenol-formol. Estas resinas resisten a los ácidos diluidos y su endurecimiento se realiza por simple calentamiento a una temperatura (variable según las calidades) comprendida entre 45° C y 90° C, durante tiempos que van de 12 a 15 horas.

Las resinas termo-plásticas

Son los poliestirenos y los metilmetacrilatos, tales como el lucite. Estos montajes son inatacables a los reactivos metalográficos y presentan la gran ventaja de ser transparentes (fig. 23), lo que permite darse cuenta de las formas exactas de las probetas en todas las etapas del pulido. La confección del montaje necesita el empleo de una prensa para montaje (fig. 24), que conjugue el efecto de la presión (comprendido entre 150 y 300 Bars), y de las temperaturas (entre 75 y 175° C), jugando estos dos factores un rol esencial sobre la aptitud a la polimerización de estas resinas. Es de notar que una transparencia perfecta no se obtiene más que si se efectúa el

enfriamiento bajo la presión máxima utilizada luego de la polimerización.

Las resinas polimerizables en frío.

Un gran progreso ha sido realizado mediante la utilización de resinas líquidas cuya polimerización tiene lugar a la temperatura ambiente, como consecuencia del agregado de un agente plastificante y de un catalizador de reacción. No es pues más necesario utilizar una prensa para montar, y las probetas no corren peligro de ser perturbadas por un calentamiento que, aunque moderado, puede algunas veces alterar la estructura (Figs. 25 y 26).

I.3.2. El pulido basto.

Esta primera etapa hacia la obtención de una superficie plana perfectamente pulida, es extremadamente importante. De la conducción correcta de esta fase preliminar, es que depende -muy frecuentemente- el resultado final. El pulido basto es practicado en dos tiempos:

Primeramente desbastado a la piedra.
Luego, el desbastado propiamente dicho.

I.3.2.a El desbastado a la piedra.

Sea practicado sobre probetas montadas o no, o efectuado con la mano, o con la ayuda de máquinas apropiadas, es esencial que el desbastado a la piedra no produzca ningún calentamiento notable del espécimen. La operación debe hacerse pues con una presión moderada, a velocidades medianas (1000 a 1500 vueltas por minuto), y con lubricación o refrigeración por agua que se muestra generalmente indispensable. Las piedras empleadas son de gres o de carborundum (carburo de silicio). Las probetas se mantienen firmemente aplicadas sobre la muela y mediante un ligero movimiento de rotación se obtiene una superficie plana en un tiempo relativamente corto.

No hay que olvidar sin embargo que esta etapa tiene por objeto, no solamente obtener una superficie plana, sino también eliminar al máximo las capas superficiales perturbadas como consecuencia de tratamientos térmicos (de carburización superficial de los aceros, por ejemplo), o simplemente por el corte preliminar.

I.3.2.b El desbastado propiamente dicho.

La superficie desbastada a la piedra debe ser enseguida cuidadosamente limpiada de toda partícula abrasiva o metálica, y el desbastado propiamente dicho prosigue por frotamiento sobre una banda abrasiva revestida de granos de carborundum cuya granulometría es perfectamente homogénea. Los aparatos utilizados llevan el nombre de "Tank" (fig. 27), y los especímenes deben ser frecuentemente refrigerados en el curso de esta operación.

Cuando las estrías superficiales, producidas por el desbastado preliminar, han sido eliminadas con la ayuda del "Tank", se limpia cuidadosamente la probeta y se pasa a la fase final de desbastado.

Fase final de desbastado

El único aparato manual verdaderamente cómodo y bien adaptado a ese trabajo es el del tipo "Lunn", en el cual cuatro grados de papel abrasivo numerados 220, 320, 400 y 600, pueden ser sucesivamente utilizados (fig. 28).

Estos papeles impermeables permiten un pulido bajo aspersión de agua que evita el calentamiento de las probetas y asegura la eliminación permanente de polvos abrasivos o metálicos.

La conducción del pulido es entonces muy simple, pero deben ser respetadas un cierto número de reglas para obtener un buen pulido en tiempos mínimos (3 a 5 minutos para las aleaciones duras; 5 a 10 minutos para las aleaciones blandas):

- Las probetas apoyadas sobre el papel y mantenidas firmemente, deben estar animadas de un movimiento alternativo, con exclusión de todo movimiento de rotación.
- El movimiento debe ser amplio y regular, con la frecuencia de una ida y vuelta por segundo, aproximadamente.
- No se debe pasar de un papel al siguiente, sino cuando todas las estrías debidas al abrasivo precedente han sido eliminadas. Es, pues, necesario realizar el pulido teniendo siempre la probeta en el mismo sentido sobre un papel dado.
- Hacer pivotar el espécimen noventa grados en el momento del pasaje de un papel de granulometría más fina. Esta manera de proceder permite cruzar las estrías de pulido, lo que facilita el control de eliminación de las estrías anteriores (fig. 29).
- Enjuagar bien y secar cuidadosamente el espécimen luego del último papel empleado.

I.3.3. La terminación.

Esta fase final que tiene por objeto realizar el pulido especular indispensable para el examen de la superficie al microscopio, consiste en la utilización de discos recubiertos de tela, de fieltro o de terciopelo, impregnados en un polvo abrasivo cuidadosamente calibrado en suspensión en un medio líquido o pastoso apropiado.

Los dos abrasivos más usados son:

La alúmina calcinada.
El polvo de diamante.

I.3.3.a El pulido con alúmina.

Es un procedimiento de empleo muy general en metalografía. Se utiliza una suspensión de alúmina calcinada en agua destilada. Esta suspensión es pulverizada sobre el disco de tela que gira a gran velocidad, y la probeta es aplicada sin excesiva presión sobre el disco (figs. 30 y 31). Un cierto número de precauciones deben ser tenidas en cuenta si se desea obtener un resultado correcto:

- Es necesario trabajar con un tamaño uniforme de granos de alúmina. Esta homogeneidad de tamaño es obtenida fácilmente por levigación. Se distinguen entonces las alúminas de dos horas, de seis horas, de doce horas, y de veinticuatro horas, según el tiempo de depósito.
- Si es necesario utilizar sucesivamente varias alúminas de granulometría decreciente, cada una de ellas deberá ser pulverizada sobre un paño de pulido individual.

Es esencial preservar los paños de las contaminaciones por el polvo o los abrasivos más gruesos. Un lavado cuidadoso de las probetas -y de las manos- debe ser efectuado entre dos operaciones sucesivas.

Por último, es indispensable girar la probeta sobre sí misma en el curso del pulido, o someterla a un lento movimiento en sentido inverso al movimiento de rotación del disco de pulido. Se evita así la formación de "cometas" debido al movimiento del abrasivo siempre en el mismo sentido (fig. 32).

I.3.3.b El pulido con polvo de diamante.

Hasta 1947, la alúmina era considerada el único abrasivo cómodo, pero su empleo no estaba adaptado ni a los materiales muy duros ni a las aleaciones blandas o fácilmente deformables. En el primer caso el pulido llevaba un tiempo muy prolongado, con riesgos de rayas accidentales, y en el segundo se observaba muy frecuentemente una alteración de la estructura superficial (figs. 33 y 34). Además, las dificultades aumentaban cuando el material estudiado encerraba constituyentes de durezas muy diferentes (pulido en bajo relieve).

Es SAMUELS (3) quien ha estudiado sistemáticamente y definido mejor las condiciones de pulido con el polvo de diamante.

Luego de un pre-pulido cuidadoso con papeles impermeables bajo abundante cantidad de agua, y en los cuales las probetas son debilmente apoyadas contra el papel, se puede pasar a la terminación a diamante. El pasaje por diferentes grados de polvo de diamante es tan indispensable como para el caso de los diferentes grados de papeles; se utilizarán pues sucesivamente:

Un polvo cuyos granos tienen de 10 a 20 micrones.

Un polvo de 5 a 10 micrones.

Un polvo de 1 a 5 micrones.

Estos polvos, muy cuidadosamente calibrados por el proveedor, están incluidos en una pasta generalmente soluble en agua. Hay que hacer notar que la abrasión por diamante se efectúa por un proceso de corte y de percusión. Es por lo tanto importante que el polvo esté constituido únicamente por cristales intactos o clivados (en los cuales el poder de corte es elevado) y que el pulido sea efectuado sobre un soporte (fieltro o paño) adaptados al tamaño del polvo.

En la práctica, estando el soporte montado sobre un plato giratorio, se moja la tela con algunos centímetros cúbicos de lubricantes (fig. 35) y se deposita un gramo de pasta de diamante en forma de espiral. El pulido, sin presión, se realiza con los mismos movimientos que sobre el papel y el soporte es humedecido con el lubricante mencionado.

Es indispensable lavar bien las probetas y las manos antes de pasar al grado inferior y es evidente que cada grado debe ser utilizado sobre un soporte diferente que le está reservado. Hay que contar alrededor de 10 minutos para pulir correctamente una probeta previamente desbastada sobre un papel abrasivo 600. Cuando el pulido se hace demasiado largo, se recarga el soporte con un poco de pasta de diamante.

Ventajas del procedimiento

Gracias a la gran dureza del diamante y a su poder de corte elevado, el pulido es muy rápido y no entraña más que una pequeña alteración de la superficie por deformación. Hay ciertos casos en los cuales solo el polvo de diamante es utilizable. Tal, por ejemplo, el caso de los materiales muy duros como los carburos, o de los productos obtenidos por pulvimetalurgia, en los cuales los poros residuales son fácilmente obturados por los productos resultantes de la abrasión.

I.3.4. El pulido electrolítico en celda.

Descubierto en 1930 por JACQUET y FIGOUR (4), se puede considerar que este procedimiento ha revolucionado la técnica metalográfica. Sin el pulido electrolítico es probable que la física de los metales fuera aún balbuceante, y que la microscopía electrónica aplicada a la metalurgia permaneciera aún en la infancia. En efecto, el pulido mecánico aún particularmente cuidadoso, provoca la formación de una zona fuertemente deformada en la vecindad de la superficie. Esta zona perturbada, generalmente llamada "capa de Beilby" (5), posee propiedades diferentes de aquellas de la masa del metal subyacente.

La "capa de Beilby" tiene un espesor de unas decenas de angströms, su estructura es mal conocida, y según los autores, ella estaría constituida por una capa de metal amorfo (o de cristalita extremadamente fina), posiblemente estabilizada por el oxígeno o el nitrógeno absorbido durante las operaciones de pulido.

No hay que confundir la "capa de Beilby", siempre muy delgada, con la zona deformada superficial que es mucho más importante (ver fig. 36). A título de ejemplo se pueden citar los resultados dados por SAMUELS, relativos al pulido del acero inoxidable 18-8 y del zinc. (Ver página 16).

Es la presencia de esta zona deformada, así como la dificultad de obtener superficies exentas de rayaduras por el pulido mecánico, que justifican la importancia que ha adquirido el pulido electrolítico.

Procedimiento de Pulido	Profundidad de la zona deformada en μ	
	Acero inoxidable 18/8	Zinc
Desbastado a la piedra	35	125
Abrasión en "tank "	15	85
Pulido con papeles 220	6	45
Pulido con papeles 400	3	25
Pulido con papeles 600	2	15
Pulido con alúmina	1,5	10
Pulido con diamante	1	7

I.3.4.1. Historia.

Fué la obra del francés P. A. JACQUET, quien inventó el procedimiento en 1930 (4). Aunque parezca extraño, muy pocos metalurgistas adoptaron esa nueva técnica, reprochándole -la mayor parte de ellos- el revelar con frecuencia aspectos diferentes de aquéllos a los cuales estaban habituados.

La segunda guerra mundial acrecentó mucho el interés que el pulido comenzaba a suscitar en el mundo, y hoy, luego de diversos perfeccionamientos de los cuales hablaremos, este procedimiento de preparación de superficies es muy utilizado, aún por la industria.

I.3.4.2. Principio del pulido electrolítico.

La probeta previamente pulida mecánicamente con cuidado, se dispone en el ánodo de una célula de pulido alimentada con corriente continua. El cátodo es del mismo material que el ánodo o de acero inoxidable, y el electrolito debe ser elegido en función de la naturaleza del ánodo (fig.37).

I.3.4.2.a Variación de la densidad de corriente en función de la tensión en los bornes.

Esta variación es, para un montaje del tipo potenciométrico, del tipo representado en la figura 38. Resalta notablemente la presencia de una meseta, CD, en la cual la extremidad D de la misma corresponde a las condiciones óptimas del pulido.

Entre A y B, la probeta es atacada; entre B y C las condiciones de electrólisis son inestables; entre C y D se observa un pulido que mejora hacia el punto D; por fin, más allá de D, la superficie pulida aparece con puntos al mismo tiempo que se observan en el ánodo desprendimiento de gases.

I.3.4.2.b El mecanismo de pulido.

En una escala macroscópica, el perfil de una superficie pulida mecánicamente puede ser considerado como formado de una sucesión de colinas y de valles. En una escala microscópica, la superficie es más compleja aún, y pequeñas irregularidades se superponen al macropperfil. Un pulido ideal debe pues realizar dos operaciones:

Un aplanamiento que elimine las irregularidades de gran escala (superiores al micron).

Un abrillantamiento que suprima las irregularidades más pequeñas (hasta un centésimo de micrón, por ejemplo).

El aplanamiento solo, deja una superficie de aspecto mate mientras que un simple abrillantamiento conduce a una superficie brillante, pero que conserva las grandes irregularidades macroscópicas.

Ninguna teoría explica completamente a la vez el aplanamiento y el abrillantamiento, pero se puede pensar que de una manera general (fig. 39), el aplanamiento es debido a la formación de una capa viscosa anódica, resistente y adherente.

El abrillantamiento está ligado a la existencia de un film delgado anódico de naturaleza mal precisada (o posiblemente óxido).

La capa viscosa, constituida por productos de reacción anódica, reproduce sólo aproximadamente el perfil de la superficie. Esa es la responsable del aplanamiento, estando este fenómeno bajo la dependencia del proceso de difusión a través de la capa viscosa. Cualitativamente se puede decir que el gradiente de concentración en la capa es diferente sobre los picos con respecto a los valles: este gradiente es débil en el fondo de los valles y es elevado sobre las crestas. De esto se sigue que la necesidad de corriente más elevada sobre las crestas que en los valles, y que las crestas sufrirán una disolución anódica más intensa.

En cuanto a la naturaleza del film delgado anódico, su función y sus propiedades son aún mal conocidas.

Su espesor es del orden de algunas capas atómicas. Este film, mantenido en su lugar y protegido del electrolito por la capa viscosa, sigue exactamente los contornos de la superficie. Se concluye de esto que el pasaje de los iones a la interface metal-film tiene lugar a la misma velocidad en todos los puntos. Fue EDWARDS quien ha dado una explicación simple del abrillantamiento haciendo resaltar que si se elimina metal uniformemente a partir de una superficie, se eliminan al mismo tiempo todas las irregularidades.

I.3.4.3. La práctica del pulido electrolítico en celdas.

- El cátodo debe estar dispuesto de tal manera que los gases desarrollados no se pongan en contacto con el ánodo.
- El cátodo debe ser suficientemente grande con el objeto de uniformizar la repartición de la corriente sobre el ánodo.
- El cátodo no debe reaccionar con el electrolito: se utilizará por ejemplo acero inoxidable (salvo en los casos del cobre para el cual se utilizará un cátodo de cobre).

La probeta a pulir está generalmente colocada de manera que la superficie a cubrir esté colocada verticalmente. En algunos casos, sin embargo, donde

la capa viscosa es poco adherente (cobre y latón con un electrolito agua-P04H3, rico en P04H3) el espécimen está colocado con la superficie a pulir horizontal y dirigida hacia arriba.

- Las dimensiones del sistema de pulido no son arbitrarias y las distancias ánodo-cátodo del orden de 2 a 5 cm., dependen de los baños utilizados y de los materiales a pulir. En todos los casos, la cantidad de electrolito utilizada debe ser bastante grande, y el enfriamiento suficientemente eficaz para que la temperatura del baño de electrólisis no varíe sensiblemente en el curso del pulido.
- Como regla general, la probeta debe ser introducida y retirada bajo tensión; lo que implica un montaje que permita una introducción y una salida rápida del espécimen a pulir.
- Sólo la parte destinada a ser pulida debe encontrarse en contacto con el electrolito. Este hecho implica generalmente la colocación de un barniz protector.

Aclaración importante:

En los electrolitos que contienen ácido perclórico, es preferible evitar toda materia orgánica a causa de los peligros de explosión.

Sólo un barniz a base de polietileno podrá ser utilizado a condición de evitar todo calentamiento. Igualmente, hay que tener cuidado con la fijación de la probeta sobre la toma de corriente: la naturaleza de esta unión no debe crear cuplas electroquímicas en contacto con la probeta.

Dos soluciones son posibles: o bien la unión es de la misma naturaleza que el espécimen, o permanece fuera del electrolito.

Es esencial que la tensión aplicada en los bornes de las células corresponda a las condiciones óptimas de pulido definidas precedentemente (tensión igual a aquella del fin de la meseta de la curva voltaje-intensidad).

- Con el objeto de renovar el reactivo electrolítico en la vecindad del ánodo, y de esta manera conservar en la capa viscosa un espesor óptimo, es generalmente necesario agitar el baño o la probeta.

Esta agitación impide, igualmente, todo calentamiento excesivo del espécimen pero no debe ser demasiado enérgica, lo que podría destruir la capa necesaria para la obtención de un buen pulido.

Por último, la naturaleza del electrolito es función de metal a pulir. Un

gran número de baños están compuestos de un cuerpo fuertemente oxidante (ClO_4H , NO_3H , CrO_3) y de cuerpos orgánicos susceptibles de ser oxidados (anhidrido acético, alcohol metílico, ...)

Si llega a originarse la reacción exotérmica de oxidación (por calentamiento local, por cortocircuitos o por chispas), esta reacción puede hacerse suficientemente violenta como para provocar proyecciones peligrosas de productos fuertemente corrosivos. Es pues esencial respetar imperiosamente ciertas reglas concernientes a la manipulación de tales baños de pulido (6):

- Evitar todo calentamiento en el curso del pulido y en consecuencia refrigerar el baño por una circulación de agua o por inmersión en una mezcla de agua y hielo.

