

Adq. 5  
Titulo  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

1930  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

UNIVERSIDAD AUTONOMA

DE QUERETARO

FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS

PULIDO ELECTROLITICO PARA OBSERVACION METALOGRAFICA

FACULTAD DE  
QUIMICA



BIBLOTECA

TRABAJO PRESENTADO POR: MARIA DEL ROSARIO DE LOS SANTOS MENDEZ

PARA OBTENER EL TITULO DE QUIMICO METALURGICO



# CONTENIDO

## ELEMENTOS DE LA PREPARACION METALOGRAFICA DE PROBETAS

C A P I T U L O	U N O	P A G I N A
-----------------	-------	-------------

### 1.0. INTRODUCCION EL ESTUDIO DE LA ESTRUCTURA SUPERFICIAL

1.1. OBJETIVO DE LA METALOGRAFIA	1
1.2. HISTORIA DEL ESTUDIO DE LA ESTRUCTURA SUPERFICIAL	1
1.3. EL PULIDO METALOGRAFICO COMO METODO METALOGRAFICO	3

C A P I T U L O	D O S	P A G I N A
-----------------	-------	-------------

### 2.0. GENERALIDADES DE LOS METODOS METALOGRAFICOS

2.1. LA MICROSCOPIA OPTICA CLASICA Y SU RELACION CON LA OBTENCION DE LA PROBETA METALOGRAFICA OPTIMA.	6
---	---

#### OPERACIONES DE LA PREPARACION DE LA PROBETA METALOGRAFICA

2.2. PROCEDIMIENTO DE MUESTREO	7
2.3. CORTE Y LIMPIEZA	10
2.4. MONTAJE DE LA PROBETA	13
2.5. DESBASTE Y PULIDO	30
2.6. ATAQUE	48

C A P I T U L O	T R E S	P A G I N A
-----------------	---------	-------------

### 3.0. PRINCIPIOS DEL PULIDO MECANICO

3.1. ETAPAS DE PULIDO MECANICO	57
3.2. DEFINICION DE CALIDAD DE PULIDO	58
3.3. NECESIDAD DE LAS ETAPAS DE PULIDO GRUESO	58
3.4. PULIDO GRUESO UTILIZANDO ABRASIVOS CONVENCIONALES	61
3.5. TIPOS DE PAROS PARA PULIDO	66
3.6. RUEDAS PARA PULIDO (CABEZAS DE PULIDO)	68
3.7. PRINCIPIOS DE PULIDO MECANICO EMPLEANDO ABRASIVOS	69

## 4.0. FUNDAMENTOS DE PULIDO ELECTROLITICO

4.1. MECANISMO	.....	77
4.2. MONTAJE DE PROBETAS	.....	81
4.3. APARATO Y PROCEDIMIENTO	.....	83
4.4. DESARROLLO DEL PROCEDIMIENTO PARA EL ELECTROPULIDO	.....	88
4.5. VENTAJAS Y LIMITACIONES DEL ELECTROPULIDO	.....	90
4.6. CAUSAS DE FALLAS EN EL ELECTROPULIDO Y SU SOLUCION	.....	92

## 5.0. ELECTROLITOS PARA ELECTROPULIDO Y PRECAUCIONES DE SEGURIDAD

5.1. CARACTERISTICAS DE LOS ELECTROLITOS PARA PULIDO	.....	93
5.2. PRECAUCIONES PARA EL USO DE LOS ELECTROLITOS	.....	93
5.3. ELECTROLITOS PARA PULIDO	.....	95
5.4. RECOMENDACIONES DE SEGURIDAD PARTICULARES PARA CADA GRUPO	.....	111

## 6.0. COMPARACION DE LOS METODOS MECANICOS Y ELECTROLITICOS DE PULIDO

6.1. SUSCEPTIBILIDAD DE CAPAS SUPERFICIALES OSCURAS	.....	116
6.2. SUSCEPTIBILIDAD DE ESTRUCTURAS ENMASCARADAS	.....	117
6.3. PLANICIDAD DE LA SUPERFICIE	.....	124
6.4. CONTAMINACION QUIMICA DE LA SUPERFICIE	.....	127
6.5. PROBLEMAS PRACTICOS	.....	128
6.6. CAMPO DE APLICACION	.....	129
6.7. COMPATIBILIDAD EN LOS PROCESOS DE PULIDO MECANICO Y ELECTROLITICO	.....	130

## 7.0. PREPARACION METALOGRAFICA DE PIEZAS SINTERIZADAS

7.1. SELECCION DE LA MUESTRA	.....	132
7.2. CORTE DE PROBETAS	.....	132
7.3. LAVADO DE LAS PIEZAS	.....	132
7.4. MONTAJE DE PROBETAS	.....	134
7.5. DESBASTE GRUESO DE PIEZAS SINTERIZADAS	.....	136
7.6. DESBASTE FINO DE PIEZAS SINTERIZADAS	.....	136
7.7. PULIDO GRUESO DE PIEZAS SINTERIZADAS	.....	137
7.8. PULIDO FINAL DE PIEZAS SINTERIZADAS	.....	138
7.9. PROCEDIMIENTO PARA PREPARACION METALOGRAFICA DE PARTICULAS DE POLVO METALICO BASE HIERRO	.....	140
7.10 RECOMENDACIONES PARA EL REVELADO POR ATAQUE QUIMICO OPTIMO	.....	141

## S E G U N D A   P A R T E

7.11. PULIDO ELECTROLITICO DE PIEZAS SINTERIZADAS	.....	142
7.12. PULIDO MECANICO DE PIEZAS SINTERIZADAS	.....	145

## INTRODUCCION

EL ESTUDIO DE LA ESTRUCTURA  
SUPERFICIAL

## 1.1.- OBJETIVO DE LA METALOGRAFIA

El objetivo primario de los exámenes metalográficos es el de revelar los constituyentes y estructuras de los metales y sus aleaciones por medio del microscopio. En casos especiales, el objeto del examen puede requerir el resolver los detalles mínimos, pero la mayoría de las veces lo que es de mayor importancia es la selección apropiada de la probeta y su preparación.

## 1.2.- HISTORIA DEL ESTUDIO DE LA ESTRUCTURA SUPERFICIAL

Aunque los metales estuvieron entre los primeros materiales a ser examinados bajo el microscopio óptico, no fue hasta que Sorby perfeccionó las técnicas de pulido y ataque necesarias para resultados reproducibles que la metalografía óptica se comenzó a utilizar como una herramienta de investigación normalizada. Aunque hubo un espacio de algunos veinte años entre las primeras observaciones exitosas realizadas por Sorby en 1864, y la subsecuente interpretación y publicación de sus resultados en 1885; no obstante, las micrografías de Sorby contenían toda la información necesaria para su interpretación, al principio su significado verdadero parecía evadirse no solo para sus contemporáneos, sino también para él mismo. Las micrografías fueron inicialmente consideradas como curiosidades estéticamente atractivas que servían para ilustrar las diferencias entre los aceros de diferente origen y tratamiento térmico, y se llevó veinte años para que las relaciones de las causas directas entre las propiedades y las microestructuras fueron enteramente apreciadas. El secreto principal de Sorby, su cuidadosa preparación de la probeta, no fue revelado hasta que finalmente se publicaron sus resultados y posiblemente se hicieron muchos intentos fallidos para reproducir estos resultados durante el periodo de incubación de veinte años.

Este periodo inicial, durante el cual dicha interpretación de resultados estuvo atrasada con respecto a los avances tecnológicos que hicieron posible los resultados, fue seguido a finales del siglo pasado por un periodo de actividad intensa. Se examinaron una aleación tras otra, y fueron relacionadas sus propiedades con su microestructura. Los microconstituyentes fueron exitosamente identificados, y un conocimiento que parece empírico de sus efectos sobre las propiedades mecánicas fué desarrollado mediante una cuidadosa deducción científica.

El uso del microscopio óptico para los propósitos de control industrial fue apreciado, y la metalografía óptica se convirtió en la herramienta más importante del metalurgista. Después de 1900, la consistencia del conocimiento sobre la microestructura continuo creciendo y los avances anteriores se fueron consolidando. Por 1920 fueron reconocidas totalmente las limitaciones de la técnica, se reconoció el peligro de introducir enmascaramientos y se había establecido a la metalografía óptica como una parte necesaria de cualquier programa de desarrollo.

El siguiente mayor avance tecnológico que aumentó el grado de información estructural disponibles para el metalurgista fué el desarrollo y aplicación de difracción de Rayos X. [3] Sin embargo, mientras que el análisis de rayos X, pudiera dar información directa sobre la estructura "en bulto", de los metales y aleaciones promediada de volúmenes grandes, normalmente no podría dar información sobre aquellas regiones pequeñas del metal que por lo regular controlan las propiedades mecánicas.

El desarrollo de las técnicas de interferometría [3] y el empleo de la luz polarizada [3] mejoraron la resolución vertical del microscopio óptico e hizo posible el estudio cuantitativo de los metales anisotrópicos. Actualmente la interferometría óptica puede tener una resolución vertical de solo unos cuantos planos atómicos y proporciona un medio de mejorar el contraste superficial así como el mapeo exacto de la topografía de la superficie.

El desarrollo del microscopio electrónico [3] como una herramienta de investigación metalográfica fue considerablemente retardado. Y en lo que respecta a los métodos metalográficos, también necesitaron un desarrollo, ya que en los años anteriores a la aparición de los abrasivos de diamante y los instrumentos automáticos para el desbaste, pulido etc., el pulido mecánico fue el proceso más tedioso que era en verdad dependiente de la habilidad del "artesano" que preparaba las probetas. Lograr superficies pulidas mecánicamente de alta calidad en la práctica era difícil aún para los metalógrafos más competentes. De ahí la posibilidad de sustituir cuando menos las etapas de pulido de la preparación de la muestra por un tratamiento electrolítico relativamente simple el cual aparentaba ser capaz de producir superficies de calidad con una buena reproducibilidad, fue de gran atractivo. Aunque hubo algunos cuantos experimentos llevados a cabo en el principio de este siglo, el electropulido fue inventado por **Pierre Jacquet** [3] de Francia en 1929 y fue aplicada con éxito a la preparación de la muestra metalográfica en 1935.

Antes de 1937, fueron examinados réplicas de superficie [3] de metal atacadas, pero las técnicas de preparación de la probeta especial y su técnica necesarias para dar resultados reproducibles puede dañar a la probeta y la guía no siempre puede extraerse inmediatamente después del montaje en el plástico.

En 1955, el primer microscopio electrónico usando un haz de electrones microenfocados fué comercializado y el estudio de transmisión de películas cristalinas delgadas las cuales habían procedido espasmódicamente por muchos años; súbitamente rindió resultados. Con las intensidades mayores y mejores poderes de resolución de los microscopios nuevos se hizo posible ver la subestructura dislocada dentro de láminas de metal muy delgadas. La técnica de la lámina delgada fué extendida rápidamente hacia un amplio rango de metales puros y aleaciones. Este periodo de rápidos avances parece que ahora ha pasado, y actualmente la microscopía electrónica de transmisión directa está entrando a una etapa de consolidación.

### 1.3.- EL PULIDO ELECTROLITICO COMO METODO METALOGRAFICO

El pulido electrolítico o electropulido, es usado ampliamente en la investigación y en la industria, es el más utilizado en la metalografía de aceros inoxidables, aleaciones de cobre, de aluminio, de magnesio, zirconio y otros metales que son difíciles de pulir por los métodos mecánicos. La técnica electrolítica puede retirar completamente todos los rastros de metal trabajado dejados por el corte, desbastado y operaciones de pulido mecánico usados en la preparación de las probetas.

Sin embargo, no se ha desarrollado un mecanismo que sea aplicable universalmente, y que se haya encontrado aceptable. Aún así los estudios han producido un poder de discernimiento considerable dentro del fenómeno. La muestra del metal a ser pulida por lo general es acabada con un predebaste por abrasivos de SiC hasta la lija # 600. La muestra se hace el ánodo en una celda electrolítica que contiene el electrolito apropiado. La superficie es suavizada y brillantada por la solución anódica, cuando se emplee la combinación correcta de temperatura del baño, voltaje, densidad de corriente y el tiempo empleado.[9]



### 1.3.1.- VARIABLES DEL PULIDO ELECTROLITICO

En un intento de duplicar resultados de otro, el metalógrafo enfrenta la dificultad de controlar muchas variables experimentales. Las variables que influyen los resultados del electropulido incluyen:

- Superficie del área a ser pulida
- Orientación de la muestra en el baño
- Selección del material del cátodo
- Relación del área superficial ánodo-cátodo
- Espacio entre el ánodo-cátodo
- Profundidad de la muestra dentro de la superficie de la solución
- Composición de la muestra incluyendo las impurezas
- Cambios en la composición y tiempo de vida del baño electrolítico
- Temperatura del baño
- Grado de agitación del baño
- Densidad de corriente y voltaje
- Tiempo
- Grado del tratamiento mecánico anterior o preliminar
- Manera de retirar la muestra del baño
- Procedimiento de enjuague

La necesidad de controlar todas estas variables actúa como un freno para su aplicación para muchos de los metalógrafos, mismos que han reducido el empleo de este método.

### 1.3.2.- JUSTIFICACION DEL EMPLEO DEL ELECTROPULIDO

#### VENTAJAS

El electropulido posee muchas ventajas que hacen que el proceso sea atractivo. El electropulido correctamente aplicado, puede ser de gran valor ya que las superficies preparadas suelen ser tan buenas como las mejores que se obtienen por medio del pulido mecánico. Cuando el desarrollo o procedimiento del electropulido se lleva a cabo correctamente, las superficies preparadas están libres de rayaduras y se retira la deformación del corte y el desbaste. De ahí que el método sea ideal para la preparación de metales que son difíciles de pulir mecánicamente, especialmente cuando el metal dañado o los enmascaramientos por bandeado mecánico representan problemas. Estas características son de valor para las pruebas de microdureza a muy baja carga, o para el trabajo en lámina delgada del Microscopio Electrónico de Transmisión .

Para los laboratorios que examinan en forma rutinaria, las mismas muestras de materiales, una vez que las condiciones de operación han sido completamente establecidas, un metalógrafo sin experiencia puede ser entrenado rápidamente y obtener unos excelentes resultados. En algunos casos, el electropulido puede reducir el sobretiempo requerido para la preparación. Algunas veces el ataque puede agregarse en el mismo electrolito solo mediante la reducción del voltaje aplicado cerca del 10 por ciento de aquel requerido para el pulido.

### DESVENTAJAS

Desde el punto de vista de desventaja algunos de los electrolitos son tóxicos y altamente corrosivos y pueden ser explosivos. Desafortunadamente muchas publicaciones no proporcionan una descripción completa acerca de las precauciones necesarias para el uso seguro de los electrolitos. Para algunos electrolitos, la composición del baño y las condiciones de operación pueden variar substancialmente sin que afecte los resultados, mientras que otros electrolitos deben de ser controlados rigurosamente dentro de unos límites muy estrechos para obtener resultados satisfactorios.

El electropulido es apropiado para las metales puros y las aleaciones de fase simple. El electropulido de aleaciones multifásicas es por lo regular un poco más difícil debido a las diferencias en los grados o velocidades de pulido de los constituyentes. Pueden encontrarse dos tipos de problemas. Si la segunda fase es anódica con respecto a la matriz, esta será atacada preferencialmente. Si la segunda fase es catódica con respecto a la matriz, la matriz es atacada preferencialmente, dejando la segunda fase en relieve, como es observado al electropulir el hierro gris grafitico.

En algunas soluciones, por ejemplo aquellas que contienen ácido perclórico, no es seguro el emplear monturas de plástico. Además el trabajar con muestras muy pequeñas es más difícil ya que las puntas son atacadas a una velocidad más rápida que el interior, las puntas superficiales, los recubrimientos, fisuras o poros pueden no ser satisfactorios para la observación. Muchas soluciones atacarán preferencialmente las inclusiones no metálicas. En algunos casos, la superficie electropulida puede ser pasivada y ser difícil de atacar.

## METODOS DE PREPARACION METALOGRAFICA

Los métodos que se discuten en esta sección se refieren al campo de la metalografía que utiliza luz visible como medio de radiación. Este campo es llamado en forma variada como metalografía de luz visible o metalografía óptica para distinguirla de la metalografía electrónica.

La mayoría de los pasos en la preparación de la probeta metalográfica son aplicables a otros tipos de probetas metalográficas tales como las de microscopía eléctrica, pruebas de microdureza, medición cuantitativa de microestructuras [8].

### 2.1.- LA MICROSCOPIA OPTICA Y SU RELACION CON LA OBTENCION DE LA PROBETA METALOGRAFICA OPTIMA

La superficie de una probeta metálica pulida y atacada muestra caracteres estructurales bajo el microscopio óptico, los cuáles son función de la estructura metálica, el procedimiento de preparación de la probeta y el método de observación que se está empleando.

El buen metalógrafo combina el conocimiento de los efectos de la preparación de la probeta con el conocimiento de la óptica de la formación de la imagen a modo de deducir el tipo de microestructura.

A continuación se dan los puntos generales que se deben tomar en cuenta respecto a la preparación de la probeta metalográfica, para la obtención óptima de la misma, para realizar un examen y un diagnóstico exitosos:

- 1.- Que la pieza o parte debe ser representativa del punto a estudiar.
- 2.- El corte, desbaste y pulido hacerlos de modo que minimice el distorsionamiento o flujo de material de la superficie metálica causada por la deformación mecánica y de esta forma permita que la microestructura original sea revelada por el ataque.
- 3.- Debe de quedar libre de rayas de pulido y manchas de líquido.
- 4.- Hacer un pulido de modo que se conserven intactas las inclusiones.
- 5.- Lograr una planicidad suficiente para permitir un examen a grandes aumentos.

## OPERACIONES EN LA PREPARACION DE LA PROBETA METALOGRAFICA

### 2.2.- PROCEDIMIENTO DE MUESTREO

#### 2.2.1.- SELECCION DE LA PROBETA METALOGRAFICA

La selección de las probetas de ensayo para el examen metalográfico es extremadamente importante ya que, si la interpretación es de gran valor, las probetas deben ser representativas del material que está siendo estudiado. El propósito final del examen metalográfico es lo que generalmente determinará la localización de los probetas a ser estudiadas.

Con respecto al propósito del estudio de la probeta, el examen metalográfico puede dividirse dentro de las tres siguientes categorías:

##### 2.2.1.1.- Estudios generales o trabajo de rutina

Para un estudio general, deben de escogerse probetas a partir de los lugares que sean los más parecido posible para revelar las máximas variaciones dentro del material bajo estudio. Por ejemplo, en una fundición las probetas deben de tomarse dentro de las zonas en las cuáles puede esperarse que ocurra la máxima segregación, así como las probetas en las cuáles la segregación pueda ser la mínima. En el examen del alambre o fleje, las probetas de ensayo deben de tomarse de cada uno de los extremos.

##### 2.2.1.2.- Estudio de fallas

Si tiene que ser diagnosticada la causa de la falla, deben tomarse las probetas de ensayo tan cerca como sea posible a la fractura o al inicio de la falla. En muchos de los casos estas probetas se deben tomar de un área alrededor de la falla, para una comparación de las estructuras y las fallas.

##### 2.2.1.3.- Estudios de investigación

Para estudios de este tipo avanzado, el mismo investigador puede ser el juez de la selección de sus probetas, ya que el mismo ha diseñado su propio proceso de investigación.

### 2.2.2.- SELECCION DEL TIPO DE SECCION

Habiendo establecido la localización de las muestras metalográficas a estudiarse, debe decidirse el tipo de sección a examinarse.

En una fundición, la sección que se corte perpendicular a la superficie mostrará las variaciones en la estructura desde el interior al exterior de la fundición.

En los metales trabajados en frío o en caliente, debe estudiarse tanto la sección transversal y la longitudinal. En este caso, las investigaciones especiales podrían requerir, en ciertas ocasiones, probetas con superficies preparadas paralelamente a la superficie original del producto. En el caso del alambre y de redondos pequeños, la sección longitudinal a través del centro de la probeta proporciona ventajas cuando se estudia conjuntamente con la sección transversal.

### 2.2.3.- INFORMACION REVELADA POR LA SECCION LONGITUDINAL Y TRANSVERSAL

Las secciones transversales y las intersecciones se toman perpendicularmente al eje principal del material y en general son preparadas para revelar lo siguiente:

- . Variaciones en la estructura desde el centro a la superficie
- . Distribución de impurezas no metálicas a través de la sección
- . Decarburización superficial en un material ferroso
- . Profundidad de imperfecciones superficiales
- . Profundidad de corrosión
- . Espesores de recubrimientos protectores y
- . Estructura de recubrimientos protectores

Las secciones longitudinales se toman paralelas al eje principal del material y son para revelar, en general:

- . Extensión de deformación en las impurezas no metálicas
- . Dirección y grado de deformación plástica, como la que se muestra por la distorsión del grano
- . La presencia o ausencia de bandeado en la estructura y
- . En general para las correcciones logradas con cualquier tratamiento térmico.[6]

#### 2.2.4.- TAMAÑO DE LA PROBETA METALOGRAFICA

La probeta para el examen metalográfico generalmente, para facilitar su preparación no debe ser mayor que 0.5 a 1.0 pulgada cuadrada (12.7 a 25.4 mm<sup>2</sup>) o de aproximadamente 0.5 a 1.0 pulgada de diámetro, si el material es redondo. El peso de las probetas no debe ser mayor al necesario para procurar un manejo o manipulación adecuada durante el pulido.