No utilizar alcohol etílico en lugar de alcohol metílico, (este último da mezclas mucho más estables).

Con respecto a la preparación de los baños, es necesario protegerse de las proyecciones eventuales y sobre todo operar muy lentamente a muy baja temperatura (fig. 40).

1.3.4.4. Algunos baños de pulido utilizados.

Las recetas son muy numerosas, y para mayores detalles se remite a las obras especializadas (E. Jacquet: "Le Polissage electrolytique des surfaces metalliques et ses applications", edición "Metaux" 1948; W. J. McG. Tegart: "Polissage Electrolytique et Chimique des Metaux" Dunod, Paris, 1960).

Citaremos, sin embargo, algunos baños corrientes.

Pulido del aluminio

666 cc de anhidrido acético.

333 cc de ClO_4H R. P. $d=1.615$ (tomar precauciones durante la mezcla).

Tensión: 22 a 25 V (25 V en vacío) - Cátodo de acero inoxidable.

Agitación lenta de la probeta - Baño refrigerado con agua + hielo.

Pulido lento (algunas horas) - A cada hora lavar la probeta con agua corriente, enjuagarla con alcohol, sumergirla en eter y volverlo a colocar para pulir al revés.

Pulido del hierro

37,5 cc de ácido perclórico R. P. $d = 1,615$
12,5 cc de ácido acético
250 cc de butilenglicol
Tensión: 40 V - Cátodo: acero inoxidable
Baño: refrigerado
Duración: 20 minutos
Lavado inmediato luego de sacar la probeta pulida

Pulido del acero inoxidable 18 - 10

950 cc de ácido acético R. P.
50 cc ácido perclórico R. P. $d=1,615$
Tensión: 25 V (en vacío 50 V) - Cátodo: acero inoxidable
Baño: refrigerado a 10° C (por disminución de la temperatura el baño puede congelarse)
Duración: por períodos de 2 minutos (en total 6' - 10')
Lavado inmediato y secado entre cada período

Pulido del cobre y latones

700 cc de PO_4H_3 $d=1,71$
300 cc de agua destilada
Tensión: 2 V con electrodos horizontales distantes 2 cm.
Cátodo de cobre puro en posición superior
Temperatura del baño: ambiente
Lavar inmediatamente luego del pulido que dura 1 a 2 horas (barnizar las caras que no deben ser pulidas; la cara a pulir debe estar colocada hacia arriba).

Pulido del uranio

600 cc de ácido acético R. P.
50 gr de CrO_3
60 cc de agua
Tensión: 30 V en vacío
Cátodo de acero inoxidable
Temperatura del baño: 10 a 15° C
Duración: 2 a 10 minutos
Bajar la tensión a 3 V al finalizar el pulido; en 8 a 10 minutos se produce un grabado que revela la estructura

Pulido del Zinc

375 cc de PO_4H_3 $d=1,71$
625 cc de Alcohol etílico de 96°
Tensión 4 V durante 30 segundos, luego 3,1 V durante 1 a 2 horas.
Cátodo de acero inoxidable.

I.3.4.5. Ventajas e inconvenientes del pulido electrolítico.

Ciertamente, el pulido electrolítico es un medio de obtener superficies metálicas liberadas de toda tensión de deformación, pero esa superficie brillante frecuentemente está recubierta de un film de óxido o de un compuesto químico cualquiera. La capa superficial depende en consecuencia de un número bastante grande de factores, tales como la naturaleza del baño de pulido, las condiciones de electrolisis, el método de lavado, etc. Este film muy delgado no influye generalmente de manera importante sobre los resultados del ataque metalográfico ulterior, pero conviene ser prudente. En las figs. 41 y 42 se puede constatar la influencia de la ruptura de la capa de óxido como consecuencia de una deformación del metal subyacente.

Las ventajas del pulido electrolítico son, sin embargo, numerosas.

- La simplicidad
La habilidad del operador influye mucho menos que en el caso del pulido mecánico. Los resultados son buenos, siempre que se respeten estrictamente las condiciones óptimas de electrolisis.
- Versatilidad
La forma y las dimensiones de las probetas intervienen poco en el pulido electrolítico y ubicando en lugares apropiados electrodos auxiliares es posible pulir piezas de formas complejas.
- La autenticidad de la superficie
Hemos visto que para ciertos metales o aleaciones blandas (plomo, estaño) o fácilmente deformables (zinc, acero inoxidable), sólo el pulido electrolítico permite obtener una superficie representativa del espécimen estudiado.
- En cuanto a los inconvenientes, aparte del film superficial ya mencionado, es necesario decir que los resultados son algunas veces mediocres con aleaciones polifásicas.

En las aleaciones se pueden distinguir dos casos:

La segunda fase es anódica con respecto a la matriz.

Es entonces esta segunda fase la que se pule preferencialmente (ej.: el silicio en las aleaciones aluminio-silicio).

La segunda fase es catódica con respecto a la matriz.

Es entonces la matriz la que es pulida preferencialmente alrededor de la segunda fase, la cual puede saltar dejando puntos de ataque en la superficie.

Los resultados son igualmente bastante mediocres si la aleación se encuentra en estado deformado previo al pulido, o si las soluciones sólidas son fuertemente heterogéneas (segregaciones menores importantes). Por último, un pulido demasiado prolongado puede dar nacimiento a estructuras periódicas del tipo "Ripple-mark" sin correspondencia con la estructura real del espécimen (fig. 43).

I.3.5. Métodos recientes de pulido electrolítico.

El pulido electrolítico en celdas es un procedimiento bastante lento, pues las densidades corrientes admisibles son bastante débiles debido al hecho de la renovación limitada de electrolito en la vecindad de la probeta a pulir. Además, un control metalográfico de una pieza masiva exige la toma de una probeta, operación raramente realizable sin la destrucción parcial de la pieza. Estos inconvenientes han sido actualmente eliminados gracias a los procedimientos descriptos más adelante.

I.3.5.1. Los aparatos de pulido.

a) Existen numerosos modelos comerciales de aparato de pulido de los cuales describiremos uno de ellos, el Disa Electropol, fabricado en Dinamarca según las ideas de JACQUET. En este aparato (fig. 44) una corriente de electrolito es proyectada sobre la superficie a pulir. El tiempo de pulido es, en consecuencia, muy corto ya que las densidades de corriente pueden ser elevadas sin riesgos de calentamiento exagerado del espécimen. Así, con un electrolito conteniendo:

700 cm³ de alcohol de 96° puro
120 cm³ de agua destilada
100 cm³ de butilenglicol
78 cm³ de ácido perclórico de densidad 1,54

se pule en 20 segundos, con 50 volts, una superficie de 1 cm² de acero inoxidable, o de acero al carbono. Una precaución importante consiste en enjuagar inmediatamente la probeta, luego del fin de pulido.

b) De 1935 hasta 1956 el pulido en celda, o con la ayuda de aparatos tales como Disa Electropol, fué considerado como el mejor método de preparación de probetas metalográficas. Sin embargo, en 1956 JACQUET y VAN EFFENTERRE pusieron a punto un procedimiento de "Metalografía no destructiva". Gracias a es

te método, el control puede ser efectuado en piezas masivas sin ninguna destrucción de las mismas (figs. 45 y 46).

Técnica del pulido con tampón (aparato Ellopol).

El electrodo negativo es metálico, masivo (fig.47), está rodeado de una cobertura en fibra sintética inatacable por los electrolitos.

El tampón, impregnado con una pequeña cantidad de reactivo de pulido, debe ser desplazado lentamente sobre la superficie de la probeta a pulir unida al ánodo del generador.

Es necesario tener cuidado de no frotar la superficie de la probeta con el tampón. La corriente de pulido debe hacerse pasar a través de la pequeña capa de electrolito existente sobre la probeta.

Con el aparato Ellopol (fig.48), es posible pulir en 1 a 2 minutos una superficie de 1 a 3 cm²; esta superficie puede ser examinada inmediatamente al microscopio. Pero el campo de aplicación del método puede ser considerablemente aumentado utilizando la técnica de las réplicas: un barniz plástico es extendido sobre la superficie pulida y atacada (barniz a base de nitrocelulosa con un solvente que contiene un plastificante). Este barniz, luego de secado, es despegado cuidadosamente y la réplica, montada sobre una lámina de vidrio, es examinada al microscopio. Se puede así conocer la estructura de piezas masivas, seguir los cambios de una misma zona de un aparato en servicio, y es igualmente posible examinar la estructura de probetas aún fuertemente radioactivas sin precauciones especiales (fig.49).

I.3.6. El pulido químico.

Desde hace ya varias décadas se sabe que es posible pulir superficies metálicas por simple inmersión en un electrolito sin ningún potencial exterior: este modo de pulido es llamado "pulido químico".

En la escala industrial, el abrillantamiento químico es utilizado para el aluminio y algunas aleaciones, para el cobre y los latones. Pocos trabajos han sido efectuados sobre el mecanismo de pulido químico, pero PINTER (9) ha mos-trado que el pulido tiene lugar en dos etapas:

- Por rectificación de las irregularidades superficiales, rectifica-ción ligada muy frecuentemente a la presencia de una capa viscosa de difusión cercana a la superficie del metal.
- Por abrillantamiento sin corrosión, siendo este fenómeno posible-mente debido a la presencia de un film muy delgado de óxido o de hidróxido.

En función de la naturaleza del reactivo y de la temperatura del baño, se pueden pues tener todas las etapas desde la rectificación sin abrillantamiento (su perficie de aspecto mate) hasta un abrillantamiento solo, sin eliminación de las irregularidades superficiales iniciales.

Las recetas son evidentemente numerosas y entre ellas citaremos los siguientes ejemplos:

Caso del Aluminio y sus aleaciones

30 cc	SO ₄ H ₂	d = 1,84
70 cc	PO ₄ H ₃	d = 1,84
10 cc	NO ₃ H	d = 1,40

0,5 a 2 g/lit de nitrato de níquel cristalizado
 Temperatura: 85 - 105° C
 Duración: 30 segundos a 2 minutos

Caso del Cobre

33 cc	NO ₃ H	d = 1,40
33 cc	PO ₄ H	d = 1,84
33 cc	CH ₃ COOH cristizable	d = 1,07

Temperatura: 60 - 70° C
 Duración: 1 - 2 minutos

Caso del Hierro

80 cc de agua destilada
 28 cc de solución de ácido oxálico de 100 g/lit
 4 cc de H₂O₂ a 30%
 Temperatura: 35° C (reactivo preparado inmediatamente antes del uso)
 Duración: 15 minutos - lavar cuidadosamente.

Caso del Zirconio

45 cc	NO ₃ H	d = 1,40
-------	-------------------	----------

10 cc de agua destilada o agua oxigenada
 Temperatura: 20° C
 Duración: 5 a 10 segundos - aplicar con un algodón

Las figuras 50 y 51 muestran, en el caso del zirconio, la calidad del pulido obtenido químicamente. La superficie está privada de capa de óxido lo que permite el examen con luz polarizada (nicoses cruzados) para revelar la estructura. Se pone muy bien en evidencia la diferencia entre un zirconio muy puro, elaborado por fusión zonal, y un zirconio conteniendo un poco de hierro elaborado por el procedimiento Van-Arkel. En cuanto a la figura 52, ella muestra -luego de un simple pulido químico- la estructura de un zirconio cargado de hidrógeno (2 átomos por ciento); se distinguen muy bien los bastoncitos de hidruro (fig.53).

CAPITULO II

LAS DIVERSAS TECNICAS UTILIZADAS EN MICROGRAFIA OPTICA

Sabemos ahora preparar una superficie metalográfica utilizando las diferentes técnicas de pulido precedentemente descriptas.

En el estado simplemente pulido, es frecuentemente ventajoso practicar un examen al microscopio, primero para controlar la calidad de la superficie pulida (ausencia de rayaduras en el caso de un pulido mecánico, ausencia de grabado o de picaduras en el caso de un pulido electrolítico) y segundo, debido a que este examen permite frecuentemente revelar sin alteración ciertos aspectos particulares de la estructura. Las figuras 54, 55 y 56 muestran así las microcavidades en aleaciones ligeras de alta performance mecánica del tipo Zicral (aleaciones aluminio-cinc-magnesio-cobre-cromo) o RR-57-(Al-Cu) (6%) Mn (0.25%) Ti (0.12%). La forma y dimensión de estas cavidades habrían sido ciertamente modificadas por un ataque micrográfico.

Por lo tanto, antes de estudiar los diversos métodos utilizados para revelar los constituyentes de las probetas metalográficas, hablaremos de los diferentes medios ópticos puestos a la disposición del metalógrafo para examinar las estructuras.

II.1. El microscopio metalográfico.

II.1.1. Principio

Teniendo en cuenta la opacidad de las superficies examinadas, la diferencia entre el microscopio metalográfico y el microscopio utilizado en biología reside esencialmente en el sistema de iluminación y en la disposición de la platina, la cual se encuentra invertida para permitir la colocación cómoda sobre ella de probetas de tamaño relativamente grande.

II.1.1.a Iluminador para los objetivos de débil aumento propio.

En el caso de la macrografía, los objetivos utilizados tienen una distancia frontal suficiente para que sea posible intercalar un dispositivo óptico entre la probeta y el objetivo (distancia focal de 100 mm., 75 mm. ó 50 mm., que dan aumentos útiles de 2x a 25x sobre la cámara fotográfica).

El iluminador para los exámenes en luz directa aparece sobre el esquema 57.

Los exámenes macrográficos con luz normal pueden ser practicados con ventajas en numerosos casos. Si la superficie metalográfica está simplemente pulida, una deformación plástica ulterior, por ejemplo, podrá crear defectos de superficie llamados "bandas de deformación" (fig. 58) sobre todo visibles a débil aumento. Si la superficie pulida es atacada con la ayuda de un reactivo apropiado, el grabado producido puede depender de la orientación cristalina con respecto al plano de la superficie. La figura 59 ilustra el efecto de un grabado selectivo sobre la luz reflejada por un espécimen, y la figura 60 muestra la aplicación de este fenómeno en el examen de la cristalización grosera de un lingote.

Si se ilumina el espécimen con un haz muy oblicuo, sólo la luz difundida por las asperezas de la probeta llegará al objetivo. Se realiza así una iluminación en "fondo negro" como lo indica el esquema de la figura 61. A título de ejemplo, las figuras 62 a 66 muestran algunas aplicaciones del examen macrográfico. Describiremos ulteriormente los diversos métodos puestos en práctica para poner en evidencia estas diferencias estructurales.

II.1.1.b Iluminador para los objetivos a aumento propio elevado (de x5 a x150).

La distancia frontal de estos objetivos es evidentemente pequeña (desde algunos centímetros hasta algunas décimas de milímetro). Este hecho excluye la ubicación de un iluminador entre el objetivo y la preparación; la iluminación de la probeta es pues realizada a través del objetivo gracias a un iluminador especial (fig. 67).

II.1.2. Condiciones óptimas de empleo del microscopio metalográfico.

La calidad de la imagen dada por el microscopio depende de un cierto número de factores entre los cuales citaremos:

- El ajuste de la fuente luminosa y del condensador.
- El ajuste del iluminador.
- La apertura numérica del objetivo.
- El color del filtro interpuesto en el tren iluminador.
- La estabilidad mecánica del conjunto del microscopio (comprendida la cámara fotográfica).
- La limpieza de las superficies ópticas. (Notablemente de la pupila de entrada del iluminador y de la lentilla frontal del objetivo).

II.1.2.a Ajuste de la fuente luminosa y del condensador.

La fuente luminosa, constituida por el filamento de una lámpara de bajo voltaje, por un arco (lámpara a vapor de zirconio) o por una descarga en vapor de mercurio, debe ser tan puntual como sea posible. La lámpara está colocada de tal manera que el haz proveniente de la fuente luminosa y del espejo cóncavo reflector aparecen confundidos a la salida del condensador. En el caso de la iluminación en fondo claro, las lentillas del condensador están ajustadas para que la imagen de la fuente se forme en el centro de la pupila de entrada del iluminador. En el caso de la iluminación en fondo oscuro, el reglado corresponde a la iluminación de toda la superficie de la pupila de entrada.

II.1.2.b Ajuste del iluminador.

Según la figura 67, se ve que los diferentes ajustes posibles son, en el orden de ejecución:

- Ajuste de la apertura del diafragma de campo y la puesta a punto de la imagen de este diafragma en el plano de la superficie examinada. La función de este diafragma es delimitar los rayos marginales difusos. Su acción es bien visible sobre las figuras 68, 69 y 70, y el ajuste óptimo corresponde a

la desaparición del contorno del diafragma en el límite de la imagen observada.

- El ajuste del diafragma de luminosidad -o diafragma de apertura- (el más cercano a la pupila de entrada del iluminador). El rol de este diafragma es limitar la cantidad de luz que entra en el iluminador y su imagen se encuentra localizada al nivel de la lentilla de entrada del objetivo. Es pues necesario ajustar exactamente la apertura del diafragma de luminosidad.
- Si el diafragma está demasiado abierto se obtiene una imagen en la cual hay falta de definición. Los detalles aparecen enmascarados por una cantidad demasiado importante de luz difundida.
- Si el diafragma está demasiado cerrado, se disminuye la apertura propia del objetivo, lo que conduce a una imagen de débil resolución como consecuencia de la presencia de franjas de interferencia. Los efectos de la apertura del diafragma de luminosidad están indicados sobre las figuras 71 y 72.
- El ajuste óptimo de este diafragma depende de la apertura numérica del objetivo, hay que cerrarlo hasta el límite que corresponde a la aparición de las primeras franjas de interferencia y reabrirlo muy ligeramente.

II.1.2.c Influencia de la apertura numérica del objetivo.

Se sabe que en óptica la apertura numérica del objetivo está dada por la relación: $N = n \cdot \sin \mu$ en la cual n es el índice de refracción del medio existente entre superficie examinada y la lentilla frontal del objetivo, y μ es el medio ángulo del vértice del cono que tiene por base el diámetro de la lentilla frontal y por altura la distancia frontal.

El poder separador está dado por la fórmula

$$d(\mu) = \frac{\lambda(\mu)}{2n \sin \mu}$$

Las figuras 73, 74 y 75 muestran el efecto de la apertura numérica del objetivo sobre el poder separador.

II.1.2.d Función del filtro coloreado.

Los objetivos utilizados son generalmente apocromáticos corregidos para tres colores: el azul, el verde, y el rojo; siendo la aberración de esfericidad mínima para el azul y el verde (figs. 76 y 77). Se obtienen pues las mejores microfografías interponiendo un filtro verde y utilizando emulsiones pancromáticas (sensibles al verde).

II.1.2.e Otros factores importantes.

Evidentemente se requiere una buena estabilidad para los exámenes micrográficos, de tal manera que los microscopios deben estar montados sobre amortiguadores eficaces. En cuanto a la limpieza de la óptica, ella es evidentemente primordial: muchas fotografías verían mejoradas notablemente su calidad si el usuario del microscopio hubiera puesto más cuidado en limpiar perfectamente las lentes de su aparato.

II.1.3. Los métodos de exámenes particulares.

II.1.3.a La iluminación con luz oblicua.

En ciertos casos el contraste dado por los diferentes constituyentes de la estructura examinada es demasiado débil. Ese es, igualmente, el caso de pequeños desniveles de la superficie, tales como las líneas de deslizamiento que se distinguen mal en iluminación normal.

Para aumentar el contraste, se descentra la luz inclinando un pequeño ángulo el prisma con que cuenta para este fin el iluminador. El efecto producido es tá indicado sobre las figuras 78 y 79, y se hace notar especialmente la aparición de relieves sobre la imagen. No es necesario decir que los defectos de la superficie (rayas, puntos, etc.) aparecen más netamente marcados en luz oblicua.

II.1.3.b La iluminación con fondo oscuro.

Se utilizan objetivos especiales que poseen un reflector cóncavo en la montura exterior de las lentillas. La figura 80 ilustra el principio del método: un diafragma anular oculta el haz central y solamente los rayos marginales llegan a la probeta en incidencia rasante (es evidente que todos los diafragmas del iluminador deben estar abiertos al máximo y que el colector de la fuente luminosa debe estar regulado para que toda la pupila de entrada del iluminador aparezca iluminada).

De esta manera son únicamente los rayos luminosos difundidos por las asperezas de la superficie los que penetran en el objetivo y contribuyen a la formación de la imagen micrográfica.

II.1.3.c Utilización de la luz polarizada.

Interponiendo un polarizador en la trayectoria del haz incidente y un analizador en la del haz reflejado por la probeta, es posible revelar ciertos constituyentes que desvían el plano de polarización de la luz. Esta no es, sin embargo, la única utilización del microscopio polarizador.

Ejemplos de aplicación:

- Caso de un metal o de una aleación anisótropa. Materiales tales como Zn, Zr, U, Pu, tienen un sistema cristalino tal que las propiedades ópticas de los cristales no son idénticas en todas las direcciones de la red. Es posible entonces diferenciar los cristales constituyentes de un agregado por las diferencias de tonalidad que son función de la orientación de la red con respecto al plano de la superficie examinada. Las figuras 85 y 86 muestran una aleación Al-Pu sólo pulida electrolíticamente, y examinada entre nicoles cruzados. La figura 87 representa la superficie pulida de un policristal de Zn examinada entre nicoles cruzados.
- Caso de las capas superficiales epitáxicas. Ciertos materiales isótropos pueden ser recubiertos con un film de un compuesto anisótropo. Este film delgado puede presentar relaciones de orientación con el cristal subyacente lo que permite indirectamente poner en evidencia, por un examen en luz polarizada, las modificaciones de orientación de los cristales mismos. Veremos ejemplos de este fenómeno cuando estudiemos los reactivos micrográficos.

II.1.3.d El contraste de fase interferencial.

Muy frecuentemente, detalles finos de la estructura observada son difícilmente puestos en evidencia con la iluminación normal u oblicua. NOMARSKY, en 1952, puso a punto un dispositivo, cómodo, directamente utilizable con el microscopio metalográfico, provisto de polarizadores. El principio del contraste de fase interferencial a dos ondas polarizadas está esquematizado en la figura 88a(10).

Para tener una pequeña separación angular de los 2 haces coherentes se puede colocar, entre los 2 polarizadores cruzados, un doble prisma de cuarzo birrefringente, Fig. 88b. Uno de los prismas tiene su eje perpendicular al plano de la figura, el otro es paralelo a ese plano. La onda plana incidente está polarizada a 45° por el polarizador P1 y esta onda plana Σ_0 es desdoblada en dos ondas igualmente planas.

Una, la Σ_1 , está polarizada en el plano de la figura. La otra, Σ_2 , está polarizada en un plano perpendicular.

El diagrama de la figura 89 muestra como el polarizador P2 no permite dejar pasar más que los componentes paralelos de los rayos J1 y J2, a 90° del rayo incidente Jo.

Sólo los componentes J_1 y J_2 pueden interferir. Se realiza así un sistema de franjas localizadas en el centro del prisma. Estas franjas son de centro negro pues las amplitudes Σ_1 y Σ_2 son iguales y de signos opuestos en el centro del prisma, donde la diferencia de marcha de los rayos es nula (siendo iguales los espesores de Q1 y de Q2 en ese punto).

Con el objeto de poder usar una fuente luminosa de tamaño finito, es necesario compensar los trayectos ópticos, los que son cada vez más diferentes a medida que se apartan del centro del prisma. El montaje que realiza estas condiciones aparece en el esquema 90 y el ángulo α del prisma es pequeño, del orden de $45'$ para que $A_1 A_2 = d$ sea del orden del poder separador del instrumento.

Siendo la compensación de la diferencia de trayecto óptico de los dos rayos, ordinario y extraordinario

$$\Delta = 2h\alpha(n_e - n_o)$$

se encontrará automáticamente asegurada, pues un rayo a la altura $+h$ volverá a encontrar al prisma a la altura $-h$.

Aplicación de los exámenes con contraste interferencial

En este caso las franjas deben estar localizadas en el plano focal del objetivo y para obtener esto se emplea un biprisma especial. En el primer prisma, el eje cristalográfico es paralelo a una arista, y en el otro está fuertemente inclinado con respecto a sus caras, permaneciendo perpendicular a su arista (fig. 91).

Las imágenes son ligeramente desdobladas (dos veces el límite de resolución) y se obtiene el máximo de contraste con la ayuda de un prisma compensador (fig. 92), que colocado delante del analizador P2, permite variar la distancia normal entre las dos ondas imágenes Σ_1 y Σ_2 . El máximo de contraste se obtendrá ajustando la diferencia de marcha Δ de tal manera que ella sea igual a $2h$, siendo h la altura de la desnivelación observada.

La figura 93 indica entonces cuales son las imágenes obtenidas en contraste interferencial en el caso de diversos perfiles de superficie.

En cuanto a las figuras 94 a 96, ellas representan algunos aspectos observados con el dispositivo de contraste interferencial.

II.1.3.e El interferómetro a dos ondas polarizadas (franjas interferenciales no localizadas).

Gracias a esta técnica se pueden abordar problemas de metalografía cuantitativa (medida de desnivelaciones en la superficie de las probetas...)

Se opera entonces con un biprisma de Wollaston de ángulo más elevado ($\alpha = 29^\circ 45'$) que produce un fuerte desdoblamiento de las imágenes. Este prisma está ligeramente desplazado con respecto al plano focal del objetivo. En estas condiciones las franjas de interferencia son producidas en una dirección perpendicular a la del desdoblamiento.

Con luz blanca existe una franja negra central y el hecho que se trabaje por diferencia implica que esta franja retorna a la misma posición cada vez que los rayos ordinario y extraordinario alcanzan el objeto a un mismo nivel, cualquiera que este sea. Por el contrario, en cada zona de desdoblamiento, la franja central puede sufrir un desplazamiento, función de la altura del escalón que lo produce; este desplazamiento es debido al hecho que se agrega una diferencia de fase $\varphi_1 - \varphi_2$ en la zona de desdoblamiento.

Si "a" es el valor del desplazamiento, y si "l" es la distancia entre franjas (fig. 97), se tiene:

$$\frac{2\pi h}{\lambda} = \frac{a}{l} \pi \quad \text{de donde} \quad h = \frac{\lambda}{2} \frac{a}{l}$$

Conociendo la longitud de onda media λ de la luz blanca utilizada, se puede deducir h midiendo " a " y " l " sobre una micrografía. El único inconveniente eventual de este método reside en el hecho de que siendo las franjas normales a la dirección de desdoblamiento, es necesario un compromiso que obligue a orientar las franjas a aproximadamente 45° de la dirección del escalón a medir. La figura 98 es una aplicación al estudio de la altura de los escalones de una espiral de crecimiento en carborundum. El fuerte desplazamiento del centro de la espiral corresponde a un escalón de $0,110 \mu \pm 0,005 \mu$ - la figura 99, debido a MONDON (11) está extraída de un estudio sobre los desplazamientos de los límites de grano del Zn en el curso de ciclos térmicos. La interferometría permite aquí medir la altura del desplazamiento intergranular y conocer el cizallamiento en el plano del límite de grano.

Observaciones: Es posible, iluminando la preparación con luz monocromática, multiplicar el número de franjas utilizables. Se puede entonces mejorar la sensibilidad aumentando la distancia entre franjas, ya que para una altura de desnivel dado, el desplazamiento de la franja es proporcional a la distancia entre franjas. La distancia entre franjas puede ser modificada, sea haciendo variar λ , sea disminuyendo el ángulo del prisma birrefringente, pero en este último caso se disminuye el desdoblamiento de la imagen.

La figura 100 muestra los escalones sucesivos de una espiral de crecimiento con luz monocromática ($\lambda = 5500 \text{Å}$). La altura h es igual a

$$h = 2750 \text{Å} \frac{2,2 \text{ mm}}{13,9 \text{ mm}} = 440 \text{Å}$$

con un margen de error de $\pm 30 \text{Å}$ para la altura de cada escalón.

En resumen, el método interferométrico permite realizar "metalografía cuantitativa", pero puede también rendir en ensayos cualitativos preciosos servicios. Utilizando el método de interferencia de "rayo múltiple" se puede así reconstituir verdaderamente la topografía de una superficie

CAPITULO III

EXAMENES MICROGRAFICOS DE SUPERFICIE SIMPLEMENTE PULIDA

Gracias a las técnicas de pulido electrolítico que conducen a la obtención de superficies casi perfectas (libres de deformación y prácticamente exentas de film superficial), el examen de superficies simplemente pulidas puede dar información útil. Entre las aplicaciones principales en Metalografía citaremos:

- El examen de la cristalización de metales y aleaciones anisótropas (empleo de luz polarizada).
- El caso de las aleaciones polifásicas.
- La utilización de los fenómenos de pulido electrolítico selectivo (empleo de contraste de fase interferencial).
- El estudio de los procesos de deformación plástica de los metales y de aleaciones.

III.1. Estudio de la cristalización de los metales y de las aleaciones anisótropas.

Hemos mencionado ya en el párrafo II.1.3. c que la desviación del plano de polarización, por la superficie pulida de los materiales anisótropos es función de la orientación de los cristales con respecto al plano de la superficie examinada (Figs. 101 y 102). No volveremos sobre este problema pero señalaremos otra aplicación posible del examen en luz polarizada: la detección de inclusiones anisótropas. La presencia de tales inclusiones de origen endógeno puede ser perjudicial y nocivo para las propiedades del material. Su detección puede hacerse por examen entre nicols cruzados (Fig.103). En este caso particular es ventajoso operar sobre una superficie pulida mecánicamente de manera muy cuidadosa (al diamante), pues el pulido electrolítico o un ataque micrográfico corre el peligro de alterar la apariencia real de la inclusión como consecuencia de fenómenos electroquímicos en la interfase de la matriz y de la inclusión.

III.2. Examen de la estructura de aleaciones polifásicas.

Hay ciertos casos en que el examen de la superficie simplemente pulida mecánicamente permite precisar la estructura de una aleación; en efecto, cuando co-existen muchas fases y en los casos en que una de estas fases presenta propiedades ópticas o mecánicas bastante diferentes de las otras, el examen de la superficie pulida sin ataque es preferible (en este caso no existen los problemas de corrosiones preferenciales en la interfase entre fases). En el caso de la fig.104, los precipita-dos de cromo que son relativamente duros, se destacan muy bien de la matriz de solución sólida, rica en cobre (efecto de relieve debido a las diferencias de dureza y efecto de contraste debido a las diferencias de color intrínseco de las fases).

En cuanto a la fig.105, ella representa la superficie pulida mecánicamente de un compuesto Al-Al₂O₃ (SAP: Sintered Aluminium Powder) en el cual se obser-van fenómenos de sombreado debido a la gran diferencia de dureza entre el Al de base y los films de alúmina delgados, lo que permite localizar fácilmente a éstos últimos.

III.3. Utilización de los fenómenos electrolíticos selec-tivos.

Siendo la velocidad de disolución electrolítica dependiente de la composi-ción química local del material, se concibe que el examen de una superficie pulida electrolíticamente permita localizar zonas de segregación y en principio finos precipitados (pero en este último caso el tamaño de los constituyentes será exage-rado por el efecto de disolución preferencial interfacial).

Veamos algunos ejemplos típicos:

- Las figs.106 y 107 muestran bien el efecto de la heterogeneidad de compo-sición sobre la velocidad de disolución anódica en el curso del pulido elec-trolítico.
- La fig.108 representa los mismos precipitados de Al₃Fe y de Al-Fe-Si re-partidos en los límites de los granos y en los planos (100) de cristales ba-sálticos de aluminio (de 99,5% de pureza) enfriado rápidamente desde el estado líquido (se notará la ausencia de precipitados en los límites en posi-ción de maclas).
- Por último, la fig.109 es un caso particular donde la disolución electrolíti

ca está afectada por la orientación de los cristales con respecto al plano de la superficie pulida.

III.4. Utilización del pulido electrolítico para el estudio micrográfico de los procesos de deformación plástica.

III.4.1. Cristalografía.

Los metales son cuerpos cristalizados, los cristales son definidos por un motivo elemental de arreglo de átomos llamado malla, o celda elemental. Los sistemas cristalinos se diferencian por una parte, por la forma de la malla elemental, y por otra, por la disposición de los átomos en esta malla.

III.4.1.a Los diferentes sistemas cristalinos.

Los principales sistemas cristalinos que interesan al metalurgista son representados en las figs. 110, 111 y 112. Entre los otros sistemas, sólo el ortorrómbico y el sistema cuadrático presentan cierto interés (el U es ortorrómbico y el estaño blanco es cuadrático). Estando los átomos dispuestos en el espacio según ciertas direcciones cristalográficas y arreglados según ciertos planos reticulares, es importante conocer para cada estructura los planos de las direcciones más densas utilizando para ello los índices de MILLER. La notación de MILLER aparece en la fig. 113, para los cristales cúbicos, y en la fig. 114 para los cristales hexagonales compactos.

III.4.1.b Los diferentes modos de deformación plástica de los metales.

El deslizamiento

Es el modo de deformación más corriente. Los cristales se deforman por deslizamiento de planos reticulares densos en una dirección bien definida

e igualmente densa (fig. 115). Los planos de deslizamiento y las direcciones de deslizamiento de las principales estructuras son:

Sistema cúbico de caras centradas (Al, Ag, Cu, Ni, Fe γ)

$\{111\}$ (4 planos)
 $\langle 110 \rangle$ (3 direcciones por plano)

Sistema cúbico de cuerpo centrado (Mo, Fe α , W, latón β)

Plano no definido ($\{110\}$, $\{112\}$, $\{123\}$)
 $\langle 111 \rangle$

Sistema hexagonal compacto (Cd, Zn, Mg, Ti, Be, Zr)

(0001) o (10 $\bar{1}$ 0)
 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$

Sistema ortorrómbico (U α)

(010) y también (110) (011) (001)
 $[100]$

La ley de SCHMID

Los planos de deslizamiento no pueden entrar en acción salvo que se produzca un cierto efecto de cizalla en este plano en el curso de la deformación. Existe pues una tensión crítica de "slip" característica del metal y del estado de tensión inicial de la red cristalina. En el caso de una tracción simple, la fig. 116 indica que el deslizamiento se produce sobre un plano dado, cuando la tensión F/S_0 aplicada a una sección recta de la probeta es tal que (fig. 117):

$$\sigma_0 = \frac{F}{S_0} = \frac{\tau_0}{\sin \chi_0 \cos \lambda_0}$$

τ_0 = tensión crítica de "slip"

χ_0 = ángulo del plano de deslizamiento con el eje de tracción

λ_0 = ángulo de la dirección de deslizamiento con el eje de tracción.

Cuando la estructura cristalina es tal que existen varias posibilidades de deslizamiento, el plano para el cual la tensión de corte reducida a dicho plano es máxima, será el que va a sufrir el deslizamiento (plano cuyo ángulo con el eje de tracción sea próximo a 45°), y la dirección de deslizamiento que tiene el ángulo más próximo a 45° con el eje de tracción será la dirección activa (el producto $\sin \chi \cdot \cos \lambda$ es máximo).

El maclado

Se dice que dos cristales se encuentran en posición de maclas si, en una parte y en otra del plano común de unión (plano de maclas) subsiste una red común que posea una malla múltiple de aquella que le es propia (fig. 118). Ciertos cristales presentan este fenómeno y es necesario tener cuidado del hecho que las maclas no son características de un estado deformado. Existen, en efecto, dos procesos de formación de maclas:

- 1) El maclado se produce en el curso mismo de la cristalización del

metal (maclas de recocido).

- 2) Las maclas aparecen y se desarrollan durante la deformación plástica (maclas de deformación).