No siempre es posible el asegurar que la probeta tenga las dimensiones arriba mencionadas ya que el material a examinarse frecuentemente es más pequeño. Así para pulir un alambre, fleje, y otros artículos pequeños es necesario recurrir al montaje. Para más detalles precisos al respecto referirse a la parte correspondiente al montaje.

Las partes de las superficies examinadas siempre deben darse con los resultados al reportarse y cualquier descripción de alguna micrografía, de modo que esté completamente claro cuáles secciones se emplearon para el examen.

## 2.3.- CORTE Y LIMPIEZA

### 2.3.1.- SELECCION DE PROBETA PARA CORTE

Muchas o la mayoría de las probetas metalográficas son empleadas para control del proceso. Se deben diseñar piezas satélite de prueba que estén ligadas a las piezas de forja o coladas, de modo que sólo sea requerido un mínimo de corte para obtener las probetas metalográficas.

Otros usos metalográficos importantes, diferentes al control del proceso incluyen: el exámen de defectos que aparecen en los productos finales o parcialmente acabados, y el estudio de partes que han tenido fallas de servicio. Por lo general, las investigaciones para estos fines requieren que la probeta sea tomada de una masa o proporción grande del material, y por lo regular involucran más de una operación de corte.

Muchos estudios metalográficos requieren más de una sola probeta, por ejemplo el estudio de la deformación en los metales laminados, por lo regular requieren de dos secciones, una perpendicular y la otra paralela al eje mayor de la dirección de la deformación. Las partes que han fallado pueden estudiarse mejor, seleccionando una probeta que intersecte el origen de la falla, si el origen puede ser identificado sobre la superficie. Dependiendo del tipo de falla, puede hacerse necesario el tomar varias probetas del área de falla y de las secciones adyacentes.

### 2.3.2.- TIPOS DE DAÑOS A LA ESTRUCTURA POR EFECTO DE CORTE

Al cortar la probeta metalográfica del cuerpo principal de la pieza, debe tomarse cuidado de no afectar la estructura del metal. Se distinguen tres tipos de daños que se pueden inducir en la estructura al efectuar el corte:

2.3.2.1.- Arrastre de metal por el corte de borde. Una lubricación durante el corte tiende a mantener este arrastre al mínimo.

2.3.2.2.- Calentamiento de estructuras endurecidas durante el corte, lo cual transforma la microestructura y propiedades mecánicas del material. Este calentamiento puede disminuirse manteniendo las piezas refrigerándose durante el corte, si es posible con agua, u otro tipo de refrigerantes.

2.3.2.3.- El corte por flama da una alteración completa de la estructura. Si es necesario este tipo de corte, debe tomarse la probeta inicial de la pieza entera lo suficientemente grande de tal forma que pueda volver a cortarse al tamaño apropiado de la probeta por algún otro método.

1994  
AGOSTO

viernes

19

Santos Luis ob., Juan E.,  
Mariano, Pedro de Z., Soto III  
y Timoteo

◆ Semana 34 ◆ Día 231  
◆ Faltan 134

HORA

PLAN DE ACTIVIDADES

✓

8

Carburo de silicio - abrasivo

9

10

discos

11

12

1

2

3

4

5

6

7

8



### 2.3.3.- TIPOS DE CORTE

#### 2.3.3.1.- FRACTURADO

Pueden obtenerse superficies de fractura con golpes de martillo o aplicaciones constantes de presión. Las fracturas controladas pueden producirse por la prueba de impacto o la prueba de tensión, y pueden controlarse la localización de la fractura mediante el muesqueo o el ranurado del material.

#### 2.3.3.2.- CORTE POR DISCOS ABRASIVOS

Desde antaño, los instrumentos más comunmente usados para el corte en los laboratorios metalográficos son las máquinas de corte abrasivo. Incluyen desde las pequeñas para cortes delgados, que son máquinas que emplean discos aglomerados con abrasivo de diamante, de aproximadamente cuatro pulgadas de diámetro y solo unas cuantas milésimas de pulgada de espesor, hasta las máquinas grandes de piso que emplean discos de abrasivo o de diamante de más de doce pulgadas de diámetro y de 1/16 de pulgada de espesor. Las máquinas de corte automáticas de diseño avanzado para laboratorio emplean discos abrasivos de 6 a 12 pulgadas de diámetro.

El corte abrasivo por disco puede producir daños de deformación hasta de una profundidad tan grande como 0.04 pulgadas. Este daño puede disminuirse empleando discos de corte delgados. El disco duro (el que está hecho con materiales aglomerados duros) comúnmente es el mejor para cortar piezas suaves, al contrario se prefiere un disco suave para materiales duros, ya que se debe permitir un mayor desgaste de uno de los dos componentes durante el corte.

Todo el corte con disco abrasivo se debe de hacer en húmedo. Debe permanecer directo sobre el corte el fluido de agua o de aceite soluble en agua. Algunas máquinas cortadoras de laboratorio proporcionan corte sumergido. El corte en húmedo producirá un acabado de superficie suave, y lo más importante protegerá contra el daño excesivo de la superficie, causada por el sobrecalentamiento.

#### 2.3.3.3.- CORTE POR SEGUETA

Este es quizá el método más antiguo de corte en el laboratorio metalográfico. El método es aún usado con la segueta manual, de motor o de banda. En el corte por segueta el daño de la superficie es; en primer lugar de deformación mecánica, en forma relativa solo un daño muy pequeño resulta del calor por fricción. Las hojas de segueta, generalmente son hechas de acero endurecido y son empleadas para cortar solo materiales más suaves que la hoja de segueta, de lo contrario se rompería.

Debe emplearse aceite o soluble en agua como fluido de corte para evitar el desgaste prematuro de los dientes de la segueta, así como para disminuir el calor por fricción, que podría suavizar los dientes de la segueta o alterar la microestructura de la probeta abajo de la superficie cortada.

#### 2.3.4.- LIMPIEZA DE LAS PROBETAS METALOGRAFICAS

Es esencial la limpieza antes y durante el pulido, ya que deben ser retirados todo tipo de grasa y aceite mediante un solvente apropiado. Antes del pulido debe quitarse cualquier recubrimiento de metal que pudiera interferir con el ataque subsecuente del metal base. Las fracturas rugosas, deben limpiarse con una solución diluida de citrato de amonio o de ácido fosfórico, cuando se trate de aceros.

Al estudiar el acero base de un material galvanizado, por ejemplo, debe removerse el recubrimiento de zinc con una solución de ácido nítrico en frío o de ácido sulfúrico diluido. El método del ácido nítrico requiere que se evite el sobrecalentamiento, ya que las muestras grandes generarán un calor considerable; colocando el recipiente de limpieza en un contenedor con agua se evitará el ataque del acero base después de que se haya retirado el zinc.

Habrán ocasiones que se requiera de otro tipo de limpieza, más adelante se hablará de dos tipos de dispositivos de limpieza para la aplicación en particular de piezas sinterizadas.

#### 2.3.5.- IDENTIFICACION DE LAS PROBETAS

Las probetas serán útiles sólo si su origen es conocido. Por lo tanto, las probetas deben marcarse claramente tal que su identidad no se pierda una sola vez en la secuencia de preparación. Es importante que las marcas no causen ningún cambio en la superficie de la probeta. Las marcas se colocarán sobre el lado opuesto de la cara crítica para evitar así los daños. Las etiquetas de identificación deben fijarse de inmediato en la montura, para evitar pérdidas de identidad en este punto.

La identificación se puede hacer por los siguientes métodos:

- A). Empotrado simultáneo de una etiqueta de identificación escrita
- B). Inscrita
- C). Grabada por vibración o electrónica
- D). Estampada

## 2.4.- MONTAJE DE LA PROBETA

Existen muchas razones por lo cual es necesario incorporar una probeta en un dispositivo de montaje; el manejo se facilita, hace posible el acomodar la montura si la forma y tamaño de la pieza no es normal y que no posea esquinas agudas las cuáles podrían dañar los paños y lijas de pulido.

Una probeta puede montarse antes del corte, después del corte, después del maquinado o pulido preliminar o aún incluso después de algún tratamiento final de abrasión. Sin embargo, la etapa a la cual se lleve a cabo el montaje tiene poca influencia sobre cualquiera de las etapas de montaje por si mismo o en los subsecuentes pasos de preparación. En la actualidad las probetas son montadas casi totalmente en cilindros de plástico, en algunas ocasiones son útiles los diseños de grapas mecánicas.

Basándose en la técnica usada existen cuatro métodos fundamentales de montar probetas:

- a).- Monturas mecánicas
- b).- Montaje por electrorecubrimiento
- c).- Monturas de tipo fraguante
- d).- Materiales plásticos termofijos y termoestables

### 2.4.1.- MONTURAS MECANICAS

Por lo general los alambres y las láminas se montan acomodando varias probetas dentro de un paquete sosteniéndolas con dos piezas y dos pasadores. Estas piezas terminales deberán ser de preferencia de la misma dureza que las probetas o piezas a montarse, ya que por lo general el redondeo de los bordes de la sección a pulirse se debe a la diferencia de la dureza de las probetas y de los sostenedores. Si esto no fuera posible, por lo menos debe tener características similares de pulido y abrasión, cuando es de importancia la retención de la forma del borde. También debe tener características similares de ataque o ser inerte a las soluciones de ataque cuando sea necesario atacar la probeta una vez realizado el pulido. Además las probetas deberán estar estrechamente unidas para prevenir la absorción excesiva y la subsecuente exudación de los líquidos de pulido y ataque, esta exudación también debe evitarse si el reactivo de ataque pueda dañar el sistema de lentes del microscopio.

Si no se tiene la separación adecuada surge otro problema, que es el manchado a lo largo de todo el borde de la probeta, esta dificultad se soluciona insertando una hoja delgada de material suave para asegurar una probeta más compacta y para proteger o preservar las irregularidades superficiales, pero como ya se mencionó este material de relleno no deberá reaccionar electrolíticamente con la probeta durante el ataque. También se

pueden ocupar películas de material plástico en donde no surgen problemas debido a las diferencias de ataque.

La presión del prensado también es de importancia, ya que si esta es muy baja se presenta la formación de huecos, y en forma contraria si la presión es demasiado alta las probetas pueden resultar deformadas.

La naturaleza del procedimiento de monturas por grapas y las precauciones asociadas a ella limitan su aplicación a probetas con superficies planas. Como el método resulta incómodo de ahí que su restricción tiende a aplicarse solo en casos en donde el montaje por plástico no es posible, o por algunas razones especiales, como por ejemplo, tamaño muy grande de la probeta.