En el caso de la deformación por maclado, los átomos deben sobrepasar una barrera de energía, y se concibe que exista una tensión crítica de maclado. Esta tensión crítica es generalmente bastante grande, de allí que las maclas se desarrollen mejor generalmente a baja temperatura y en cristales para los cuales el deslizamiento es difícil. Así los metales de estructura cúbica de caras centradas no presentan maclas de deformación salvo a muy bajas temperaturas, mientras que los metales hexagonales (Zn, Zr, Ti), cuadráticos (Sn) ó romboédricos (U) se maclan por deformación a la temperatura ambiente.

La macla de deformación está caracterizada (fig.119) por un plano K_1 que conserva su forma y su posición en el curso de la deformación (plano de maclas), por una dirección de cizallamiento η y por un plano K_2 , perpendicular a la dirección de cizallamiento y que permanece sin distorsión luego de la deformación (posición inicial K_2 , posición final K_2'). Según las estructuras cristalinas, los elementos de maclado son los siguientes (fig.120):

Sistema cúbico de caras centradas (Cu, Ag, Ni a baja temperatura)

$$K_1 = \{111\} \quad \eta_1 = \langle 112 \rangle$$

Sistema cúbico centrado (Fe, en frío o por choque)

$$K_1 = \{112\} \quad \eta_1 = \langle 111 \rangle$$

Sistema hexagonal compacto (Cd, Zn, Co, Ti, Mg, Be, tracción paralela al plano basal)

$$K_1 = \{10\bar{T}_2\} \quad \eta: \langle 10T_1 \rangle$$

Ortorrómico (U)

$$\begin{array}{l} K_1 = (130) \quad \delta \quad (172) \\ \eta_1 = [\bar{3}10] \quad \delta \quad [3\bar{1}2] \end{array}$$

III.4.2. Observación micrográfica de los mecanismos de deformación.

III.4.2.a Las líneas de deslizamiento.

La intersección de los planos de deslizamiento activos con la superficie es, en general, visible en forma de líneas finas observables con microscopio óptico. Pero es necesario decir que la preparación de la superficie con el objeto de observar deslizamientos no debe ser efectuada, sino por pulido electrofítico con exclusión de todo pulido metálico.

La teoría de las dislocaciones permite, por otra parte, explicar porqué el deslizamiento se localiza sobre ciertos planos privilegiados que deslizan una cantidad suficiente, para que el escalón creado sea visible aún con el microscopio óptico.

Los fenómenos de deslizamiento dependen no solamente de los sistemas de tensiones impuestas al material, sino también de la estructura cristalina del metal en la cual distinguiremos:

- α - El caso de los metales y aleaciones cúbicas de cara centrada, caracterizados por deslizamiento rectilíneo o frecuentemente repartidos según varios sistemas (4 como máximo) cuando la deformación tiene lugar a la temperatura ambiente.
Así por ejemplo las figs. 121 y 122 muestran dos aspectos de deslizamientos observados sobre monocristales de aluminio deformados 5%.
A partir de un cierto alargamiento se ven, por otra parte, desarrollarse heterogeneidades de deformación:
- Deslizamientos desviados (fig. 123)
 - Las bandas de deslizamiento secundarias (fig. 124)
 - Las bandas de deslizamiento múltiples (fig. 125)
 - Los pliegues (fig. 126 y 127)
- β - El caso de los metales cúbicos centrados, caracterizado por los deslizamientos sinuosos (cuando la deformación tiene lugar a la temperatura ambiente), y repartidos según uno o dos sistemas solamente, como lo indica la fig. 118.
- γ - El caso de las aleaciones cúbicas centradas (latón β o Fe-Si). Como consecuencia de la presencia de átomos extraños en la red de base cúbica centrada (solución sólida de sustitución), los deslizamientos se hacen rectilíneos (fig. 129).
- δ - El caso de los metales y aleaciones hexagonales. Siendo generalmente las posibilidades de deslizamiento bastante restringidas (un sólo plano de deslizamiento si la relación C/a de la malla es mayor que 1,633) las líneas de deslizamiento son rectas y pertenecen a un sólo sistema en un cristal dado (fig. 130). Cuando la relación C/a es próxima a 1,633 (caso del magnesio y del titanio), pueden aparecer deslizamientos desviados ya que éstos son posibles sobre planos piramidales o prismáticos de la estructura (figs. 131 y 132).
- ϵ - El caso de los metales de otras estructuras. Teniendo en cuenta el pequeño número de elementos de simetría, las posibilidades de deslizamiento están limitadas. En el caso del Uranio α , por ejemplo,

se nota un solo plano principal (010) y una sola dirección de deslizamiento $[100]$.

Frecuentemente intervienen pliegues para acomodar la deformación. Estos pliegues se encuentran en planos vecinos al (100) y en consecuencias normales a la dirección de deslizamiento (fig. 133).

III.4.2.b Las maclas de deformación.

En las estructuras cúbicas, las maclas de deformación no se desarrollan sino en condiciones particulares (choque o tracción a baja temperatura). A título de ejemplo las figs. 134 y 135 muestran maclas aparecidas en el curso de la deformación del hierro a -195°C .

En las estructuras hexagonales u ortorrómbicas el maclado frecuente es un proceso de acomodación de la deformación, necesaria en el caso de los policristales para compensar el número restringido de sistemas de deslizamiento. La fig. 136 representa un policristal deformado por tracción a temperatura ambiente, y la fig. 137 muestra un monocristal de uranio Δ luego de la deformación a 20°C , (no confundir las finas maclas inclinadas a 45° con líneas de deslizamiento gruesas; el deslizamiento es perceptible bajo forma de muy finas líneas verticales).

III.4.2.c Casos particulares de las transformaciones que producen modificaciones del perfil de la superficie.

Además de los deslizamientos y de las maclas mecánicas hay otras causas de modificación del perfil de la superficie. Citaremos entre estas causas:

- Δ - La transformación martensítica. Cuando un acero fuertemente cargado de níquel, por ejemplo, es llevado a alta temperatura, toma estructura austenítica cúbica de caras centradas. En el curso del enfriamiento rápido posterior es posible mantener en estado de equilibrio metastable una estructura austenítica γ aún a una temperatura ambiente. La probeta austenítica es pulida con precaución y luego enfriada a una temperatura inferior a la que corresponde al umbral de aparición de la martensita. Existe entonces, una transformación parcial de la estructura que pasa del sistema cúbico de caras centradas al sistema

cúbico centrado. Esta transformación se efectúa con una variación de volumen (el sistema cúbico centrado es menos compacto) y el aumento de volumen tiene repercusión sobre el perfil de la superficie. La fig.138 muestra esta superficie examinada con luz oblicua y se puede percibir netamente la estructura en agujas de la martensita.

β -

La migración de sub-límites durante el curso de ensayos de "Creep". Los cristales presentan siempre defectos de estructura y, entre estos defectos, las dislocaciones juegan un rol importante. Nosotros no nos entretendremos aquí en los detalles de la teoría de las dislocaciones, pero es necesario tener presente ciertas nociones elementales.

- Aproximación a la teoría de las dislocaciones. Existen muchos tipos de dislocaciones, siendo la más simple la dislocación de borde o dislocación de TAYLOR (12). La fig.139 muestra como se puede esquematizar la dislocación de borde, defecto lineal que resulta de la introducción de un semiplano reticular suplementario (gris) en una parte del cristal. La línea de dislocación que atraviesa el plano de la figura en L, está siempre contenido en un plano atómico denso (plano $\{111\}$ de la estructura cúbica de caras centradas, por ejemplo), y el defecto está caracterizado por un vector de traslación llamado vector de BURGERS (13). La fig.140 indica cómo una dislocación de borde puede moverse en un plano de deslizamiento por efectos de una débil tensión de corte sobre ese plano y sin ocasionar un profundo rearrreglo de la repartición de los átomos de la red; el deslizamiento de una dislocación en un plano contenido en el vector de BURGERS de esta dislocación es un movimiento "conservativo" que no exige ningún transporte de material. La fig.141 representa el cizallamiento de un cristal resultante del deslizamiento de una dislocación de borde cuando esta ha "barrido" todo su plano de deslizamiento. Una línea de dislocación introduce deformaciones discontinuas en el cristal: como consecuencia, existe un campo de tensiones en la vecindad inmediata de la dislocación (la zona situada inmediatamente por encima de la dislocación es una zona de compresión, y aquella que está inmediatamente por debajo, una zona en extensión. Ver fig.142). La presencia de estas tensiones explica ciertas propiedades esenciales de las dislocaciones, notablemente:

Su interacción con las dislocaciones vecinas.

Su interacción con los otros defectos puntuales de la red (átomos extraños en inserción o sustitución, vacancias).

- Interacción de las dislocaciones. Cuando dos líneas de dislocaciones del mismo signo están situadas en el mismo plano de deslizamiento, ellas se rechazan (fig.143); si estas dislocaciones son de signos contrarios se atraen y se anulan (fig.143 bis). Si dislocaciones del mismo signo están ubicadas en planos de deslizamiento vecinos, existe una con

figuración correspondiente a un mínimo de energía de distorsión de la red. Esta configuración en la cual las líneas de dislocación de borde se ubican las unas por encima de las otras es llamada "sublímite" o "pared de dislocaciones". La formación de un tal "sublímite" corresponde al fenómeno de "poligonización" descrito por CAHN en 1949 (14). Está claro (fig. 144) que la presencia de una pared de dislocaciones introduce una desorientación débil entre las dos partes del cristal situadas a un lado y otro del sublímite. Esta desorientación es tal que $\theta = \frac{b}{d}$, si b es el vector de BURGERS de una de las dislocaciones y, si d es la distancia media entre dos dislocaciones vecinas.

- Aplicación al caso de la migración del sublímite. Si se somete una probeta de aluminio pulido electrofóticamente a la acción de una tensión a temperatura elevada ("creep") se pueden observar sobre la superficie desniveles visibles mediante luz oblicua (fig. 145). Un examen atento permite mostrar que estos desniveles corresponden a zonas de migración de las paredes de dislocaciones y el esquema 146 explica el fenómeno.

- γ - La fusión de límites de granos. Si una probeta previamente pulida es llevada a una temperatura muy próxima a la temperatura de fusión del material, se puede observar una fusión preferencial de los límites intergranulares. Del hecho de la presencia de numerosos defectos y de la segregación de átomos de impurezas al nivel de los límites de grano, la temperatura de fusión de estos límites es entonces algo inferior a la de la matriz que lo rodea. La fusión preferencial provoca un hundimiento local de la superficie, bien visible en la figura 147.

CAPITULO IV

UTILIZACION DE LOS REACTIVOS QUIMICOS PARA LA PUESTA EN EVIDENCIA DE ESTRUCTURAS

En la mayoría de los casos el examen de las superficies simplemente pulidas no permite distinguir los diferentes elementos de la estructura (ausencia de coloración intrínseca particular de los constituyentes, ausencia de relieve en los límites de las interfases, constituyentes isótopos, etc.)

Es necesario entonces recurrir a reactivos más o menos selectivos capaces de revelar los diferentes elementos de la estructura. Entre esos reactivos distinguiremos:

- Los reactivos corrosivos.
- Los reactivos colorantes.
- Los ataques electrolíticos con el caso particular del potencióstato.

IV.1. Los reactivos corrosivos.

Estos reactivos son muy empleados. Su composición se origina generalmente en recetas perfectamente empíricas. Su acción puede ejercitarse por diversos medios:

- Sea que la intensidad de la corrosión varíe con la orientación relativa de los cristales con respecto a la superficie.
- Sea que corroen uniformemente y selectivamente uno de los constituyentes de la estructura.
- Sea que se revelan sensibles a las variaciones locales de composición química y que ataquen preferencialmente las zonas enriquecidas en una o varias impurezas (o elementos de aleación).
- Sea que provocan la aparición de figuras de corrosión.

IV.1.1. Reactivos sensibles a la orientación cristalina.

En un metal puro o en una aleación con una sola fase, la estructura puede hacerse visible por el ataque de los límites de grano, o de la superficie de los granos.

Ataque de los límites de grano

Es debido al hecho que los límites resisten menos a la acción de los reactivos corrosivos como consecuencia de la acumulación de defectos al nivel de los límites intergranulares. Por otra parte, la segregación de ciertos elementos extraños (impurezas o elementos de aleación) en los límites, crea un factor electroquímico favorable a una corrosión preferencial del límite o de las regiones inmediatamente vecinas.

Ataque de la superficie de los cristales

Las diferencias de tono que aparecen entre cristales vecinos son debidas al hecho que la corrosión es función de la orientación de los cristales con respecto al plano de pulido inicial. Los escalones formados sobre la superficie atacada tienen una dirección, en consecuencia un poder reflejante, que depende de esta orientación. El esquema de la fig.148 explica este efecto, y las figs. 149 y 150 ilustran el fenómeno.

IV.1.2. Reactivos selectivos corrosivos preferenciales de una fase o agregado.

Las aplicaciones son múltiples y los reactivos muy numerosos son igualmente adaptados a casos particulares. Tomaremos como ejemplo el ataque de los aceros al carbono, recocidos, en los cuales coexisten dos fases: la cementita (carburo de hierro) y la ferrita (solución sólida de C en el hierro cúbico centrado). Los reactivos utilizados ("nital" o "picral", ver tabla de los reactivos) no colorean ni la ferrita ni la cementita, sin embargo, el agregado eutectoide se presenta bajo la forma de líneas más o menos sinuosas alternativamente claras y oscuras (figs. 151 y 152). De hecho, los reactivos atacan preferencialmente la ferrita y las bandas oscuras corresponden a zonas donde la luz incidente es desviada por la inclinación de la superficie de la ferrita atacada (esquema 153).

Caso particular de las fases finamente dispersas

Cuando una de las fases se encuentra en estado de fino precipitado submicroscópico el reactivo de ataque provoca la formación de una superficie

muy finamente grabada y prácticamente privada de poder reflector. Estas zonas corroídas aparecerán entonces en negro en la superficie, en otras partes claras, de la probeta. Aquí, por ejemplo, podemos citar el caso de la descomposición de la martensita de los aceros por un calentamiento de algunos minutos a 200-250° C. Se sabe que la martensita proviene de la transformación brutal de la austenita (fase gama cúbica de caras centradas estable a altas temperaturas) a fase alfa (fase cúbica centrada estable a bajas temperaturas). Esta fase alfa que toma nacimiento por plaquetas enteras en el seno de la austenita tiene la misma composición que la fase gama que le da origen (la transformación martensítica no implica el proceso de germinación y de crecimiento). Resulta de esto una sobresaturación de la red en elementos de aleación, notablemente C, sobresaturación que conduce a la formación de una malla cuadrática metastable. En el curso de un calentamiento a una temperatura moderada, la martensita eyecta su C en exceso bajo forma de fino precipitado de carburo hexagonal. En este estado la martensita descompuesta es muy atacable y los reactivos como el nital la hacen aparecer en negro sobre la preparación (figs. 153 y 154).

IV.1.3. Reactivos sensibles a las variaciones locales de composición química.

Parece normal que ciertos reactivos sean sensibles a las variaciones locales de composición química y el ataque intergranular preferencial, ya mencionado, es un ejemplo. Ensayos debidos a MONTARIOL (14) y efectuados sobre aluminios de alta pureza han mostrado que el rol de las impurezas segregadas en los límites de grano es el factor determinante de la corrosión intergranular: en los aluminios más puros, sólo la corrosión intergranular subsiste en el curso de un ataque en el ácido clorhídrico al 10% (no se constata, por otra parte, ninguna corrosión de la superficie de los cristales), y sólo los límites de grano de débil energía, los límites de macla por ejemplo, permanecen inatacados puesto que poseen poca actividad con respecto a las impurezas de la matriz que los rodea (fig. 155).

Se puede también asimilar a un efecto del mismo tipo el ataque intergranular preferencial de los aceros níquel-cromo 18-10, sensibilizados por un calentamiento entre 700 y 800° C, en el curso del cual el carburo de cromo Cr_{23}C_6 precipita en los límites de grano. El ataque preferencial tiene lugar en las zonas que rodean los precipitados, zonas fuertemente empobrecidas en cromo.

Existen, sin embargo, otras aplicaciones importantes de esta aptitud que tienen ciertos reactivos de ser sensibles a las variaciones locales de composición.

Se pueden mencionar, por ejemplo, el ataque por el "picral" (5% de ácido pícrico en el alcohol) que permite revelar los contornos de poligonización en el hierro Armco (fig.156). Es esencial hacer notar que este reactivo reacciona bien en este caso con las asociaciones "dislocaciones-impurezas" ya que un hierro perfectamente descarburizado por un calentamiento prolongado en atmósfera de hidrógeno seco, no presenta el fenómeno de ataque localizado en los sublímites. Una ligera carburización ulterior del mismo metal es necesaria para que el reactivo revele la subestructura existente.

IV.1.4. Reactivos que dan nacimiento a figuras de corrosión.

Estos son reactivos que poseen la propiedad de atacar las superficies pulidas únicamente en ciertos puntos privilegiados de esa superficie. De esto resulta la formación de figuras de contornos generalmente geométricos.

Es a OSMOND y CARTAUD (15) a quienes se debe, en 1905, las primeras observaciones de figuras de corrosión sobre el hierro, pero las observaciones más importantes no pudieron ser hechas hasta luego del advenimiento del pulido electrolítico. Los reactivos que dan figuras de corrosión son, en efecto, muy sensibles al estado de la superficie del material atacado.

LACOMBE y BEAUJARD en 1945 (16) pusieron a punto un reactivo de ataque del aluminio que daba figuras de corrosión poco numerosas y de grandes dimensiones. La forma geométrica de estos puntos de ataque es bastante curiosa, más aún teniendo en cuenta que esta forma depende de la orientación del cristal, con respecto al plano de la superficie atacada (fig.157). Se encontró así que las caras atacadas corresponden a planos $\{100\}$ del cristal de aluminio lo que permite conocer con una buena aproximación la orientación de un grano dado. La fig.158 indica bien las facies de las figuras de corrosión reveladas gracias a la presencia de las líneas de deslizamiento resultante de una débil deformación practicada luego del ataque de la superficie. Este método de ataque, por otra parte, ha permitido mostrar micrográficamente la fragmentación de los cristales en subgranos separados por paredes de dislocaciones.