#### 2.4.2.- ELECTORRECUBRIMIENTO Y MONTAJE

Los alambres pequeños, probetas de formas extrañas, irregulares o algunas fracturas que tengan que examinarse en sus bordes, por lo regular son electrorrecubiertas antes de montarse para evitar las rasgaduras o el redondeo durante el pulido. Estas probetas recubiertas son montadas después por algún otro procedimiento de montaje.

Los metales ferrosos son recubiertos con cobre para este propósito, el procedimiento se presenta como anexo A, en la página siguiente.

Los metales preciosos por lo general se recubren con níquel, oro, plata, mientras que las fracturas de muchos metales no ferrosos se recubren con plata.

El metal de recubrimiento debe de ser un metal ligeramente más suave que la probeta para evitar la diferencia de pulido del material que pudiera enmascarar el borde y no debe reaccionar electrolíticamente con el metal base de la probeta.

A N E X O A

PROCEDIMIENTO PARA RECUBRIR MATERIALES FERROSOS  
[6]

- 1.- Aplicar primero un recubrimiento rápido en un baño de cianuro

COMPOSICION BAÑO DE CIANURO

22.5 gramos de Cianuro cuproso  
34.0 gramos de Cianuro de sodio  
15.0 gramos de Carbonato de sodio  
1.0 litro de agua

- 2.- Aplicar la densidad de corriente de 0.2 Amperes/dm<sup>2</sup> a este baño

- 3.- Seguir con un recubrimiento en un baño de sulfato de cobre

COMPOSICION DE BAÑO DE SULFATO DE COBRE

250.00 gramos de cristales de Sulfato de cobre  
75.00 gramos de ácido sulfúrico  
1.00 litro de agua

- 4.- Aplicar en este baño una densidad de corriente de 2 a 4 Amperes/dm<sup>2</sup>. Hasta la obtención de la capa deseada para la protección de los borde.

### 2.4.3.- MONTAJE EN CILINDROS DE PLASTICO

Los requerimientos de los plásticos usados en el montaje metalográfico son por lo regular poco exigentes. Ninguno de los plásticos disponibles en la actualidad hacen frente a todas las exigencias, por lo tanto es necesario poseer un gran número de los mismos para que pueda ser seleccionado el o los más apropiados para la aplicación en particular. Para realizar esto debemos ser capaces de adecuar las necesidades de la aplicación en particular con las propiedades de los plásticos disponibles. Por consiguiente, en principio hay que conocer las propiedades de los plásticos de montaje.

#### 2.4.3.1.-REQUERIMIENTOS DE LOS PLASTICOS DE MONTAJE

- 1.- El proceso de montaje no deberá dañar la probeta causándole una distorsión física o cambios estructurales, los cuáles serían detectados en el examen microscópico subsiguiente.
- 2.- Es deseable una resistencia adecuada a la distorsión física a temperaturas elevadas, si la probeta requiere ser calentada durante el pulido, ataque o lavado.
- 3.- Se requiere una resistencia adecuada a los reactivos químicos y solventes dentro de los cuales pueda ser sumergida la probeta montada. El ataque de esta naturaleza es relevante cuando causa una marcada deteriorización del plástico o cuando manchas debido a la reacción y/o los productos de la solución se depositan sobre la superficie de la probeta.
- 4.- Es indeseable que se forme una fisura en la intercara plástico-probeta, porque el escurrimiento de las soluciones a partir de la fisura puede causar el manchado de la superficie preparada. Esto también es útil cuando se desea una buena retención de las orillas de la probeta, particularmente cuando estén presentes sobre la probeta películas superficiales irregulares delgadas (tales como los óxidos).
- 5.- Puede desearse que el plástico penetre y llene los pequeños poros y hendiduras o grietas de las probetas (cuando, por ejemplo estos causan dificultades en el contacto de las soluciones durante la preparación y el ataque).
- 6.- Los grados de abrasión y pulido del plástico deben ser similares a aquellos de la probeta.
- 7.- Es necesario una conductancia eléctrica significativa si la probeta va a ser atacada o pulida electrolíticamente.

- 8.- En ciertos casos se requiere una transparencia que permita el reconocer las características sobre la superficie de los lados de las probetas.
- 9.- El plástico debe ser sencillo de moldear y de fácil disposición en el mercado.
- 10.- El costo puede ser la consideración final, aunque debe de mantenerse en perspectiva contra los otros costos de preparación.

#### 2.4.3.2.- PROPIEDADES DE LOS PLASTICOS DE MONTAJE

A continuación se comparan los plásticos uno a uno con sus propiedades enlistadas en la tabla 2.1

TABLA 2.1  
PROPIEDADES TIPICAS DE PLASTICOS ADECUADOS  
PARA MONTAJE METALOGRAFICO

PLASTICO	T I P O	CONDICIONES DE MOLDED			TEMPERATURA DE DISTORSION DE CALOR °C nota 5
		TEMPERATURA °C	PRESION lb/pl <sup>2</sup>	TIEMPO	
Fenólico polvo de moldeo	Termofijo nota 1	170	4000	5 min	140
Acrílico polvo de moldeo de polimetil metacrilato	Termoplástico	150	4000	sin	65
Epóxico resina fra- guante	Termofijo nota 2	20 - 40	-	24 hr	60 nota 9
Allyl compuesto de moldeo	Termofijo nota 3	160	2500	6 min	150
Formvar compuesto de moldeo de formol polivinilo	Termoplástico	220	4000	sin	75
Polivinil compuesto de moldeo clora- do	Termoplástico nota 4	160	3000	sin	60



C O N T I N U A C I O N T A B L A 2. 1

COEFICIENTE DE EXPANSION TERMICA in/in/°C nota 8	VELOCIDAD DE ABRASION um/min nota 7	VELOCIDAD DE PULIDO um/min nota 8	TRANSPARENCIA	RESISTENCIA QUIMICA
$3 - 4.5 \times 10^{-5}$	100	2.9	Opaca	Sin resistencia a ácidos fuertes o alcalinos
$5 - 9 \times 10^{-5}$	-	7.5	Blanca	Sin resistencia a los ácidos fuertes
$4 - 7 \times 10^{-5}$	100	1	Clara pero con un café brillante en el color	Ligera resistencia a la mayoría de los alcalinos y ácidos Resistencia pobre a los ácidos nítrico concentrado y al acético glacial
$3 - 5 \times 10^{-5}$	190	0.8	Opaca	Sin resistencia a los ácidos fuertes y alcalinos
$6 - 8 \times 10^{-5}$	20	1.1	Clara pero con un café brillante en el color	Sin resistencia a los ácidos fuertes
$5 - 18 \times 10^{-5}$	45	1.3	Opaca	Alta resistencia a la mayoría de los ácidos y alcalinos

N O T A S R E F E R E N T E S A L A T A B L A 1

- 1.- Grado relleno de madera, de preferencia con bajo contenido de relleno
- 2.- Resina epóxica líquida con un endurecedor amino alifático
- 3.- Polímero diallyl ftalato con un relleno de asbesto
- 4.- Un P.V.C. estable rígido; por ejemplo, una mezcla de 100 partes de una pasta grado fábrica, dos partes de fosfato dibásico de plomo, y dos partes de sulfato tribásico de plomo.
- 5.- Como está determinado por el método descrito en ASTM D648-56, como una resistencia de fibra de 264 lb/plg<sup>2</sup>
- 6.- El coeficiente de expansión térmica de la mayoría de los metales está en el rango de  $1 - 3 \times 10^{-5}$  in/in/°C.
- 7.- Velocidad de abrasión para una probeta de un área de 1 cm<sup>2</sup> desbastada con una lija ligeramente gastada de grado 600 de carburo de silicio bajo una carga de 100 g a una velocidad de 10<sup>4</sup> cm/min; estas son aproximadamente las condiciones que se aplican durante la operación de abrasión común sobre una rueda giratoria a 200rpm.  
Para algunos metales las cifras comparativas son:
 

Cromo	1.5	um/min
Latón (70/30)	14	um/min
Aluminio	45	um/min
- 8.- Velocidad de pulido de una montura de 1 pulg. de diámetro sobre una rueda giratoria a 250 rpm cubierta con un paño de cerdas sintéticas y cargado con un abrasivo de diamante de 4 - 8 um de grado. Estas cifras son comparables con las de la tabla 2.2.
- 9.- Depende de la escala de curado, puede ser tan alto como 110°C cuando el curado es en caliente.

NOMBRES COMERCIALES DE ALGUNOS TIPOS DE PLASTICOS

TIPO	PRESENTACION COMERCIAL
FENOLICAS	POLVOS DE COLORES NEGRO, ROJO, VERDE Y COMO PREMOLDES.
DIALYL FTALATO	POLVO AZUL
TERMOPLASTICOS	POLVO TRANSPARENTE (TRANSOPTIC)
EPOXICA	JUEGO DE RESINAS (EPO-KWICK. FAST CURE EPOXY)
ACRILICA	JUEGO DE RESINAS (SAMPL-KWICK. FAST CURE ACRYLIC)

**i).- Daño a la probeta por montaje en plasticos**

Se disponen de dos tipos generales de plásticos, es decir, aquellos que deben ser moldeados bajo presión a temperaturas elevadas y aquellos que pueden ser colados como líquido el cual polimeriza subsecuentemente a presión atmosférica y temperaturas cercanas a la temperatura ambiente (tipo fraguado). El moldeo en el primer caso puede causar los siguientes tipos de daños a la probeta: fractura de los materiales frágiles, distorsión de las probetas quebradizas, cambios estructurales en las aleaciones de endurecimiento por precipitación, si estas ocurren a las temperaturas de moldeo, introducción de enmascaramientos por deformación de ciertas aleaciones (latón y circonio). El daño por presión se evita completamente con el uso de plásticos de fraguado y es mayor el daño por calentamiento, ya que algún calentamiento puede ocurrir debido a la naturaleza exotérmica del proceso de polimerización.

**ii).- Distorsión del plástico a temperaturas elevadas**

Los plásticos de moldeo pueden ser además subdivididos en los tipos termoplásticos y termofijos. En estos últimos ocurre un proceso de curado a la temperatura de moldeo y se debe permitir un tiempo apropiado para que sea completo. En el caso de los termoplásticos el proceso de moldeo es solamente el de consolidación, es un proceso que se inicia a una temperatura un poco abajo de la de moldeo enlistada en la tabla 2.1 el cual se completa en un tiempo corto después de que se alcanzó dicha temperatura. Sin embargo, una vez consolidado, el termoplástico debe ser enfriado por debajo de cierta temperatura característica, antes de que este pueda ser forzado, ya que puede ser distorsionado seriamente. Por otra parte, no puede ser calentado subsecuentemente arriba de esta temperatura, si se quiere evitar la distorsión será solo bajo presión. Esta temperatura, la cual es conocida como temperatura de distorsión en caliente, no puede definirse con precisión debido a que es dependiente del esfuerzo aplicado y del grado de tensión aceptado. Las características enlistadas en la tabla 2.1 son para una serie de condiciones normalizadas y son solamente comparativas, aunque pueden dar una indicación a groso modo de la temperatura a la cual el plástico permanecerá sin distorsiones serias en la práctica del montaje metalográfico. Nótese que los termoplásticos tienen temperaturas de distorsión en caliente más bajas comparados con los plásticos termoestables.