La fig. 158b muestra la repartición de las figuras de corrosión sobre la superficie de un monocristal poligonizado.

IV.1.4.a Hipótesis sobre el origen de la localización de las figuras de corrosión.

Teniendo en cuenta que las figuras de corrosión se localizan preferentemente en los sublímites de poligonización, es lícito preguntar si las figuras de corrosión no toman simplemente nacimiento en los puntos de emergencia de líneas de dislocaciones en la superficie de la probeta (dislocaciones que cortan la superficie según un ángulo superior a $20-30^\circ$).

Esta idea es ciertamente válida en el caso de los cristales iónicos como el cloruro de litio estudiados por GILMAN (17) (figs. 159 y 160), y en el caso de los metales semiconductores como el silicio o el germanio (17)(figs 161). En los otros metales, la interpretación es más compleja, pues si las dislocaciones son necesarias para desarrollar las figuras de corrosión, otros factores intervienen para modificar el resultado del ataque. Entre estos factores se puede citar:

- La pureza del metal.
- La orientación de la cara cristalina atacada (caso del cobre) (19).
- La naturaleza o el estado de las impurezas.

Influencia de la pureza del metal y del estado de las impurezas presentes.

Se han realizado experiencias con la ayuda del aluminio con diversos tenores de impureza en hierro (de 1 ppm a 300 ppm). se han hallado los siguientes resultados:

- Por una parte, para un aluminio de pureza dada, el número de figuras formadas por unidad de superficie es variable según los tratamientos térmicos impuestos: un templado en agua a 0° , desde una temperatura de 630°C , conduce a una densidad mínima de figuras (fig. 162), y un enfriamiento en 2 minutos desde la misma temperatura elevada permite desarrollar un número máximo de figuras por cm^2 . Además, para una velocidad de enfriamiento dada, el número de las figuras por unidad de superficie es tanto menos importante cuanto menor es el tenor en hierro. (fig. 162).

Estas observaciones hacen pensar que las asociaciones "dislocaciones—impurezas" (se tiene la costumbre de llamar a este fenómeno: "decoración de dislocaciones") son necesarias para que el reactivo pueda dar nacimiento a las figuras de corrosión. Otro ensayo confirma esta hipótesis: una probeta de aluminio con 40 ppm de hierro es poligonizada, pulida electroquímicamente y atacada con un reactivo para figuras de corrosión (fig. 163). La misma probeta es, luego, llevada a 630°C , templada en agua, repulida y atacada: los sublímites han desaparecido micrográficamente (fig. 164). Un nuevo recocido a 630°C seguido de un enfriamiento lento en el aire permite, luego de un repulido y ataque, volver a encontrar los sublímites marcados por figuras de corrosión. Ciertos límites de grano de un tipo particular se com

portan, por otra parte, como los sublímites, es el caso de los límites en posición de macla aproximada que se puede describir como resultante de la superposición de un límite de macla verdadero y una pared de dislocación. Las figs. 166 a 168 muestran el comportamiento de un tal límite de macla aproximado, en relación con la velocidad de enfriamiento impuesta a la probeta.

Se puede pues decir que las figuras de corrosión toman nacimiento en el punto de emergencia de las líneas de dislocación en la superficie, a condición que estas dislocaciones estén decoradas por impurezas.

De esto se concluye que los aluminios muy puros serán difícilmente atacados por los reactivos de figuras de corrosión. Es por otra parte probable que, entre todas las impurezas usuales del aluminio, sólo la impureza hierro pueda jugar un rol importante aún con tenores muy bajos, del orden de 1/1.000.000. Esta "actividad" de la impureza hierro estaría ligada notablemente a la muy débil solubilidad de este elemento en la red del aluminio (0,06% o sea 600/1.000.000 a 650°C y 1 ppm solamente a 200°C aproximadamente).

Caso particular de los metales para los cuales el ataque no se produce más que sobre ciertas caras cristalinas.

Es, notablemente, el caso del cobre en el cual no se pueden formar figuras de corrosión, sino sobre caras cristalinas de bajo índice (100), (110), (111), exigiendo cada una de estas orientaciones un reactivo específico (21). Ha sido YOUNG quien ha puesto en evidencia, para el cobre, una relación entre las figuras de corrosión, los gérmenes de óxido formados por oxidación controlada, y las dislocaciones.

En este caso las impurezas no parecen ser necesarias y la formación de figuras de corrosión puede hacerse sobre las dislocaciones solas, sin decoración. Se puede así abordar estudios de número y de repartición de dislocaciones introducidas en el curso de la deformación plástica (figs. 169 y 170).

IV.1.4.b Ejemplos de aplicación de los reactivos que dan figuras de corrosión.

Hemos ya mencionado algunas aplicaciones de los reactivos sensibles a las dislocaciones no decoradas.

Otros reactivos son no menos interesantes y, en el caso del aluminio, se pueden citar las aplicaciones siguientes:

Estudio de los fenómenos de poligonización.

Con respecto a este estudio, el reactivo clásico de agua regia fluorada ha debido ser modificado con el fin de multiplicar el número de figuras de corrosión formadas por unidad de superficie. El agregado de un agente diluyente no ionizable ha permitido alcanzar este objeto y el diagrama de la figura 171 indica las composiciones de los reactivos que dan muy numerosas figuras de corrosión.

Las micrograffas 172 y 173 muestran una misma zona atacada con un reactivo que da grandes figuras, y con un reactivo de microfiguras. Se constata fácilmente una mejor definición aportada por éste último reactivo. Con tales reactivos sensibles, se hace posible seguir la evolución de la subestructura de poligonización en el curso de diversos tratamientos térmicos como los indican las figuras 174a y 174b, 175a y 175b.

Observación: En el caso de los aluminios muy puros, aún los reactivos de microfiguras se hacen poco sensibles. Es posible, sin embargo, acrecentar el número de microfiguras agregando al reactivo algunas ppm de diferentes cationes tales como Au^{+++} , Fe^{+++} , Cu^{++} . Las figuras 176 y 177 pertenecen a una misma zona atacada por un reactivo sin catión y un reactivo conteniendo 6 ppm de iones Au^{+++} ; el número de sublímites visibles ha aumentado fuertemente en el segundo caso.

Estudio de los límites de grano.

Siempre en el caso del aluminio, los reactivos que dan micro figuras de corrosión permiten poner en evidencia interacciones eventuales entre los límites de grano y las impurezas o los defectos de estructuras vecinas. Si se lleva una probeta a alta temperatura durante un tiempo suficiente para homogeneizar su estructura, y se la enfría a continuación, de modo de favorecer más o menos la formación de atmósferas de impurezas alrededor de las dislocaciones, efectuando un pulido seguido de un ataque con un reactivo de microfiguras, existe la posibilidad de observar lo siguiente:

- Existe a un lado y otro de gran número de límites de grano, una banda privada de figuras (fig.178).
- El espesor de esta banda depende de la velocidad de enfriamiento de la probeta: ella es más ancha a medida que el enfriamiento es más lento (figs.179 y 180).
- El espesor de esta banda empobrecida depende de la pureza del metal: cuanto más puro es el metal, mayor es el espesor de la banda (se sobreentiende que para una velocidad de enfriamiento dada).
- La banda es inexistente en ciertos límites particulares de débil energía, tales como los límites de macla (fig.181).

Se puede decir que los límites de grano tienen acción sobre la matriz cristalina que la rodea; los defectos de estructura, numerosos en los planos del límite de grano, ejercen una fuerte atracción con respecto a las imperfecciones que las rodean. Los límites de los granos "ordinarios" juegan

pues el rol de sumidero para las dislocaciones, las vacancias y las impurezas vecinas, mientras que los límites "coherentes" (tales como los límites de macla) poseen una reactividad débil o nula como consecuencia del pequeño número de defectos que comportan.

Es sin embargo difícil decir si en ciertos casos el empobrecimiento de impurezas es la causa verdadera de la presencia de la banda. Se puede -en efecto- imaginar una fuerte atracción del límite con respecto a las vacancias vecinas, pudiendo la falta de vacancias impedir la formación de atmósferas de impurezas alrededor de las dislocaciones que bordean el límite.

Estudio de las zonas de migración de los límites

En el curso de tratamientos térmicos se puede asistir a desplazamientos, algunas veces importantes, de las fronteras intergranulares.

Cuando la migración tiene lugar a una temperatura no muy elevada y el tiempo de mantenimiento a la temperatura máxima es bastante corto, se puede luego del enfriamiento pulir y atacar, y observar que la posición inicial del límite está marcada por una acumulación de figuras de corrosión (fig. 182). Este fenómeno deja suponer que ciertas imperfecciones contenidas en el plano del límite no lo ha seguido en su migración y han permanecido en el mismo lugar (notablemente las impurezas).

Cuando la migración tiene lugar a una temperatura bastante baja para que los fenómenos de precipitación entren en juego, la zona de migración misma aparece empobrecida en figuras de corrosión. Las figs. 183 y 184 muestran este fenómeno y el empleo del fondo oscuro es aquí muy útil para mostrar la pequeña densidad de figuras de corrosión en todas las secciones barridas por los límites de grano que migran.

Estudio de la deformación plástica

Un efecto muy interesante de la aplicación de los reactivos que dan figuras de corrosión es debido a CARRINGTON quien ha trabajado como LOW sobre la relación Fe-Si (22). Estos autores han estudiado en particular probetas débilmente deformadas de las cuales se sabe presentan el fenómeno de las bandas de "Piobert-Lüders". Se trata de una deformación heterogénea localizada que aparece al comienzo de la deformación plástica y que se traduce en una meseta sobre las curvas de tracción. Durante este período que corresponde a la invasión progresiva de la probeta por una o varias bandas de Piobert, la deformación plástica está únicamente localizada en la banda, permaneciendo el resto de la probeta no deformada. La fig. 185 muestra, luego de un pulido y un ataque con un reactivo de figuras de corrosión sensible a las dislocaciones "frescas" (es decir, introducidas por una deformación plástica reciente), que ciertos cristales permanecen no deformados plásticamente en la vecindad del frente de la banda de Piobert.

Observaciones relativas a la formación de figuras de corrosión sobre las líneas de deslizamiento del aluminio.

Hay que ser algunas veces prudente con respecto a la interpretación de los aspectos observados luego de un ataque con un reactivo que produce figuras de corrosión. Sea por ejemplo un aluminio con 40/1.000.000 de hierro, recocido durante 8 días a 620° C y luego pulido electrolíticamente.

Una débil deformación de la probeta hace aparecer algunas líneas de deslizamiento y si la superficie es inmediatamente atacada, se puede constatar la aparición de alineamientos locales de figuras de corrosión en el mismo lugar de los deslizamientos (figs. 186 y 187), pero todos los sistemas de deslizamiento no son interesados por este ataque preferencial (fig. 188).

No se trata de la percepción de las líneas de dislocación contenidas en los planos de deslizamiento como se podría pensar. En efecto, el experimento siguiente es bastante demostrativo a este respecto: una probeta es pulida electrolíticamente, deformada débilmente, repulida (para borrar las trazas de deslizamiento de la superficie) y atacada. Ningún alineamiento de figuras de ataque es ahora perceptible como lo indica la fig. 189. Sobre esta figura se ha deformado de nuevo la probeta luego del ataque para mostrar la traza de los deslizamientos activos. En este caso, es bien evidente que el reactivo utilizado es impotente para revelar las dislocaciones frescas introducidas en el curso de la deformación plástica. Los alineamientos constatados sobre las líneas de deslizamiento aparentes tienen otra causa:

- O bien la deformación ha creado defectos en la pequeña capa superficial,
- o bien los escalones debidos al deslizamiento producen un efecto micromagnético suficiente para localizar algunas figuras en ese lugar.

Aplicación al estudio de las estructuras de solidificación.

Se sabe que la solidificación de un metal o de una aleación procede a partir gérmenes, y que el sólido no tiene una composición homogénea si la velocidad de solidificación no es infinitamente lenta. La cristalización puede ser, por otra parte, dendrítica o basáltica, según el gradiente de temperatura impuesto a la probeta durante su enfriamiento.

Resulta del proceso mismo de la solidificación que el metal o la aleación poseerá necesariamente heterogeneidades de composición. La figura 190 muestra este fenómeno sobre una aleación Al-U con 0,08% U, enfriada rápidamente desde el estado líquido. Luego de un simple pulido electrolítico, se percibe una red celular rica en elemento de adición (y en impurezas), (hemos ya mencionado este efecto debido a un pulido selectivo).

El ataque con un reactivo que de figuras de corrosión muestra sin embargo que existe una zona enriquecida de elementos de adición en la vecindad de los verdaderos precipitados (fig. 191), y el examen fondo negro permite poner el fenómeno perfectamente en evidencia (fig. 192). A mayor aumento y en

fondo negro (fig.193) se constata un límite muy neto entre la zona corroída correspondiente a los espacios interdendríticos y los ejes de dendrita más puros, que no fueron atacados. Esto se ve confirmado por la fig.194 que muestra otro corte de la misma probeta: la cara examinada está a 90° de la precedente (en consecuencia paralela a los ejes de las dendritas) y se observan las bandas paralelas alternativamente corroídas (espacios interdendríticos) y no atacados (eje de las dendritas). Por fin, siempre sobre esta aleación Al-U con 0,08% de U, las micrograffas 195, fondo claro, y 196 de fondo oscuro, ilustran el efecto de la orientación cristalina sobre los resultados del ataque con reactivo de figuras de corrosión. Un límite de grano separa la micrografía en dos partes y el efecto de grabado al nivel de los espacios interdendríticos aparece invertido de una zona a la otra. En realidad, es el tamaño y la densidad de los puntos de ataque lo que diferencia un cristal del otro: las figuras de corrosión muy finas y juntas dan en efecto una superficie ligeramente corroída que difunde poco la luz y que aparece por este hecho poco atada.

Terminaremos estas observaciones sobre las estructuras de solidificación con el estudio de una gran dendrita observada en un pequeño lingote de aluminio conteniendo 140/ppm de hierro. Luego de un pulido electrolítico de la superficie, un ataque con un reactivo de microfiguras ha dado la imagen representada en la fig.197 (macrografía en fondo negro). A pesar de la debil cantidad de impurezas, el reactivo pone bien en evidencia las zonas donde ellos han segregado y la figura 198 muestra, con aumento más fuerte, una vista de la estructura, en la vecindad del eje principal de la dendrita. Pero el hecho, sin duda más importante, es perceptible en la frontera entre la dendrita principal y los cristales vecinos. En este nivel, en efecto, el reactivo revela zonas enriquecidas en impurezas que son las antiguas fronteras entre las dendritas en el momento del fin de la solidificación (figs. 199 y 200).

Los límites eran entonces muy atormentados y, en el curso del enfriamiento, ya en estado sólido, los límites se han desplazado, haciéndose más rectos con el objeto de disminuir su energía interfacial.

Sobre las micrograffas se perciben pues, simultáneamente, los límites entre granos en el momento de la solidificación y los límites actuales más rectilíneos.

IV.2. Los reactivos "colorantes".

Con esta denominación designaremos los reactivos que producen en la superficie de las probetas, capas delgadas coloreadas así como reactivos que provocan la aparición de una capa pequeña superficial no coloreada. En éste último ca-

so, fenómenos de interferencia o fenómenos de polarización pueden permitir la observación de coloraciones extremadamente vivas sobre la superficie metalográfica.

IV.2.1. Reactivos que dan capas delgadas coloreadas.

Un muy antiguo reactivo de este tipo que se utilizaba para el examen de los aceros es el citrato de sodio en ebullición. Gracias a este reactivo es posible colorear selectivamente los carburos contenidos en los aceros, notablemente el carburo de hierro (cementita) que es muy visible en las figuras 201 y 202.

No insistiremos sobre este tipo de reactivos, habiendo sido publicadas numerosas recetas (23) con el objeto de colorear selectivamente algún constituyente determinado.

IV.2.2. Reactivos que forman pequeñas capas delgadas epitáxicas.

Gracias al empleo del pulido electrolítico que permite conservar intacta la estructura superficial de las superficies pulidas, ha sido posible el desarrollo de los reactivos que dan capas epitáxicas más o menos espesas. Como consecuencia de las relaciones de epitaxia, las capas delgadas formadas tienen espesores variables que permiten revelar las variaciones de orientación cristalina o las anomalías de composición química del metal sub-yacente. Se puede comprender el gran interés que estos reactivos presentan: mientras que los ataques corrosivos no ponen en evidencia más que los límites de los granos (o de las fases) por ejemplo, se puede esperar, con la ayuda de las capas epitáxicas, adelantar un paso hacia una micrografía más cuantitativa (hemos visto que el ataque con reactivos que dan figuras de corrosión tendía hacia ese mismo objetivo)

Una de las particularidades de las capas epitáxicas es la de desarrollar en superficie intensas coloraciones. Se trata de colores de origen físico debidos a:

- Fenómenos de interferencia.
- Fenómenos de polarización.

IV.2.2.a Capas epitaxiales con colores de interferencia.

El método consiste en desarrollar sobre la superficie, por inmersión en un reactivo apropiado, capas muy delgadas. Esta película siendo epitaxial, posee un espesor que está determinado por la orientación cristalina del metal soporte (y, eventualmente, por su composición química). Cuando se ilumina con luz blanca y en incidencia normal en una superficie como ésta, cada elemento de la superficie aparece coloreada con un tono propio que depende del espesor de la capa delgada depositada. La coloración es debida a las interferencias formadas entre la luz reflejada por la superficie externa de la capa, y aquella reflejada por el soporte metálico sub-yacente.

La diferencia de marcha entre los dos haces, igual a $2ne$ (n = índice de refracción de la capa, e = espesor de la misma), es pues variable según la orientación del cristal soporte, ya que el espesor de esta capa depende de la orientación del soporte.