Los materiales termofijos, entonces requerirán la aplicación simultánea de presión y temperatura durante el ciclo de moldeo y deben retirarse del molde de la prensa a la temperatura máxima de moldeo. Los materiales típicos termofijos son los compuestos fenólicos, y en el mercado existen incluso como premoldes para cuando la sección de la pieza no deba ser deformada por la presión inicial, además se reduce el tiempo de moldeo. Otro tipo de materiales en esta categoría son los compuestos de dialil ftalato, existen las fenólicas mezcladas con aluminio cuando se requiera de conductividad eléctrica.

Los materiales termoplásticos se mantienen fundidos a la temperatura máxima de moldeo y deben enfriarse cerca de la temperatura ambiente antes de retirarlos del molde de la prensa. Debido a sus valores de presión bajos que se utilizan durante los ciclos de precalentamiento y de moldeo, con este tipo de materiales se pueden encapsular piezas muy frágiles.

Los materiales tipo epóxico, son un medio de montaje con curado a temperatura ambiente. Posee excelentes cualidades de adhesión y la viscosidad apropiada para rellenar las muestras con cavidades y poros. Las monturas tienen un contracción baja, son duras, son densas y con una resistencia alta a la abrasión mecánica y al ataque químico,

### iii).- Resistencia al ataque químico

Todos los plásticos enlistados poseen una resistencia adecuada a los reactivos comparativamente suaves que se emplean para muchos de los ataques metalográficos. Sin embargo, muchos muestran una resistencia no satisfactoria a los reactivos fuertes empleados, por ejemplo, los usados en el ataque de los metales refractarios. El cloruro de polivinilo y los plásticos epóxicos son satisfactorios en este aspecto.

Los plásticos también muestran una resistencia variada a los solventes más comúnmente empleados en las operaciones de limpieza y secado; aunque en esta instancia, puede escogerse el solvente satisfactorio que se adecúe al plástico. Por ejemplo, todos los plásticos enlistados poseen una buena resistencia al alcohol, pero el epóxido y el formvar (tipo de resina comercial), son atacados por la acetona, como para permitir la formación de manchas cuando se emplea dicho solvente para el secado; los plásticos de acrílico son atacados severamente con la acetona y por los hidrocarburos clorados. Los plásticos Allyl tienen una prominente resistencia a estos solventes.

**iv).- La formación de fisuras en la intercara probeta-plástico**

Solamente uno de los plásticos enlistados, particularmente el tipo epóxico fraguante se adhiere físicamente a los metales, y este es un requerimiento básico para la ausencia completa del fisurado entre la probeta y la montura. Sin embargo, puede obtenerse una ausencia aparente del fisurado con algunos de los plásticos restantes, procurando que sean tomadas las precauciones adecuadas.

El primer factor de importancia aquí es la relación de los coeficientes de expansión térmica del plástico y de la probeta. El coeficiente de expansión de los plásticos varía sólo ligeramente del rango característico de los metales (tabla 2.1). Es preferible una diferencia mayor debido a que esto aumenta la tendencia del plástico a contraerse sobre la probeta durante el enfriamiento desde la temperatura de moldeo. Así mismo es deseable el mantener la presión de moldeo durante el enfriamiento así como la temperatura más baja posible, aunque existe un pequeño punto en la continuidad de éste más bajo que la temperatura de distorsión en caliente; por consecuencia esta precaución será menos efectiva entre más alto sea la temperatura de distorsión en caliente del plástico.

El cloruro de polivinilo y los plásticos acrílicos poseen características buenas en orden ascendente de mérito en estos puntos. No obstante, aún no se obtendrá la ausencia satisfactoria de fisuramiento con estos materiales cuando la forma de la probeta impida la libre contracción sobre ciertas superficies. Por ejemplo, puede obtenerse una probeta con ausencia satisfactoria de fisuramiento en la superficie externa pero no en la interna de una sección transversal de un tubo.

**v).- Habilidad de rellenar poros y cavidades o hendiduras**

Todos los plásticos líquidos de fraguado muestran una tendencia significativa de rellenar los poros y las hendiduras de la probeta. Incluso esta tendencia es solo leve y por lo regular se tienen que emplear técnicas de impregnación al vacío cuando este factor sea importante, por ejemplo en el caso de piezas sinterizadas.

vi).- Grados de abrasión y de pulido

Todos los plásticos poseen grados de abrasión mayores comparados con los metales, pero los grados para los diferentes plásticos difieren considerablemente entre sí (tabla 2.1). En términos generales, son mucho más altos para las resinas quebradizas termofijas que para las del tipo termoplástico. Por otro lado, los grados de pulido son extremadamente bajos, siendo menores que cualquiera de la de muchos metales (comparar la tabla 2.1 y la tabla 2.2).

Esto puede significar que el grado de pulido de una probeta montada esté restringido al del plástico; de ahí que no se desee el uso de los plásticos con grados de pulido pequeños.

Estos factores tienen un efecto importante sobre la retención de los bordes de la probetas. Se ha demostrado que el formvar y el cloruro de polivinilo son los plásticos más satisfactorios para este punto y los plásticos fenólicos y epóxicos son los menos satisfactorios

T A B L A 2.2

VELOCIDADES COMPARATIVAS DE PULIDO DE METALES Y  
ALEACIONES COMUNES

PROBETA				VELOCIDAD DE PULIDO um/min
ALEACION	CONDICION	RANGO DE FUSION °C	DUREZA HV	
Eutéctico Sb-Sn-Pb	Recién Colado	95	11	24
Estaño	Recocido	231	9	9
Cadmio	Recocido	321	22	14
Plomo	Recocido	327	5	7
Zinc	Recocido	421	50	12
Magnesio	Recocido	650	40	16
Aleación de aluminio	Tratada térmicamente	580-650	105	13
Aleación de aluminio	Recocida	580-610	40	8
Aluminio	Recocido	660	25	9
Latón (40% Zn)	Recocido	900-905	155	15
Latón (30% Zn)	Recocido	915-955	95	14
Plata	Recocido	960	30	12
Cobre	Recocido	1083	45	11
Acero Auste- nítico (18%Cr, 8%Ni)	Recocido	1400 - 1425	170	3
Niquel	Recocido	1452	125	0.3
Titanio	Recocido	1725	275	0.1

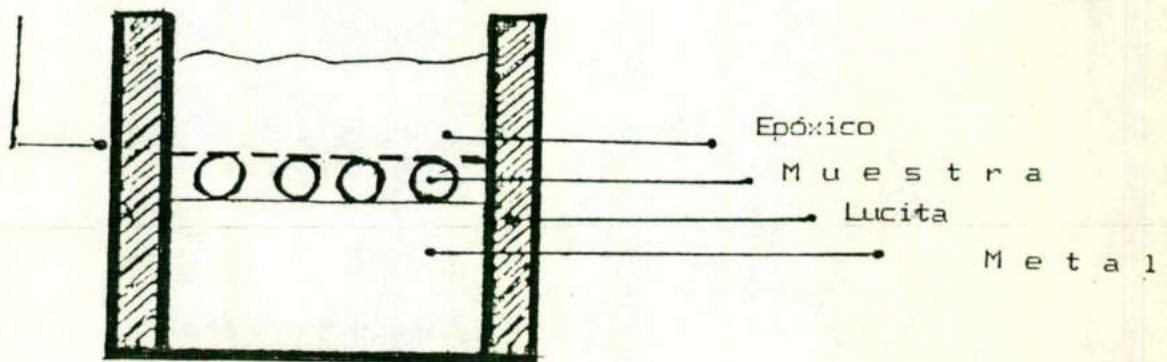
**N O T A:** Las probetas de (0.5 pul de diámetro) pulidas en un disco de pulido a 250 r.p.m. cubierta de un paño de cerdas sintéticas y "cargado" con abrasivo de diamante de 4 a 8 um de grado. Dividir estas velocidades de pulido entre cuatro cuando se comparen con la tabla 2.1 para alcanzar la diferencia en el area de la probeta.

vii).- Conductividad eléctrica

Los plásticos poseen como característica ser buenos aislantes eléctricos, por lo tanto se presenta un problema difícil el obtener un contacto eléctrico con la probeta. El contacto puede hacerse con la superficie preparada por medio de una sonda lo cual puede resultar en una mala distribución de la corriente; o también por la parte superficial posterior mediante la perforación de un orificio en la parte posterior de la montura, lo cual es difícil y puede dañar a la mayoría de los tipos de probetas. Antes del montaje también pueden adaptarse guías, pero esto puede dañar a la probeta y la guía no siempre se puede extraer inmediatamente después del montaje en el plástico.

Los arreglos de contacto ilustrados en la fig. 2.1 son los más dignos de confianza, pero resultan complicados y hay que planearlos o diseñarlos con anterioridad.

Nivele hasta aquí



F I G U R A 2.1

METODO PARA OBTENER EL CONTACTO ELECTRICO PARA PROBETAS PEQUEÑAS  
( H O F F M A N )

[2]



La solución más fácil al problema es el hacer el montaje plástico conductor, un requerimiento razonable sería convertir la resistencia desde la superficie preparada hasta la superficie posterior de la montura del orden de 100 ohms. Esto se puede llevar a cabo mediante el mezclado de cerca del 10 por ciento en volumen de polvo metálico, tal como las hojuelas de aluminio o de cobre en el plástico antes del moldeo. Bajo estas circunstancias, puede obtenerse una montura de baja resistencia, sin embargo, solo se hace posible si se conectan cadenas de las partículas metálicas dentro del plástico. En la práctica, la resistencia de las monturas preparadas por esta técnica varían en forma impredecible desde unos pocos ohms hasta casi el infinito.

Consecuentemente las monturas que son de baja resistencia pueden hacerse mediante el recubrimiento de las partículas individuales de plástico antes del montaje con una capa de material conductor, por ejemplo, un polvo de grado plasterol de cloruro de polivinilo puede ser recubierto mediante el mezclado con el 10 por ciento en peso de carbón negro fino. Las monturas así realizadas tendrían una sobrerresistencia en el rango de 100 a 200 ohms. Puede moldearse un disco del metal apropiado y montarse en la superficie posterior de tal montura, cuando se pueda hacer el contacto directo con este disco.

Si por cualquier razón, el plástico conductor posee un efecto adverso sobre las características de las caras de trabajo de la montura, entonces puede prepararse un montaje con la distribución que muestra la figura 2.2. (Ver el anexo B, página siguiente).

A N E X O B

METODO PARA LA PREPARACION DE LA MONTURA DE PLASTICO CONDUCTOR  
CON PLASTICO NORMAL SOBRE LA CARA DE TRABAJO

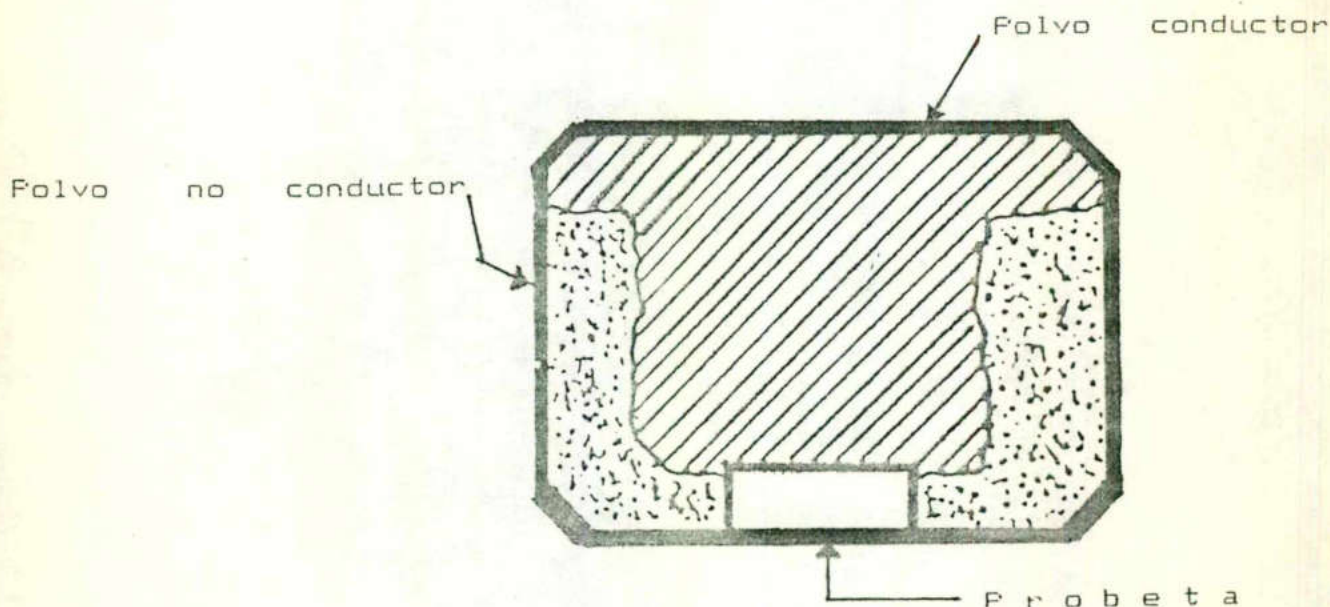
Coloque la probeta en el dispositivo normal de montaje, y vacíe el plástico sin tratamiento, el suficiente para cubrir la base de la montura, mientras que deja la superficie posterior de la probeta expuesta.

Coloque o inserte un tubo, el cual posee un diámetro externo algo más pequeño que el diámetro interno del molde.

Rellene el espacio anular resultante con plástico no conductor sin tratar y llene el tubo a un nivel un poco más alto con la mezcla plástica conductora.

Retire lentamente el tubo mientras lo golpea suavemente.

Cure la moldura en la forma normal. La distribución del plástico deberá ser como se ilustra en la fig 2.2. [2]



F I G U R A 2.2.

DIAGRAMA DE PROBETA MONTADA CON UN NUCLEO DE PLASTICO CONDUCTOR Y LAS SUPERFICIES DE TRABAJO DE PLASTICO NORMAL (LADROGA)

[2]

viii).- **Transparencia**

Los acrílicos son los únicos plásticos enlistados que son altamente transparentes, aunque los tipos epóxicos y formvar son lo suficientemente transparentes para muchos propósitos.

2.4.3.3.- **USOS DE PLASTICOS**

Aunque, como ya se ha observado, tiene que seleccionarse el mejor plástico para cada aplicación específica después de hacer una detallada consideración de la importancia relativa de un número de factores, aún es posible el bosquejar algunas conclusiones generales acerca de los campos de aplicación de varios plásticos. Así tenemos que:

**Fenólicos.-** Tienen poco por resaltar, exceptuando su fácil disponibilidad y bajo precio. Sin embargo, su empleo es el adecuado, solo cuando la montura sea usada como instrumento de manejo.

**Acrílicos.-** Poseen poca resistencia química, particularmente a solventes, virtualmente restringen su empleo en aplicaciones donde se requiera una extrema claridad en la montura.

**Epóxicas.-** Aplicación especial como resina de moldeo. Otras ventajas que tienen son; se obtiene una adherencia verdadera a la probeta, la montura es transparente y sólo se requiere de equipo de moldeo simple.

**Allyl.-** Proporciona una mayor adhesión aparente y una preservación de los bordes comparado con el tipo fenólico. Pero son menos satisfactorios en estos aspectos comparados con los tipos polivinilos formal y clorados. No son de fácil disposición y son caros. Otra desventaja son sus bajas velocidades de pulido y una resistencia pobre a los ácidos fuertes.

**Formvar.-** Excelente en las características de adhesión aparente y retención de bordes, incluso son menos caros y fácil de conseguir. Son comparables a los fenólicos por cuestión de precio, disponibilidad y de fácil manejo; por consecuencia deben ser considerados como los mejores para los usos generales de montaje.

## 2.5.- FINALIDAD DEL DESBASTE

Uno de los requerimientos de la secuencia de abrasión es la producción de una superficie plana y el otro requerimiento de igual, o incluso aún mayor importancia es que esta debe contener el mínimo de superficie dañada.

El desbaste sirve para aplanar la superficie, remover la superficie del material dañado y revelar la verdadera estructura de la muestra.

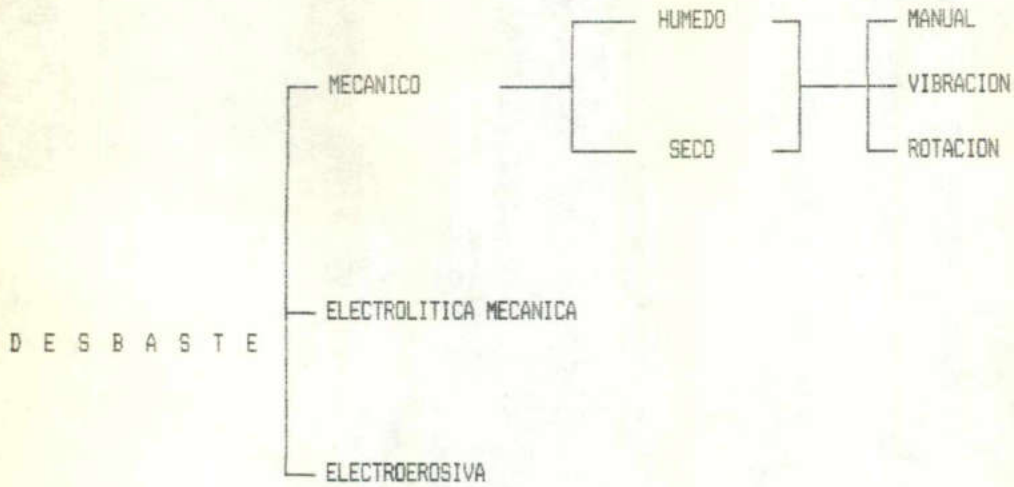
La superficie rugosa resulta de un desbaste grueso y se encuentra en un rango de 10 a 100 micras ( 1 micra: 1/1000mm). El desbaste fino permite una rugosidad de 1 a 10 micras y produce un plano o superficie lisa, que solamente es adecuado para el examen macroscópico o para macroataque.

Existen varios métodos de desbaste, en el cuadro 2.1. se resumen los más comunes en la preparación metalográfica.

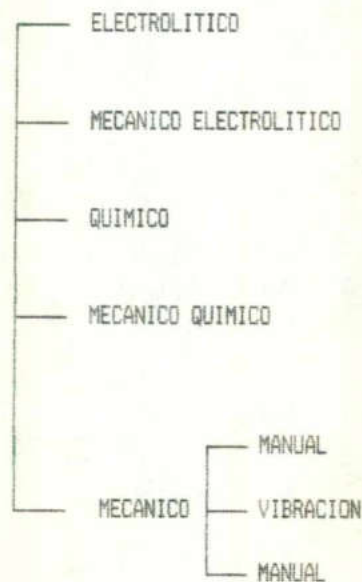
2.5.1.- TIPOS DE METODOS PARA DESBASTE Y PULIDO METALOGRAFICO

C U A D R O 2.1

RESUMEN DE LOS METODOS  
DE DESBASTE Y PULIDO METALOGRAFICO



P U L I D O



CORTE DEL MICROTOMO

## 2.5.2.- DESBASTE Y PULIDO MECANICO

El desbaste y pulido mecánico son los más comunes. Se componen ya sea de un removedor abrasivo, o empleando una técnica manual sobre un abrasivo fijo, platos o discos vibrantes, ruedas giratorias o bandas continuas.

### 2.5.2.1.- MECANISMO DE DESBASTE

Durante el desbaste y pulido mecánico la superficie es removida por el abrasivo en forma de virutas o rebabas. Son consecuencias características de estos, las rayas, la deformación y algunas manchas.

El propósito del desbaste y pulido mecánico es producir una superficie adecuada por medio de una remoción paso a paso del material deformado hasta que este sea insignificante.

En el desbaste grueso se obtiene una deformación predominante, y durante el pulido lo es el manchado debido al flujo plástico. Esto se ilustra esquemáticamente en la figura 2.3.

Se considera que el pulido produce un plano superficial y que las rayas del desbaste han sido removidas. Las rayas profundas han sido llenadas con un material que previamente sobresalió en la superficie. Esto es resultado de las partículas abrasivas sueltas no soportadas o suspendidas en el paño en las etapas de pulido. Este efecto da la elevación de la capa negra manchada como se muestra en la figura 2.3. Esta región está compuesta de diverso material deformado de la muestra, mezclado con los compuestos de pulido.

Junto a esta capa está un rango de material deformado con un decremento de deformación hacia el interior de la probeta. Las líneas de igual deformación no corren paralelas a la superficie de la probeta, pero siguen el perfil por la acción del desbaste grueso.