Habrà extinción cuando $2ne = K \frac{\lambda}{2}$ (con K : impar) e iluminando con luz blanca, las longitudes de onda extinguidas no son las mismas cuando e varía. Cuando e aumenta se pasa progresivamente del amarillo ($\lambda = 0,6 \mu$) al azul ($\lambda = 0,4 \mu$). En el caso del óxido sobre hierro se observarán los colores siguientes:

$e = 60 \text{ \AA}$	: amarillo claro
$110 \text{ \AA}$	: rosa claro
$140 \text{ \AA}$	: rosa violáceo
$200 \text{ \AA}$	: violeta
$300 \text{ \AA}$	: azul
$480 \text{ \AA}$	: azul verdoso

En función de la orientación del cristal con respecto al plano de la superficie, los espesores de capas de óxidos formadas van creciendo en el orden siguiente:

(110)	<	(321)	<	(111)	<	(100)
amarillo		rosa		violeta		azul

lo que concuerda con los resultados obtenidos por C. LIBANATI en el caso de la sulfuración del hierro por Azufre 35 S a 500°C.

Ejemplos de aplicación - Caso del aluminio y sus aleaciones.

Luego del pulido electrolítico, las probetas son atacadas en una solución acuosa conteniendo 4% de MnO_4K y 2% de NaOH (24). Se forma una capa delgada de óxido que da lugar a colores de interferencia sensibles a las variaciones de composición de la solución sólida. Por otra parte, cier-

tos constituyentes tales como el Al_3Fe , Al_3Ni son coloreados por el reactivo (Al_3Mg_2 , Al_3Cu , Mg_2Si , Al_6Mn , AlCr , Al_3Ti , no lo son).

Las micrograffas 203 a 210 muestran las estructuras de las aleaciones AlMn y AlMg enfriadas muy rápidamente luego del estado líquido (velocidad de enfriamiento de 25.000°C/seg) (25). Se observan muy claramente las redes de las dislocaciones estabilizadas en los planos (112) y (100). El contraste de los sub-límites está aquí ligado a fenómenos de segregación que provocan variaciones de espesores de la capa epitáxica.

Las micrograffas son de hecho cortes de prismas hexagonales cuyo eje es paralelo a una dirección $\langle 111 \rangle$ de los cristales. Se constata la existencia de espirales de crecimiento. En otro orden de ideas, CALVET (26) ha utilizado el mismo reactivo para estudiar el "light phenomenon" descrito por Miss GAYLER (27). Se trata aquí de una aleación RR-47 con 6% Cu, 0,25% Mn y 0,12% Ti (resistente al "creep"). Luego de un revenido de 50 días a 300°C se ve bien los cristales que crecen localmente a expensas de los cristales vecinos. Este "light phenomenon" aparece aquí en forma muy destacada (fig. 211).

Caso de las aleaciones ferrosas

Fue BEAUJEARD (18) quien primeramente utilizó los reactivos que dan capas delgadas de óxido con colores de interferencia para estudiar los aceros. Primero preconizó reactivos a base de hidróxido de sodio que contiene un elemento oxidante tal como el $\text{Cr}_2\text{O}_7\text{K}_2$ o NO_3Na . Pero su empleo presenta algunos inconvenientes por el hecho que el ataque tiene lugar durante la ebullición (riesgo de alteraciones de estructuras metastables y además peligro de una variación no controlada de la composición del reactivo como consecuencia de la evaporación).

El mismo autor ha pues adoptado un reactivo utilizable en frío (29): una solución de bisulfito de densidad 1,32 diluida en 50% de agua. La capa delgada de sulfuro formada es epitáxica y presenta colores de interferencia (fig. 212a). Este reactivo es muy sensible a las heterogeneidades físicas ligadas a la deformación del material así como a heterogeneidades de composición química como lo muestra la fig. 212b, relativa a una probeta de acero obtenida en un convertidor Thomas. Otro aspecto de interés del reactivo precedente ya ha sido señalado por VILLELA; según este autor, permite diferenciar la ferrita de la martensita poco cargada en carbono a condición de hacer preceder la inmersión en bisulfito por un corto ataque en una solución saturada de ácido pírico en alcohol.

Caso de las aleaciones de uranio y de las aleaciones nucleares.

Entre los reactivos que forman capas epitáxicas y que se utilizan para el examen de las aleaciones de uranio, MONTI recomienda notablemente la inmersión de las probetas durante dos a tres minutos en una solución de fosfato de sodio hirviendo (Fig. 213).

IV.2.2.b Capas epitáxicas examinadas en luz polarizada.

Se ha visto que los cristales de materiales anisótropos iluminados con luz polarizada (polarización plana) podían dar lugar a modificaciones en la luz reflejada:

- Sea que la superficie haga girar el plano de polarización (caso del estaño cuadrático o del plutonio monoclinico),
- sea que la luz polarizada plana es transformada en luz polarizada elíptica (caso de Zn hexagonal).

Pero además el microscopio polarizador puede producir fenómenos de coloraciones en el caso de un metal isótropo recubierto de una película de un compuesto anisótropo. Si la capa es espesa y anisótropa, se observan fenómenos idénticos a los producidos por los materiales anisótropos.

Para transformar en colores vivos los grises y los negros obtenidos entre nicoles cruzados, es suficiente intercalar entre los polarizadores una lámina llamada "de tinta sensible". Es una lámina de cuarzo birrefringente de caras paralelas, tallada paralelamente al eje óptico y cuyo espesor es tal que la diferencia de camino entre los rayos ordinarios y extraordinarios sea igual a una longitud de onda λ del medio del espectro visible (color verde). Esta lámina "de tinta sensible" estando colocada a 45° de los planos de polarización de los nicoles, extinguirá completamente a la luz longitud de onda λ , y las otras aparecerán parcialmente extinguidas según su grado de elipticidad.

Si la capa es a la vez transparente y birrefringente, siendo variable el espesor del film superficial, aportará modificaciones más o menos importantes al grado de elipticidad de luz polarizada reflejada. Resultarán, en consecuencia, contrastes de tonos entre los cristales de orientación diferente del metal subyacente. Hay que notar que la birrefringencia de una película superficial puede ser debida no solamente a su estructura cristalina anisótropa sino también a la presencia de microporos cuya forma y dimensiones determinan una birrefringencia "de forma".

Ejemplos de aplicación - Caso del cobre

JACQUET ha sido el primero en utilizar la formación de películas coloreadas para el estudio del cobre OFHC (inmersión de las probetas en sulfuro de amonio muy diluido). LACOMBE y MOUFLARD (30) han obtenido el máximo partido del método examinando la superficie sulfurada en luz polarizada. Las figs. 214 y 215 muestran muy claramente las maclas en el cobre, examinadas con o sin luz polarizada (con interposición de una lámina de tinta sensible).

Es útil señalar un interés muy particular del método de examen en luz polarizada. Si en dos cristales se presenta un mismo plano cristalográfico en el plano de la superficie (un plano $\{100\}$ por ejemplo): esos dos cristales tendrán el mismo tono en luz blanca normal, pero si tienen un eje cristalográfico orientado según dos direcciones diferentes (un eje $\langle 110 \rangle$) con luz polarizada, por el contrario sólo las zonas de orientación rigurosamente semejantes poseerán -para cada posición de la probeta que gira, con respecto a los nicoles cruzados- una coloración idéntica.

Caso de las aleaciones nucleares.

Capas bastante espesas de óxido, epitáxicas, pueden ser desarrolladas sobre probetas de plutonio alfa monoclinico. MONTI (31) preconiza el modo de operación siguiente:

Pulido electrolítico en un baño conteniendo: 50 cc de PO_4H_3 ($d=1,71$) 50 cm^3 de dietilenglicol, con una tensión de 5V y con una densidad de corriente de 50mA/ cm^2 . Luego del pulido se deposita sobre la superficie pulida algunas gotas de H_2O_2 a 110 volúmenes para formar una capa de óxido epitáxico. El examen en luz polarizada, estando los nicoles casi cruzados, permite diferenciar los granos muy vivamente coloreados.

IV.3. Los ataques electrolíticos.

Los reactivos de ataque químico observados hasta el presente producen efectos de corrosión o forman depósitos más o menos selectivos ligados frecuentemente a la formación de pilas locales al nivel de la superficie atacada. Se puede, pues, pensar que aplicando una cierta diferencia de potencial a la probeta sumergida en el reactivo se puede obtener un dosaje más flexible del ataque micrográfico y se puede, aún, hacer que los ataques sean más selectivos y más reproducibles. Es efectivamente lo que se ha podido constatar y daremos algunos ejemplos.

IV.3.1. Ataque preferencial de los límites de grano.

Una de las aplicaciones más significativas del ataque electrolítico intergranular es el que trata el estudio de la susceptibilidad de ciertos aceros inoxidables a la corrosión intercrystalina. Se sabe en efecto que ciertos tratamientos térmicos

cos a temperaturas comprendidas entre 450 y 950°C hacen perder a estos aceros su característica de inoxidable. Los reactivos electrolíticos utilizados para este estudio pueden ser repartidos en dos grupos:

- El ácido nítrico diluido que produce sobre los estados sensibilizados un ataque intergranular en forma de surco, aún cuando no se constata la presencia de un precipitado en el lugar mismo de los límites de grano.
- Los otros reactivos (ácidos crómico, oxálico, tartárico, cítrico, sulfúrico, sulfato férrico o cianuro de sodio) que revelan los precipitados de los carburos, de ferrita δ o de fase sigma (fig. 216).

IV.3.2. Formación de figuras de corrosión.

Con el objeto de localizar las dislocaciones en la superficie de los cristales, numerosos autores han intentado producir figuras de corrosión de una manera más controlable que por una simple inmersión en un reactivo químico. Se puede esperar, controlando cuidadosamente las condiciones de electrólisis, obtener una relación exacta entre el número de dislocaciones presentes y el de las figuras de corrosión observadas. En ese orden de ideas DUNN (32) ha estudiado, por ataque electrolítico, la repartición de las dislocaciones en los planos de deslizamiento de aleaciones ferríticas Fe-Si (figs. 217 y 218). Ha podido también poner en evidencia los movimientos de dislocaciones provocados por los tratamientos de recocido en aleaciones previamente deformadas (notablemente ha estudiado los fenómenos de poligonización). Las figuras 219, 220 y 221 muestran micrografías de la aleación Fe-Si deformado y recocido.

Para el estudio de la deformación plástica del latón alfa 65-35, JACQUET (33) ha utilizado un método un poco particular. Primeramente ha pulido electrolíticamente las probetas deformadas y recocidas y luego las ha atacado anódicamente en una solución de hiposulfito de 0,2% durante 60 segundos con una densidad de corriente de 1,5 A/cm². En estas condiciones se forma una capa de sulfuro epítaxial que es disuelta por una inmersión muy breve (1 segundo) en el ácido clorhídrico concentrado. Un examen de la superficie (fig. 222) muestra entonces una acumulación preferencial de las figuras de ataque en las zonas ricas en dislocaciones, en consecuencia finamente poligonizadas.

En el estado simplemente deformado, el mismo autor ha podido así poner en evidencia apilamientos de dislocaciones en ciertos planos de deslizamiento (fig. 222b).

IV.3.3. El grabado electrolítico.

Por último, señalaremos una aplicación interesante de los ataques electrolíticos que dan nacimiento a figuras de corrosión muy apretadas, lo que conduce a un grabado muy fino de la superficie atacada.

Caso del cobre

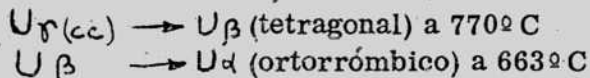
Es también a JACQUET que se debe este método. Luego del pulido electrolítico de la probeta en un baño fosfórico y sin sacar el espécimen del baño, se corta la corriente de electrólisis y se cortocircuita inmediatamente los electrodos. Como consecuencia de fenómenos de polarización en el nivel de la probeta (debido a la presencia de una capa viscosa) una muy débil corriente recorre el circuito. Luego de 60 a 90 segundos, se saca la probeta atacada y el grabado producido muestra muy claramente las heterogeneidades de deformación plástica (figs. 223 y 224), bien visibles en luz polarizadas.

Caso del uranio

El metal es pulido en el electrolito con ácido crómico y ácido acético durante 20 minutos bajo una tensión de 30 V. En ese momento se baja bruscamente el voltaje a aproximadamente 2 a 3 V y se efectúa el grabado durante 8 a 10 minutos (33).

Este método de ataque es muy interesante pues es muy sensible a las débiles variaciones de orientación cristalina. Veremos, por otra parte, que los resultados proporcionados pueden ser aún grandemente mejorados por una oxidación efectuada sobre la probeta luego del grabado. De cualquier manera que sea, es el único grabado que permite revelar las estructuras de poligonización del uranio. Esta poligonización puede tener diversos orígenes: puede resultar de las tensiones ligadas a las variaciones de volúmenes que acompañan a la transformación alotrópica del uranio.

Durante un enfriamiento de 700°C se tiene, en efecto:



la importante variación de volumen que acompaña a la transformación $\gamma \rightarrow \beta$ conduce a una intensa poligonización de la fase beta. Las impurezas del metal se segregan en las paredes de dislocaciones que forman atmósferas de COTTRELL que subsisten y permanecen en el lugar luego del pasaje de la transformación $\beta \rightarrow \alpha$. El grabado electrolítico sensible a las segregaciones de impurezas es entonces capaz de revelar, a la temperatura ambiente, estructuras que existían a 665°C. En la fig. 225 se percibe muy netamente la red de límites y sublímites de la fase beta en sobreimpresión sobre la red poco visible de los límites actuales alfa.

IV.3.4. Los ataques electrofíticos controlados (Método potencioestático).

Hemos visto que los resultados de ataque electrofítico procedían de un cierto empirismo. Es difícil explicar porque ciertos reactivos atacan los límites de grano mientras que otros producen figuras de corrosión. Es EDELEANU (34) quien ha perfeccionado la técnica de ataque electrofítico practicando ataques bajo un potencial impuesto. La puesta a punto del potencioestato electrónico de respuesta rápida, permite mantener un potencial muy estable de ataque de una probeta gracias a un electrodo de referencia controlado.

Principio del método

Se puede admitir en primera aproximación, que en una aleación polifásica, en el curso de disolución electrofítica bajo un potencial fijado, cada una de las fases tiene su propia cinética de disolución. La corriente que atraviesa la célula de ataque, es pues la suma de las intensidades relativas de las diferentes fases. Si para cada valor del potencial, se mide la intensidad correspondiente, se puede trazar la curva llamada de "polarización" de la probeta. La fig. 226 muestra un ejemplo de curva de polarización en el caso de un acero con 9% de níquel y donde se han separado las curvas relativas a las fases alfa y gama que se pueden encontrar en este acero.

Estas curvas muestran notablemente que entre los dos potenciales de pasivación es posible observar una disolución de la fase alfa mientras que la fase gama permanece pasivada. Resulta de esto la posibilidad de disolver selectivamente la fase alfa en un agregado bifásico.

IV.3.4.a Aplicación de la detección de fases en aceros ricos en cromo (35)

Caso del acero con 21% de cromo, 14% Mn, 0,65% Ni y 0,03%C.

El revenido a 650° de este acero hipertemplado provoca una precipitación en el nivel de los límites de grano de la austenita. Esta precipitación consiste en un agregado laminar de Cr_2N y de austenita empobrecida en Cr y N y enriquecida en Mn.

Si el tiempo de revenido a 650° es prolongado o si la temperatura es más elevada, aparece otra fase rica en Fe, Cr, y Mn cuyo parámetro es vecino al de la fase sigma.

Esta fase no es absolutamente revelable por un ataque clásico en un reactivo fluorhídrico (fig. 227). Por el contrario, estudiando las curvas de polarización en medio sulfúrico de la aleación en estado revenido, se observa la presencia de dos picos uno de los cuales se encuentra a 900mV (Fig. 228),

un ataque potencioestático en estas condiciones revela perfectamente la fase buscada (Fig. 229) que un análisis puntual de la microsonda ha permitido identificar como contenido 45% Fe, 11%Cr, 35%Mn, 6% Si.

Caso del acero con 25%Cr, 20%Ni, y 0,09%C.

Las curvas de polarización en medio sulfúrico de los estados hipertemplado y revenido a 750° C, se distinguen solamente por un muy ligero decalaje en el dominio de actividad (fig. 230).

Sin embargo, operando a -425 mV se pone de manifiesto fácilmente la precipitación de la fase sigma en los límites de grano (fig. 230b) (esta fase es imposible de poner en evidencia por los métodos clásicos de ataque químico).

IV.3.4.b Aplicaciones a la detección de la fase delta en
aceros 18-8 conteniendo Mo y Ti.

En estos aceros se constata, luego de hipertemplado desde 1150° C, la presencia de una cierta cantidad de ferrita delta (más rica en Cr y más pobre en Ni que la matriz gama), las figuras 231, 232 y 233 muestran en este caso cómo los resultados del ataque evolucionan cuando se cambia el valor del voltaje impuesto:

- Bajo +1,05 V durante 5 minutos los límites de grano de las dos fases son atacados (fig. 231).
- Bajo -0,35V durante 1 hora sólo los límites de grano de la austenita se corroen (fig. 232).
- Bajo -0,45V durante una hora, sólo la fase ferrítica es atacada (fig. 233).

Se ve pues que el método potencioestático es un procedimiento de ataque, ciertamente delicado, pero que ofrece múltiples posibilidades. Se puede en efecto atacar preferencialmente y en forma selectiva ciertas fases o ciertos límites de grano, lo que permite identificaciones imposibles con los procedimientos tradicionales.

CAPITULO V

Utilización de los fenómenos de oxidación

Hemos ya señalado que la formación de capas delgadas epitáxicas podfa dar informaciones preciosas. Las capas de óxido pueden ser obtenidas de diferentes maneras:

- Por inmersión en una solución oxidante (es el caso que hemos ya estudiado anteriormente)
- Por oxidación térmica
- Por oxidación anódica.

V.1. La oxidación térmica

Esta oxidación puede efectuarse según tres procesos (fig. 234):

1. Formación de un film de oxígeno disociado, absorbido sobre la superficie (quimiadsorción).
2. Fijación de O_2 molecular en la cara externa del film precedente (adsorción física).
3. Crecimiento de un film de óxido (reacción de oxidación).