Las variaciones en las condiciones de la superficie producen diferentes propiedades, tales como los potenciales electroquímicos. Las áreas que tiene el más alto grado de deformación, por ejemplo, tienen la mayor reacción a las soluciones de ataque y por lo tanto son disueltas en un alto grado. Esta es la razón por la que reaparecen las rayas de la superficies pulidas después de ser atacadas, revelando así una preparación deficiente.

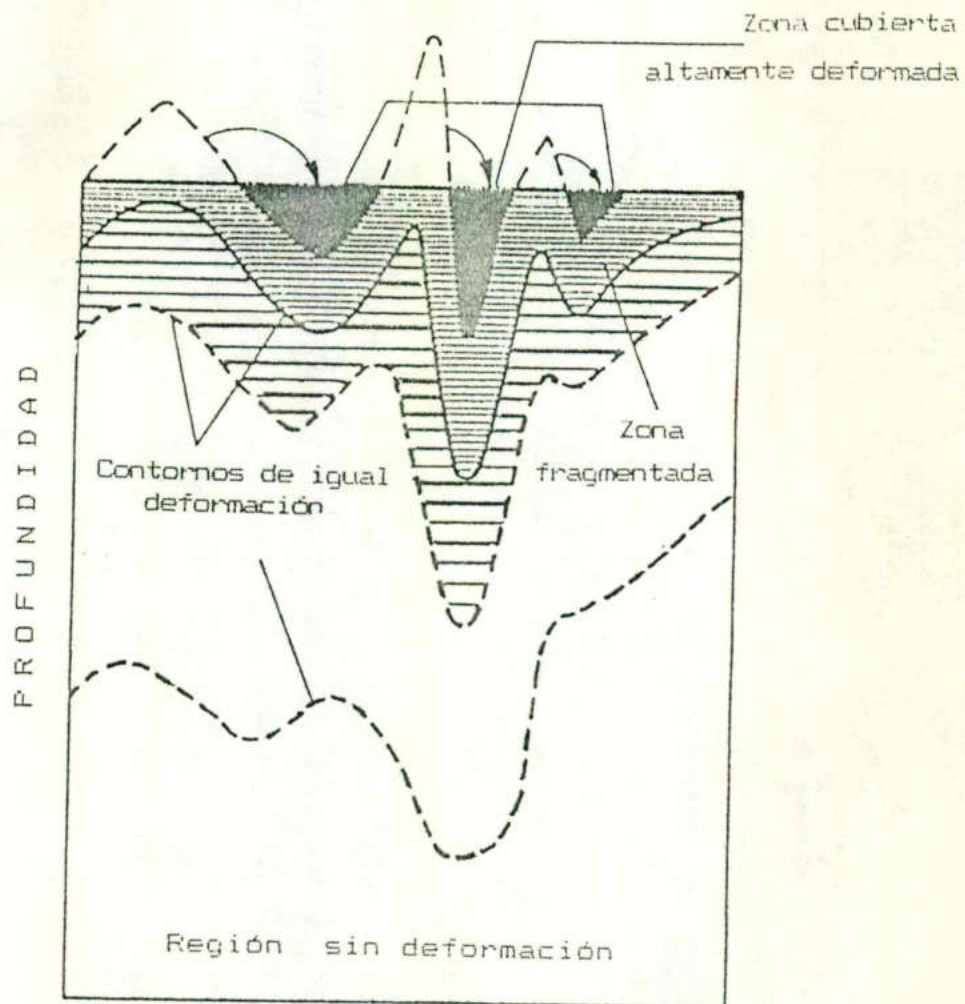


FIGURA 2.3.

DIAGRAMA ESQUEMATICO DE LA REGION SUPERFICIAL  
DE UNA MICROSECCION DESPUES DEL  
DESBASTE Y PULIDO

[5]

2.5.2.1.1.- ESTRUCTURA GENERAL DE LA CAPA DEFORMADA POR EL  
MECANISMO DE ABRASION

La estructura o patrón general de la deformación plástica en la película dañada es la que se revela por el examen metalográfico de las secciones escalonadas (taper section)

DEFINICION DE TAPER SECTION: [4]

La sección es cortada en un ángulo agudo a la superficie de interés y a distancias perpendiculares a la sección lineal, y estas son ampliadas geoméricamente por un factor equivalente a la relación equivalente.

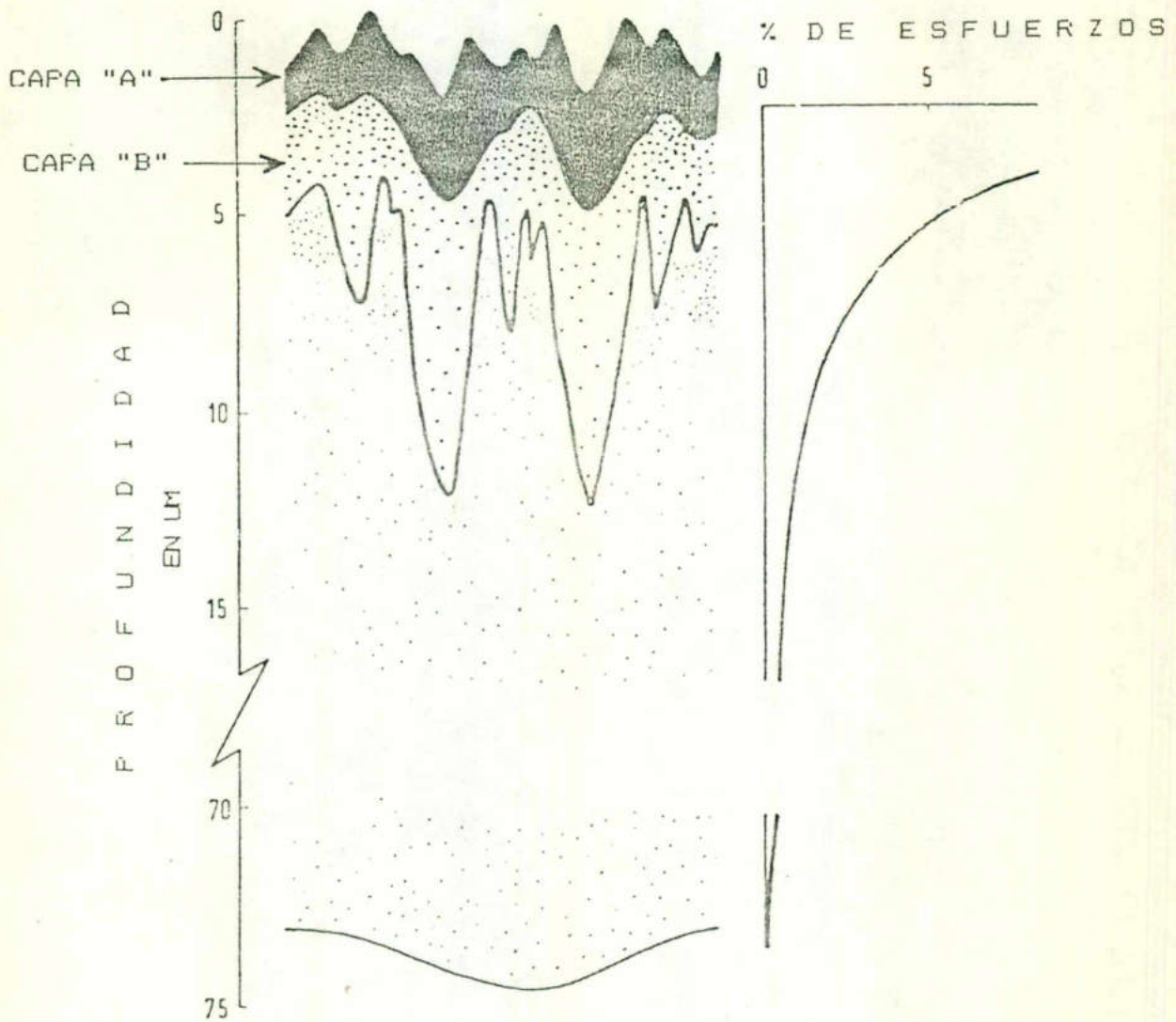
La sección cónica o disminuida transversal son cortadas con la sección perpendicularmente a la posición de las rayas unidireccionales, y la sección disminuida longitudinal lo es con la sección lineal paralela a las rayas.

En la figura 2.4. se da la distribución completa de esfuerzos en la capa deformada, en la que se da la variación del esfuerzo como función de la profundidad a un punto dado y la variación en profundidad de un límite particular de esfuerzo .



FIGURA 2.4

DIAGRAMA ESQUEMATICO DE LA DISTRIBUCION DE ESFUERZOS  
EN LA CAPA DEFORMADA PRODUCIDA POR LA ABRASION



Representación esquemática de la distribución de esfuerzos en la capa deformada, producida por la abrasión de un latón recocido 70:30, sobre una lija grado 220:

CAPA A: La capa exterior fragmentada.

CAPA B: La capa con esfuerzos menores mostrando el límite plástico y un límite de esfuerzo aprox. a un 5% de nivel de compresión.

En el extremo derecho del croquis se indica la forma aproximada del gradiente de esfuerzos en un plano vertical.

2.5.2.1.2.- PROFUNDIDAD TOTAL DE MATERIAL DAÑADO

La profundidad de las rayas, rugosidad, más la profundidad de la deformación es igual a la profundidad total del material dañada , tal como se ve en la gráfica 2.5.

La profundidad de la rugosidad es directamente proporcional al tamaño de partícula del abrasivo, pero la profundidad de la deformación desarrolla un valor constante después del incremento inicial.

$$\text{PROFUNDIDAD DE LA RUGOSIDAD} + \text{PROFUNDIDAD DE LA DEFORMACION} = \text{PROFUNDIDAD DEL MATERIAL DAÑADO}$$

En la gráfica 2.5. se ilustra esta relación y se hace necesario su estudio para hacer una buena selección y uso adecuado del abrasivo de pulido.