Según la temperatura, es uno u otro de estos procesos el que actúa en forma preponderante (fig. 235):

A bajas temperaturas dominan los procesos 1 y 2

A temperaturas medias dominan los procesos 2 y 3

A altas temperaturas solamente el proceso 2 subsiste, pues el óxido tiende a disociarse.

Pero no solamente la temperatura juega un rol preponderante en la oxidación térmica. La fig. 236 muestra que la influencia de la orientación del cristal y que el estado superficial de los átomos metálicos tiene también importancia, y conduce a un perfil de equilibrio que pone en evidencia los

planos densos. Es de hacer notar que atmósferas ligeramente sulfurantes producen también fenómenos de estriación.

Teniendo en cuenta que las estrías se desarrollan a altas temperaturas, se comprende fácilmente que este método de examen permite conocer a temperatura ambiente la estructura existente a la temperatura más alta del tratamiento. Pero además los fenómenos de quimiabsorción tienen consecuencias importantes sobre todo en los procesos de recristalización. En el caso de una aleación Fe-Si, con 3% Fe laminada y pulida, la recristalización secundaria depende de la naturaleza de la atmósfera del horno de recocido. Cuando la atmósfera es un vacío del orden de 5×10^{-4} de mercurio, la energía de las superficies (100) es más grande que la de las superficies (110), por lo cual estas últimas se encuentran favorecidas y los cristales de recristalización que tienen esta orientación se desarrollan preferencialmente (textura 110). Por el contrario, si el recocido es conducido en atmósfera de argón impuro, la energía de los planos (100) es más débil que las de los planos (110), lo que produce entonces una textura (100).

OBSERVACION: El fenómeno de estriación es también perceptible en los casos de las aleaciones fragilizadas. Pero esta estriación es intergranular y no puede ser puesta en evidencia más que por fractografía (ver capítulo 7). Una ruptura intergranular estriada es así característica del estado fragilizado (37b).

V.1.2. Aparición de los gérmenes de óxido (o de sulfuro) sobre la superficie calentada a temperaturas intermedias.

Este fenómeno aparece si la presión parcial de oxígeno (o de azufre) es bastante baja, del orden de 10^{-2} mm de mercurio. La relación entre estos gérmenes y los defectos de estructura del sector están aún en discusión. Esto hace que las aplicaciones metalográficas de los gérmenes de óxidos sean muy limitadas.

V.1.3. Desarrollo de una capa epitáxica de óxido térmico.

Cuando la temperatura es bastante baja (comprendida entre 200 y 500°C) y la presión parcial de oxígeno es bastante alta, se observa la formación de films delgados epitáxicos cuyo espesor varía de 50 a 1000 Å. Los films son, pues, susceptibles de dar fenómenos de interferencias utilizables en microscopía óptica. Según Cabrera y Mott, la formación de una capa de óxido se efectúa en varias etapas:

- Primero hay quimiabsorción del oxígeno en la superficie y luego

en la interfase óxido-oxígeno. Electrones del metal pasan enseguida a través de la capa de óxido por "efecto túnel" gracias a los defectos de red del óxido, y llenan los niveles electrónicos libres del oxígeno quimiabsorbido. Se establece entonces un campo eléctrico a través de la capa y este campo es capaz de extraer iones del metal subyacente y la velocidad de oxidación está regida por la velocidad de extracción de estos iones. En lo que concierne a la anisotropía de formación de los films interferenciales, hay que admitir que ella se encuentra bajo la dependencia de una anisotropía de emisión de electrones. El número de electrones desplazados, y por consecuencia el campo, varía con la cara cristalina que los emite.

En cuanto al origen de la epitaxia, aún no ha sido propuesta ninguna explicación verdaderamente satisfactoria. Se ha pensado en concordancias paramétricas entre la red del óxido y la del metal; este factor sería evidentemente favorable pero numerosos casos están en desacuerdo con esta idea.

Se ha querido ver una concordancia entre los planos de gran densidad atómica o iónica del soporte y de la capa, lo cual no siempre es verdad. El punto más importante es sin duda la correspondencia de las direcciones de gran densidad atómica o iónica. Los crecimientos de films de óxido se efectúan entonces dando lugar a un desplazamiento mínimo de átomos, sobre todo cuando la dirección densa forma un ángulo débil con el plano de la superficie del metal (38).

Ejemplos de aplicaciones metalográficas.

Las aplicaciones de las láminas delgadas de óxido térmico son muy numerosas y citaremos algunos ejemplos:

- a) Estudio de las variedades alotrópicas estables solamente a altas temperaturas.
Es el caso del hierro que pasa de la estructura alfa bcc a la estructura gama fcc a 910° C. La figura 241 muestra una esfera de hierro luego de un calentamiento a 1200° en atmósfera de hidrógeno. Las figuras 237 a 240 muestran algunos aspectos de estriación en el caso de las aleaciones Fe-Cr y Ni-Cr (se notan las trazas de planos de maclas característicos de la estructura γ) y del Cu.
- b) Estudio de las aleaciones complejas.
El método de oxidación térmica permite poner en evidencia heterogeneidades de composición de soluciones sólidas en la vecindad de los constituyentes precipitados. Beaujard ha podido así mostrar heterogeneidades en la matriz austenítica de una fundición comple

Ja"Ni-Resist" (C = 2,9%, Si = 2,8%, Mn = 2%, Ni = 14%, Cu = 6%, Cr = 2%). La fig. 242 muestra el aspecto obtenido luego de una oxidación térmica controlada.

c) Estudio de sinterizado de polvos de hierro

El estudio del sinterizado es delicado pues la presencia de poros impide a priori la utilización del pulido electrolítico. Cizeron (39) ha resuelto muy elegantemente el problema puliendo primero mecánicamente (con polvo de diamante) sus probetas. La capa deformada durante el pulido es restaurada por un corto recocido de una hora a 800° en una atmósfera de hidrógeno puro y seco. Durante este recocido no hay modificación del tamaño de los granos y la superficie es "renovada" gracias a la eliminación de las finas estrías de pulido debido a difusión superficial de átomos. La probeta enfriada es enseguida llevada durante 5 a 15 minutos a 200° C en presencia de oxígeno puro a la presión atmosférica, es entonces que se forma la capa epitáxica que permite revelar los cristales, y en consecuencia la posición relativa de los poros con respecto a los límites de grano actuales.

Estos estudios han permitido precisar el proceso de sinterización del hierro en diversas condiciones, especialmente en función de la temperatura de sinterización. Se constata una gran diferencia de porosidad entre las probetas sinterizadas en fase alfa (a 830° C) o en fase gama (a 930° C). Esto es indicado en las figs. 243 a 247.

V.1.4. Caso particular de las figuras térmicas producidas en el Al y en las aleaciones livianas.

Si se somete a una probeta de Al pulido electrolíticamente a un calentamiento a temperatura bastante alta ($\theta > 500^{\circ}\text{C}$) y este calentamiento es seguido de un enfriamiento bastante lento (más de 1 minuto para descender de 630 a 20° C), se ven aparecer figuras térmicas generalmente geométricas (fig. 247).

Se trata de figuras excavadas cuyas facetas corresponden a planos reticulares de bajo índice (dos facetas son planos $\{111\}$ y la tercera cara es un plano $\{110\}$ o $\{100\}$ en el caso de una figura triangular).

Ha sido Doherty (40) quien ha estudiado particularmente este fenómeno y ha precisado las condiciones de aparición:

- Las figuras no aparecen más que durante el enfriamiento de la probeta inicialmente pulida,

- La temperatura de comienzo de la percepción de las figuras se encuentra tanto más baja cuanto más baja es la temperatura máxima del tratamiento,
- El intervalo de temperatura $\Delta \Theta$ entre la temperatura máxima y la temperatura de aparición aumenta a medida que la temperatura máxima disminuye,
- Si la temperatura máxima es muy baja, el fenómeno no es perceptible.

Doherty ha mostrado que, posiblemente, las vacancias de origen térmico son la causa del desarrollo de las figuras térmicas producidas en el Al. Se sabe, en efecto, que la concentración de vacancias es una función exponcial de la temperatura absoluta

$$C = C_0 \cdot \exp \left(\frac{-Q_e}{RT} \right)$$

Donde Q_e , energía de formación de una vacancia, es del orden de 1 eV.

En el curso del enfriamiento de una probeta, existe pues una sobresaturación de vacancias, las que tienden a eliminarse. Esta eliminación se hace más fácilmente en el lugar en que ciertos defectos de estructura de la red, tales como los límites de grano, las impurezas precipitadas o las dislocaciones.

Si numerosas vacancias emprenden el mismo camino, por ejemplo, una línea de dislocación, que desemboca en la superficie, estas vacancias se encontrarán atrapadas bajo la capa de óxido superficial. A esto se debe la formación de cavidades microscópicas que revelan los puntos de emergencia de líneas de dislocación.

En los límites de grano y en los sublímites, las vacancias se encuentran atrapadas y no pueden llegar a la superficie, lo que permite poner en evidencia los límites y los sublímites caracterizados por una ausencia completa de figuras térmicas (fig. 248). Este método es particularmente interesante pues permite revelar la poligonización adn en alumínios muy puros, en los cuales los reactivos químicos, sensibles a las asociaciones "dislocaciones-impurezas" son inoperantes.

Conviene sin embargo señalar que la técnica que utiliza las figuras térmicas, presenta algunos inconvenientes entre los cuales citaremos:

- La necesidad de calentar las probetas a una temperatura bastante elevada.

- La falta de definición en las estructuras finamente poligonizadas, cuando las dimensiones de los subgranos se hacen del orden del tamaño de aquéllas de la banda empobrecida en figuras térmicas que marca los sublímites.

V.1.4.a Aplicación al estudio del desplazamiento de las líneas de dislocación

Cuando se cicla térmicamente una probeta entre dos temperaturas altas (entre 630 y 530°C, por ej.), con permanencia poco prolongada a la temperatura máxima, es posible observar trazas sucesivas debidas a la migración de las líneas de dislocación como consecuencia del ciclado (fig. 249 y 250).

V.1.4.b Aplicación al estudio del rol de los ciclos térmicos en la poligonización

Se ha mencionado en el parágrafo IV.1.4.b que las subestructuras de poligonización eran afectadas por el ciclado térmico. Las figuras térmicas confirman este resultado (fig. 251); este método constituye un medio de investigación particularmente simple en el caso de tal estudio (41).

V.2. La oxidación anódica

Es un método aplicable cuando el óxido anódico es transparente (caso de las capas espesas examinadas en luz polarizada) o cuando el óxido puede ser depositado en capas suficientemente delgadas para que dé tintas de interferencia. Aplicado primeramente al aluminio y a sus aleaciones por Lacombe-Beaujard (42), esta técnica ha permitido observaciones muy interesantes en lo que concierne, especialmente, al estudio de las estructuras de fundición y a la evolución de las estructuras deformadas durante el curso de tratamientos térmicos (restauración y recristalización). A título de ejemplo, las figs. 252 a 255 indican algunos aspectos observados luego de una oxidación anódica (43).

- La fig. 252 muestra una dendrita en Al refinado (las estriaciones en los otros cristales son paralelas a direcciones $\langle 100 \rangle$).
- La fig. 253 muestra gérmenes de recristalización que se desarrollan luego de una deformación del 95% y con recocido de 10 minutos a 360°C. Heterogeneidades de coloración en los gérmenes indican la subsistencia de imperfecciones de estructura en los nuevos cristales.

- En la fig. 254, relativa a una aleación Al-Mg con 3% de Mg, deformada 80% y recocida 3 minutos a 280° C (44), se observa el nacimiento de sub-granos muy desorientados que tienen de 5 a 6 micrones de diámetro y localizados en bandas de deformación originadas por la deformación plástica;
- La fig. 255, debida a Lelong (45) muestra la estructura de una aleación Al, Zn con 4% de Zn estrudada. El contraste de los colores es aquí aumentado por un depósito de una delgada capa metálica (obtenida por evaporación en vacío). Con luz polarizada se aprovechan los fenómenos de "polarización de forma" ligados al microperfil de la capa de óxido anódica.

Las técnicas de oxidación anódica han sido enseguida extendidas a otros metales, y en particular al uranio (46), al zirconio (47), al titanio (48), etc.

El caso del U es especialmente interesante pues es un ejemplo de aplicación conjugada de diferentes técnicas metalográficas:

- Luego de un pulido electrolítico seguido de un "grabado" electrolítico realizado en el mismo baño (el voltaje es disminuido bruscamente desde 30V hasta 3V), se produce la oxidación anódica en una solución amoniacal de etilenglicol: etilen-glicol 23 gr., hidróxido de amonio al 20% 500cc, agua 500cc (temperatura 2° C, Voltaje 40V, tiempo 60 segundos). Es de notar que el grabado preliminar es indispensable para la obtención de capas de óxido epitáxico.

Esta técnica permitió a Robillard poner en evidencia heterogeneidades de composición química debidas a la precipitación de hidruros UH_3 en un U cargado de hidrógeno (fig. 256). Esta técnica ha permitido también revelar la poligonización de cristales de U alfa debida al cambio de fase $\beta \rightarrow \alpha$ (fig. 257). Por fin, esta técnica ha sido utilizada también para estudiar los procesos de recristalización y la deformación plástica (fig. 258).

CAPITULO VI

La utilización de los radiotrazadores en metalografía (49)

Si se incorpora al metal o a la aleación estudiada un isótopo radioactivo es posible detectar fácilmente la presencia de este elemento y efectuar un estudio topológico de su repartición. Con este objeto se puede utilizar las técnicas que utilizan el conteo de radiaciones emitidas, pero también técnicas llamadas "autoradiográficas". La autoradiografía está basada sobre el hecho que las radiaciones alfa o beta emitidas por los átomos radioactivos son capaces de impresionar las emulsiones fotográficas. El empleo de trazadores radioactivos presenta pues bastantes ventajas entre las cuales citaremos:

- La sensibilidad de detección de los isótopos radioactivos,
- La especificidad, pues los isótopos radioactivos están caracterizados por su período y por la característica de su radiación,
- La posibilidad de estudiar directamente el desplazamiento de los átomos activados en una probeta metálica constituida de átomos de la misma naturaleza pero no radioactivos.

Esta última observación es importante pues el empleo de trazadores radioactivos ha permitido el estudio de coeficientes de autodifusión, pero este problema esencial sale del cuadro de estos apuntes. Examinaremos pues, sobre todo, las aplicaciones estrictamente metalográficas:

VI.1. Aplicación al estudio de los límites de grano

Se sabe que cuando la temperatura no es muy elevada, la difusión intergranular es más rápida que la difusión en volumen en los cristales. Este hecho se explica por la presencia de numerosos defectos en los límites de grano. La fig. 259, debida a Leymonie (50), muestra en el caso del hierro, la influencia de la simetría de los límites sobre la difusión intergranular de los isótopos ^{55}Fe y ^{59}Fe a 750° . La comparación con la imagen micrográfica muestra que la difusión intergranular es nula en los límites de macla P y M.

VI.2. Aplicación al estudio de las segregaciones

En el curso de la solidificación, tienen nacimiento heterogeneidades de composición química debidas al hecho mismo del proceso de solidificación. El estudio de las segregaciones de impurezas o de elementos de aleación es muy importante en la práctica. Este estudio puede hacerse por autoradiografía, sea irradiando directamente el lingote en una pila de neutrones lentos, sea inoculando a la aleación líquida un elemento radioactivo.

A título de ejemplo la fig. 260 muestra la estructura dendrítica de un aluminio muy puro "contaminado" con 21 ppm de hierro enriquecido en isótopos radioactivos. Los ejes de las dendritas se encuentran exentos de impureza y la autoradiografía permite obtener aquí una fineza de detalles absolutamente notable (51).

VI.3. Aplicación al estudio de la interfase alfa-gama del hierro (52)

Se ha constatado que los coeficientes de autodifusión en volumen del hierro son mucho más débiles en fase gama que en fase alfa. Por otra parte la difusión intergranular es importante en una zona de temperatura correspondiente a la parte inferior de la fase gama. Con la ayuda de estos datos es posible estudiar la estructura de la interfase alfa-gama procediendo de la manera siguiente:

Una probeta monocristalina de hierro es pulida electroquímicamente y luego recubierta con una débil capa de hierro radioactivo por electrólisis. Esta probeta es enseguida colocada en un horno de gradiente térmico de tal manera que la mitad del espécimen se encuentra a 910°C , luego de un tiempo de tratamiento de 48 hs., la interfase alfa/gama ha alcanzado su posición de equilibrio y el depósito radioactivo ha podido difundir de manera apreciable. Luego de un enfriamiento rápido al aire se examina la probeta. Se constata primeramente que el ataque térmico permite conocer la posición de la interfase alfa-gama (fig.261), por otra parte, luego de la eliminación del depósito radioactivo se puede verificar, por autoradiografía que se trata exactamente de la interfase. A un lado de esta frontera, la difusión en volumen ha sido importante (lado correspondiente a la fase alfa), del otro, la difusión intergranular revela algunos de los límites gama presentes (fig.262). Se remarca que la interfase adquiere un perfil de equilibrio que es característico de las tensiones interfaciales que existen en los límites entre el cristal alfa y los cristales gama contiguos.

CAPITULO VII

El Microscopio electrónico

I. Generalidades

Los electrones son partículas de masa m que llevan una carga eléctrica e . Si un haz de electrones es acelerado por un potencial E , la energía de los electrones E_e es:

$$E_e = \frac{1}{2} m v^2$$

De Broglie mostró que existe una longitud de onda asociada a las partículas, siendo el valor de esta longitud de onda

$$\lambda = \frac{h}{mv}$$

en la cual h es la constante de Planck.

Se deduce:

$$v^2 = \frac{h^2}{\lambda^2 m^2}$$

de donde $E_e = \frac{1}{2} \frac{h^2}{\lambda^2 m^2}$ y $\lambda = \frac{h}{\sqrt{2 m E_e}}$

Reemplazando las constantes por los valores se llega a

$$\lambda_A = \sqrt{\frac{150}{E(\text{volts})}}$$

Evidentemente sería necesario tener en cuenta una corrección relativista que explique la variación de la masa del electrón en función de la velocidad. Se sabe en efecto que:

$$m = \frac{m_0}{\sqrt{1 - v^2/c^2}}$$

en la cual c es la velocidad de la luz y se deduce:

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2 m_0 E_e \left(1 + \frac{E_e}{2 m_0 c^2}\right)}}$$

el término correctivo $\left(1 + \frac{E_e}{2m_0 c^2} \right)$

aporta una modificación del orden del 2% para $E = 50$ Kv, y de 10% para $E = 200$ Kv.

A título indicativo las longitudes de onda asociadas a los electrones son iguales a

0,122 Å	para	$E = 10$ KV
0,0698 Å	"	$E = 30$ KV
0,0536 Å	"	$E = 50$ KV
0,0370 Å	"	$E = 100$ KV
0,0087 Å	"	$E = 1000$ KV

Como consecuencia de las muy pequeñas longitudes de onda asociadas a los electrones, el poder separador del microscopio electrónico debería ser del orden de las dimensiones atómicas. Debido a numerosas causas de aberración (astigmatismo, aberración de esfericidad, aberración cromática, efectos dinámicos ligados a la difusión y a la difracción de electrones...) el poder separador está comprendido entre 6 y 10 Å en las mejores condiciones.

II. El microscopio electrónico

El esquema de la figura 264 indica el principio de la formación de imágenes en un microscopio electrónico.

Las lentillas son electromagnéticas y la variación de la corriente de exitación de estas lentillas permite:

1. Obtener una "iluminación" homogénea de la preparación (puesta a punto de las lentillas del condensador).
2. Realizar la puesta a punto de la imagen (regulación de las lentillas del objetivo).
3. Regulación del valor de magnificación actuando según los aparatos, sobre la puesta a punto de la dendrita intermedia (caso del proyector a aumentos fijos), o sobre la lentilla de protección (si el aumento de la lentilla intermedia es fijo).

Los aumentos obtenidos son así variables desde aproximadamente 2000 (ge^{ne}ralmente con una distorsión bastante grande) hasta un aumento de 100.000 (pero con una debil luminosidad y bastante grandes dificultades de puesta a foco. Una de las posibilidades interesantes del microscopio electrónico reside en el hecho de po

der realizar imágenes de difracción electrónica en cristales atravesados por el haz de electrones.

No describiremos esta técnica que será expuesta en otra parte del curso. Es necesario señalar, sin embargo, que para los exámenes de láminas delgadas metálicas examinadas por transparencia, son necesarios altos voltajes, del orden de 100 Kv, para obtener una buena transmisión del haz de electrones. En este caso es necesario diafragmar fuertemente el haz de electrones con ayuda de un diafragma de objetivo de 30 micrones de diámetro: se elimina así la mayor parte de los electrones difractados, y el contraste de la imagen se encuentra fuertemente aumentado.

III. Los métodos de preparación de probetas para la microscopía electrónica

Dos técnicas pueden ser utilizadas:

- Sea que se obtiene una réplica de la superficie a examinar,
- sea que se examina directamente una lámina muy delgada, transparente a los electrones, del material a estudiarse.

a) Las técnicas de réplica

No es posible examinar por reflexión la imagen electrónica de una superficie metálica, es por esta razón necesario obtener una réplica de la superficie a examinar, siendo esta réplica transparente a los electrones.

Múltiples técnicas han sido propuestas que presentan sus ventajas y sus inconvenientes. Describiremos los procedimientos más utilizados:

1. Las réplicas de carbono

Es un método bastante universal, muy utilizado, y puesto a punto por Smith y Nutting (54).

La superficie a observar pulida y ligeramente atacada, se dispone bajo la campana de un "evaporador al vacío" (Fig. 265). Dos carbones de calidad espectrográfica son dispuestos como lo indica la figura a 10 cm de la probeta, y en el interior de un recinto en el cual se pueda realizar un vacío de 10^{-5} mm de mercurio. Se hace pasar una corriente de 50 amperes a través de los carbones durante 3 a 4 segundos lo que permite producir sobre la probeta una capa de carbono de 200 Å de espesor. Esta capa, sobre la cual se ha practicado un cuadrículado de 3 mm de lado, es enseguida despegada electrolíticamente o químicamente y las réplicas, luego de lavadas y secadas

son dispuestas en grillas soporte que permiten el examen en el microscopio. El microperfil de la superficie se traduce por variaciones de espesor de la réplica de carbono, y el efecto de relieve puede ser acentuado por un efecto de sombreado. Este sombreado se realiza, por otra parte, muy simplemente, proyectando el carbono sobre la superficie con un ángulo de incidencia oblicuo.

La figura 266 muestra, con un aumento de 16.000 x, una réplica de carbono debida a Jacquet y relativa a un cromo conteniendo 14 ppm de nitrógeno y 16 ppm de oxígeno.

Fractograffa, una aplicación muy interesante de las réplicas de carbono, ha sido puesta a punto por J. Plateau y Ch. Crussard (55). La superficie de ruptura de los metales presenta muy frecuentemente un relieve considerable que parece hacerlo incompatible con un examen al microscopio electrónico. Evaporando una capa de carbono sobre la superficie de ruptura y despegando esta réplica en una solución de bromo a 10% en alcohol etílico, es posible obtener grandes superficies de la réplica.

Las facies de la ruptura es variable según el modo de ruptura, que puede ser "ductil" (la fig. 267 con "cúpulas" características), "frágil" (fig. 268 con "ríos"), o intergranular con una facie lisa o estriada (fig. 269).

Otra aplicación de la fractograffa es la relativa al estudio de los poros existentes en los productos sinterizados. C. Cizeron y M. Oxley (57) han estudiado así el sinterizado de polvos de hierro. Según las condiciones de sinterizado, los poros pueden ser intergranulares (caso de tiempo de sinterizado corto) o intracrystalinos (para tiempos prolongados). Las figs. 270 y 271 muestran poros intergranulares luego de un sinterizado de 5 hs. a 870° bajo hidrógeno y la fig. 272 representa un poro intercrystalino que subsiste luego de un sinterizado de 120 hs a 870° bajo hidrógeno.

2. Las réplicas de extracción

En los casos donde la estructura presenta precipitados, es posible conservar en la réplica de carbono, los precipitados extraídos que serán evidentemente poco transparentes con respecto al haz de electrones.

Las figs. 273 y 274 indican las facies de precipitados intergranulares de carburo M23C6 en un acero 18-8 con 0,6% de C revelado una hora a 750° C. Las probetas relativas a estas figuras han sido preparadas de la manera siguiente:

- Preparación de una lámina delgada por pulido electrolítico,
- Evaporación de una capa de carbono sobre una cara de la lámina,
- Disolución del metal en bromo alcohólico.

Es evidente que la fractografía puede igualmente mostrar precipitados extraños y el estudio de la forma y de la repartición de estos precipitados es frecuentemente utilizada para determinar las causas de la fragilidad intergranular de ciertas aleaciones.

3. Las réplicas de alúmina

En el caso de las aleaciones ligeras, una simple oxidación anódica permite realizar la impronta de la superficie (oxidación en una solución saturada de borato de amonio o en una solución a 12% de $\text{Bo}_4\text{H}_{10}\text{Na}_2$ conteniendo 0,5% de So_4H_2). La réplica se aísla de su soporte sea por despegado electrolítico o por despegado químico. Tales réplicas pueden ser sombreadas por evaporación de silicio para aumentar el contraste.

b) Técnicas de observación en láminas delgadas.

Las réplicas no revelan más que el microperfil superficial y, en estas condiciones, el examen con microscopio electrónico no es más que una trasposición de los métodos utilizados en microscopía ordinaria. Grandes progresos han podido ser realizados como consecuencia de haber aprendido a adelgazar suficientemente los metales para hacerlos transparentes a los electrones.

Esta es una técnica delicada que requiere suficiente habilidad y experiencia pues se trata de realizar láminas de algunas centenas de Ångströms de espesor. En la práctica es necesario disponer de probetas que tengan como máximo 0,2 mm de espesor y como mínimo 0,05 mm. Es sobre tales probetas que será necesario efectuar los tratamientos mecánicos o térmicos cuyos efectos deseen ser estudiados.

En una segunda etapa es necesario realizar la lámina delgada propiamente dicha y es mediante técnicas de pulido electrolítico que se obtiene esto de la mejor manera.

A título de ejemplo citaremos dos métodos:

- El método llamado de la ventana de Bollmann (58) representado en la figura 275.
- El método de Saulnier que utiliza el Disa-Electropol (59).

Los exámenes de las láminas delgadas por transparencia permiten no solamente poner en evidencia los fenómenos de precipitación sino también y sobre todo revelar los defectos de estructura tales como las dislocaciones y los defectos de apilamiento.

Las figs. 276 y 277 a-b-c muestran también sublímites o apilamientos de dislocaciones. La fig. 278 debida a K. H. Westmascott representa una fuente de Frank y Read en una aleación Al-Mg con 3,5%, de Mg templada, y la fig. 279 indica en un acero 18-8 el desplazamiento de las líneas de dislocación bajo efecto de las tensiones de origen térmico debidas al bom-

bardeo electrónico de la probeta.

Terminaremos esta revisión rápida de las posibilidades efectuadas por el examen de láminas delgadas con un ejemplo de defecto de estructura debido a la presencia de segregaciones de vacancias. Se trata de dislocaciones de un tipo particular, llamadas dislocaciones imperfectas.

En el caso de una estructura fcc, por ejemplo el vector de Burgers de la dislocación perfecta es $\frac{1}{2} \langle 110 \rangle$, si la dislocación resulta del "retrait" de un plano denso $\{111\}$, su vector de Burgers será $\frac{1}{3} \langle 111 \rangle$: lo que se designa como dislocación imperfecta de Frank. La figura 280 muestra "loops" de dislocaciones de Frank en una aleación Al-Ag con 16% de Ag templada y envejecida 8 hs. a 150° C.

En conclusión, las técnicas utilizadas en microscopía electrónica son muy diversas, pero se puede decir que la técnica de las láminas delgadas (imposible sin pulido electrolítico) ha permitido realizar enormes progresos en la física de los metales y confirmar fenómenos que habrán sido previstos por los teóricos.

CONCLUSIONES

Estos apuntes han dado un sumario de las posibilidades que ofrece la metalografía. No hay que olvidar, sin embargo, que esta técnica extremadamente importante no puede -ella sola- dar la solución de todos los problemas. Es, más bien, el empleo conjugado de varios métodos de investigación, lo que debe permitir conducir al resultado deseado.

Hemos visto en efecto que algunos problemas eran bastante complicados, y que la metalografía microscópica ha permitido poner el acento sobre ciertos problemas esenciales, tales como la revitalización, la poligonización, las segregaciones, la precipitación, etc. Hemos visto, en especial, que los defectos de estructura juegan un rol preponderante. El conocimiento de estos defectos y de la física de los metales en general, ha permitido en la actualidad comprender lo esencial de los fenómenos y se puede decir que en este estudio, la micrografía óptica o electrónica ha tenido un puesto importante.

Références

1. BIERNAWSKI.
2. C.GOUX et J.MONTUELLE, Rev. Mét. LVI, 5, (1959), 497.
3. L.E.SAMUELS, J.Inst. Mét., 81, (1953) 471.
4. P.A.JACQUET, (C.R.Acad Sci. Paris 201 (1935) 1473), Nature, 135, (1935), 1076.
5. G.T.BEILBY, "Agregation and Flow of Solids", London MacMillan 1921.
- 5b. J.EDWARDS, J.Electrochem. Soc., 100, (1953), 189c.
6. L.MEDARD, P.A.JACQUET et R.SARTORIUS, Rev. Mét., 46, (1949) 549.
L.MEDARD et R.SARTORIUS "Memorial des Poudres", 32, (1950), 179.
M.A.ELLIOT and F.W.BROWN, U.S.Bureau of Mines. Report 4169 (1948).
A.E.DAWKINS, J.Iron and Steel Inst., 82, (1956) 388.
7. A.ROBILLARD, Thèse Paris 1958, Série A N° 3309.
8. KNUTH-WINTERFELDT, Mét. Corrosion, 23, (1948), 5.
9. P.A.JACQUET et A.VAN EFFENTERRE, Ref. Mét., 54, (1957), 157.
- 9b. R.PINNER, Electroplating, 7, (1954), 127.
- 9c. J.HERENGUEL et R.SEGOND, Rev. Mét., 48, (1951) 262.
- 9d. J.J.DE JONG, Metalen, 9, (1954), 2.
- 9e. W.A.MARSHALL, J.Electrodep. Tech. Soc., 28, (1952), 27.
10. P.A.JACQUET, Rev. Mét., 52, (1955), 307.
11. J.MONDON, Thèse Paris 1963 et Rapport CEA 2305.
12. G.I.TAYLOR, Proc. Roy. Soc. A145 (1934), 362
13. J.M.BURGERS, Proc. Kon. Ned. A Kad. Wet., 42, (1939), 293.
14. R.W.CAHN, J. Inst. Met., 76, (1949), 121.

- 14b. J. MONTARIOL, Thèse Paris 1955.
15. F. OSMOND et G. CARTAUD, Rev. Mét., 2, (1905), 811.
16. P. LACOMBE et L. BEAUJARD, C.R. Acad. Sci, Paris, 221,⁽¹⁹⁴⁵⁾ 414, Rev. Mét. 45, (1948), 317.
17. J. J. GILMAN, Trans. AIME 206, (1956), 998.
18. F. VOGEL et al., Phys. Rev. 78, (1950), 275.
19. P. A. JACQUET, Acta Mét., 2, (1954) 752.
J. D. LIVINGSTON, Report 62-RL - 3173 M. Gén. Elect. Nov. 1962.
20. G. WYON, J. M. MARCHIN et P. LACOMBE, Mém. Sc. Rev. Mét. 56, (1959), 549.
21. J. D. LIVINGSTON, Acta Met., 10, (1962), 229.
22. J. R. LOW and R. W. GUARD, Acta Met. 7, (1959), 171.
23. A. PORTEVIN et P. BASTIEN, "Réactifs d'attaque métallographique"
Dunod Paris 1937.
24. Mme. C. BUCKLE, Cr. Acad. Sc. Paris, 235, (1952), 1040.
25. H. BUCKLE et C. H. BUCKLE "Proc. of the 3d Int. Symp. on the Reactivity
of Solids", Vol. I, p. 197 (Madrid 1957).
26. C. RENON et J. CALVET, Tech. Aéron, 36, (1953), 25 et 33.
27. M. L. V. GAYLER, J. Inst. Mét. 66, (1940), 72; 73, (1947), 681.
28. L. BEAUJARD, Rev. Mét. 49, (1952), 531.
29. L. BEAUJARD et Mlle. J. TORDEUX, Rev. Met. 52, (1955), 750.
30. P. A. JACQUET, Rev. Mét. 42, (1945), 133.
31. H. MONTI, Mét. Corrosion 1958, 33, (400), 481-491.
32. C. G. DUNN et W. R. HIBBARD Jr., Acta Mét. 4, (1956), 306.
33. A. ROBILLARD et al, Rev. Mét. 55, (1958), 815.

34. C.EDELEANU, J.I.S.I. 185, (1957), 482.
35. J.VOETZEL, G.HENRY, J.MANENC, J.PLATEAU, Rapport IRSID N°103 (Mai 1964).
36. J.BENARD et J.MOREAU, CR. Acad. Sci. Paris, 238, (1954), 1659.
- 37b. J.MOREAU, G.HENRY et J. PLATEAU, Bul. Mic. Appliquée T.8, N°5, (1958), 109.
38. J.BENARD "L'oxydation des métaux" Tome I, Gauthier-Villiers, Paris 1962.
39. G.CIZERON, Thèse Paris 1956, Rev. Met. 51, (1955), 771.
40. P.E. DOHERTY, et R.S.DAVIS, Acta Met. 7, (1959), 118.
41. G.WYON, J. M. MARCHIN et P. LACOMBE, Mém. Sci. Rev. Mét 60, (1963), 257.
42. P. LACOMBE et L. BEAUJARD, Proc. "Commission Technique des états de surface des métaux", Paris (1944) p. 73.
43. P. LACOMBE et M. MOUFLARD, Mét. Cor. Indust. 340, (1953).
44. A. BERGHEZAN, Mét. Cor. Ind. (1959), 359.
45. P. LELONG et J. DOSDAT, Mém. Sci. Rev. Mét. 57, (1960), 755.
46. A. ROBILLARD, Mét. Cor. Ind. 31, (1956), 433.
47. E. ENCE et H. MARGOLIN, J. Mét. 6 (1954), 346.
48. P. A. FARRAR, J. Met. 8, (1955), 595.
49. C. LEYMONIE "Les traceurs radioactifs en métallurgie physique", Dunod (Paris 1960)
50. C. LEYMONIE et P. LACOMBE, Rev. Mét. 54, (1957), 653.
51. F. MONTARIOL, Pub. Sci. Tech. Minist. Air N° 344, (Paris 1958).
52. P. GUIRALDENQ, M. ALCOUTURIER et P. LACOMBE, Mém. Sci. Rev. Met. 10, (1963), 681.
53. MELLECL. LEBRUN, MELLEA. HUBER et P. LELONG, Rev. de l'Aluminium 281 (1960)

- 54. E. SMITH et J. NUTTING, Brit. J. Appl. Phys 7, (1956), 214.
- 55. J. PLATEAU, G. HENRY et C. CRUSSARD. Rev. Univ. des Mines 12, (1956) 543.
- 56. C. HENRY et J. PLATEAU, 4^e Congrès Microscopie Electronique (Berlin, 1958).
- 57. M. OXLEY et G. CIZERON, C. R. Acad. Sci. Paris, 256, (1963), 3100.
- 58. W. BOLLMANN, Phys, Rev. 103 (1956), 1588.
- 59. P. MIRAND et A. SAULNIER, C. R. Acad. Sci. Paris, 246 (1958), 1688.