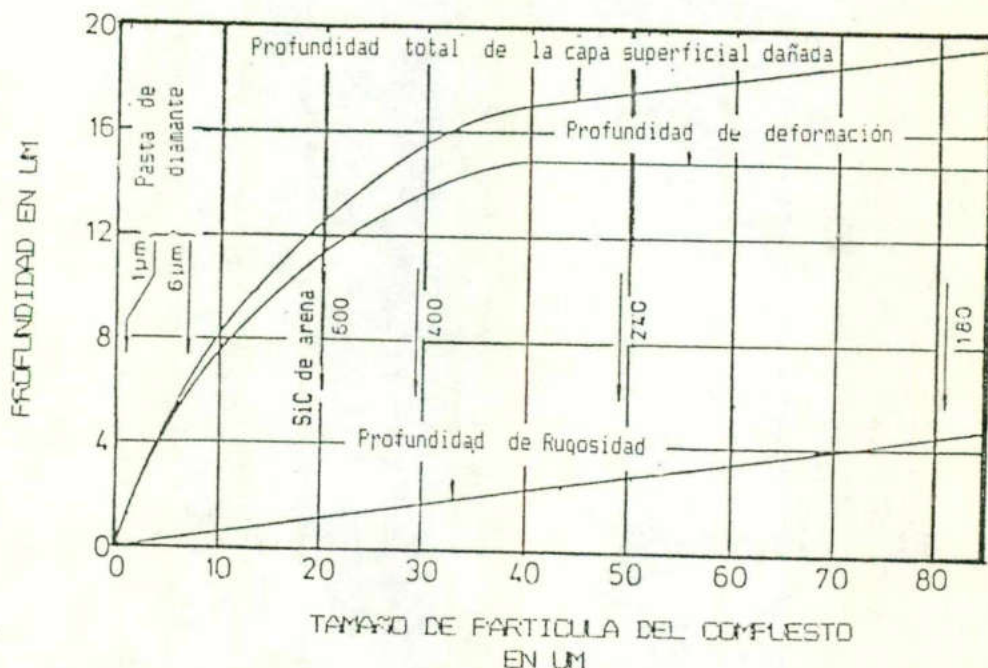


FIGURA 2.5.

PROFUNDIDAD DE RUGOSIDAD, DE DEFORMACION Y PROFUNDIDAD TOTAL DE LA PELICULA SUPERFICIAL DAÑADA COMO UNA FUNCION DEL TAMAÑO DE PARTICULA DE LOS COMPUESTOS DE DESBASTE Y PULIDO

### 2.5.2.2.- COMPUESTOS PARA DESBASTE Y PULIDO

En metalografía se emplean los polvos inorgánicos como abrasivos .

En el diagrama de la figura 2.6. se muestran las áreas más comunes de aplicación para los abrasivos de desbaste y pulido más usuales. Como se observa el diamante y la alúmina pueden ser usados en el rango total de preparación de las probetas, otros no son tan versátiles debido a su costo, disponibilidad y eficiencia de aplicación.

El tamaño de partícula uniforme en un abrasivo da valores conocidos para calificar un buen abrasivo metalográfico. Se usa la malla para denotar el tamaño de granos abrasivos individualmente. Esto corresponde a la abertura de la criba por pulgada lineal en la criba estándar. Por ejemplo, un abrasivo de 320 mallas contiene partículas que pasarán justo a través de una criba teniendo 240 orificios de apertura en una pulgada lineal, pero que serán retenidos por la más fina cercana o sea 320 mallas en la criba.

Además del número de malla, el tamaño de grano y el grado de desbaste son usados por lo regular como estándares para la clasificación de los materiales abrasivos.

Los bordes, la alta dureza, la alta densidad de recubrimiento y los buenos depósitos en el material de soporte incrementan sustancialmente el grado de corte y reducen la profundidad de deformación. El diamante es superior a los otros abrasivos debido al grado con que cumple los requerimientos anteriores.

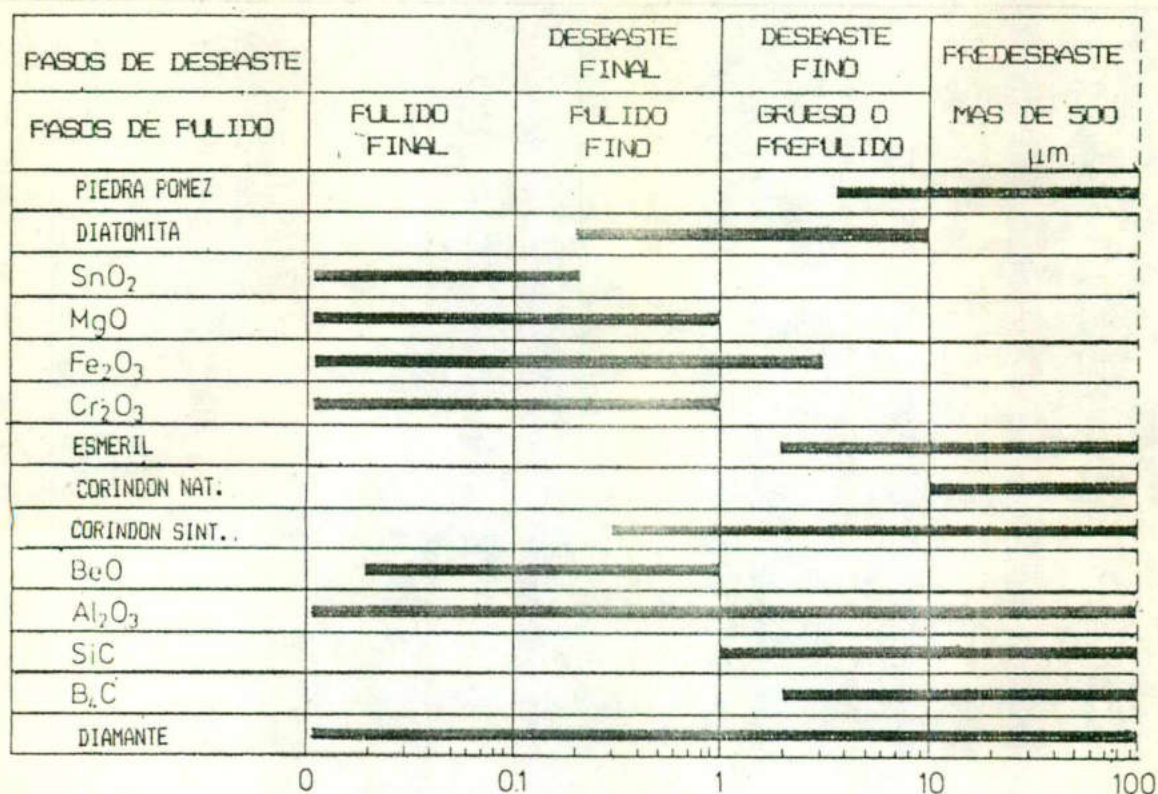


FIGURA 2.6

RANGO DE APLICACION DE LOS COMPUESTOS PARA  
PULIDO Y DESBASTE METALOGRAFICO

[5]

### 2.5.2.3.- FLUIDOS PARA DESBASTE Y PULIDO

Normalmente todos los pasos para preparación metalográfica requieren un vehículo como refrigerante y/o dispersante, causando una distribución uniforme de las partículas abrasivas en el paño.

El pulido en húmedo tiene numerosas ventajas en las cuáles se incluye:

- control de calor en la interfase material-abrasivo
- control de polvo nocivo
- vida más larga para abrasivos fijos porque los productos removidos continuamente son eliminados.

Los compuestos de diamante son solubles tanto en agua como en aceite, y comercialmente existen varios tipos que se adecuan a los requerimientos específicos de pulido. Así tenemos, por ejemplo, fluidos base aceites de origen mineral y aceites hidrocarbonados de pulido, de la marca BUEHLER:

FLUIDO MARCA METADI (base acuosa)  
ACEITE PARA PAÑO AUTOMET (base aceite)  
[12]

#### 2.5.2.4.- RELACION PRESION CONTRA VELOCIDAD DE REMOCION

Existen dos factores que participan en la presión aplicada sobre la muestra, la carga externa que se aplica sobre la muestra y la presión de adhesión que se crea por la tensión de la superficie de el fluido (lubricante). Estas presiones son importantes en la medida en que controlan la profundidad de las rayas y por consecuencia la profundidad total de deformación.

Para los abrasivos de tamaño de partícula gruesa que se usan en las etapas de desbaste grueso y fino, la distancia entre la muestra y el paño es relativamente grande debido al tamaño de la partícula. En esta circunstancia, la presión principal efectiva es el peso de la probeta y la fuerza aplicada externamente.

Con el tamaño de partícula generalmente usado para el pulido, la distancia muestra-paño se vuelve menos significativa, y esta distancia se aproxima al tamaño del diámetro de la partícula. Las consideraciones teóricas muestran una relación aguda en la presión de adhesión, como se ve en la figura 2.7.

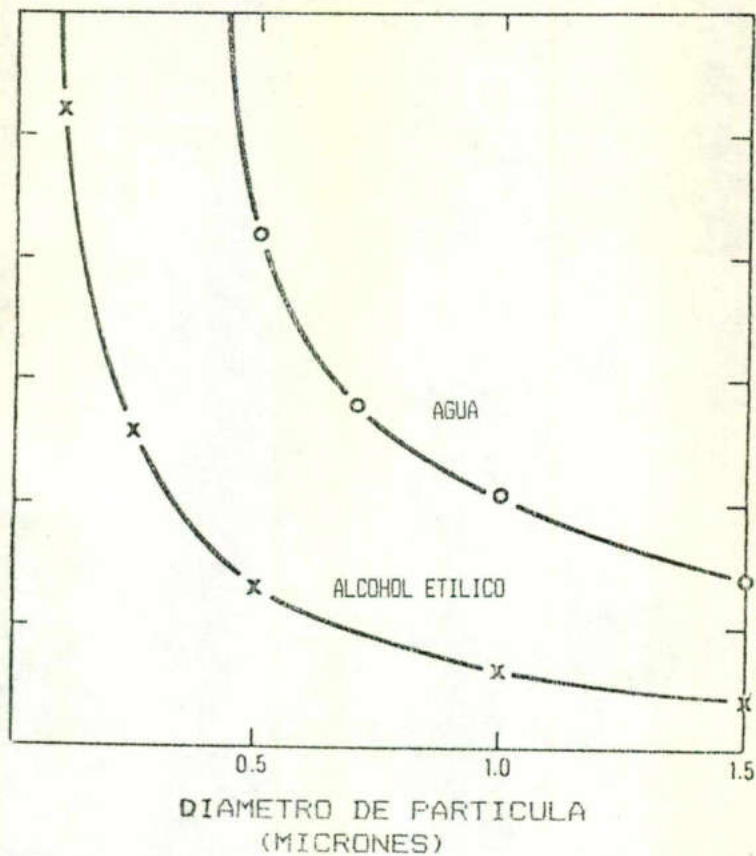


FIGURA 2.7  
[7]

Cada tamaño de abrasivo debe considerarse por separado. La presión mostrará un incremento con la disminución del tamaño de partícula. Dentro de ciertas limitantes de presión, la profundidad de la capa dañada es ligeramente afectada. Por lo tanto, es deseable el emplear las presiones altas correspondientes, para obtener las máximas velocidades de remoción.

VELOCIDAD DE REMOCION Y EFECTO DE PRESION

La velocidad de remoción se incrementará linealmente con la presión hasta un punto crítico y después decaerá, ver figura 2.8:

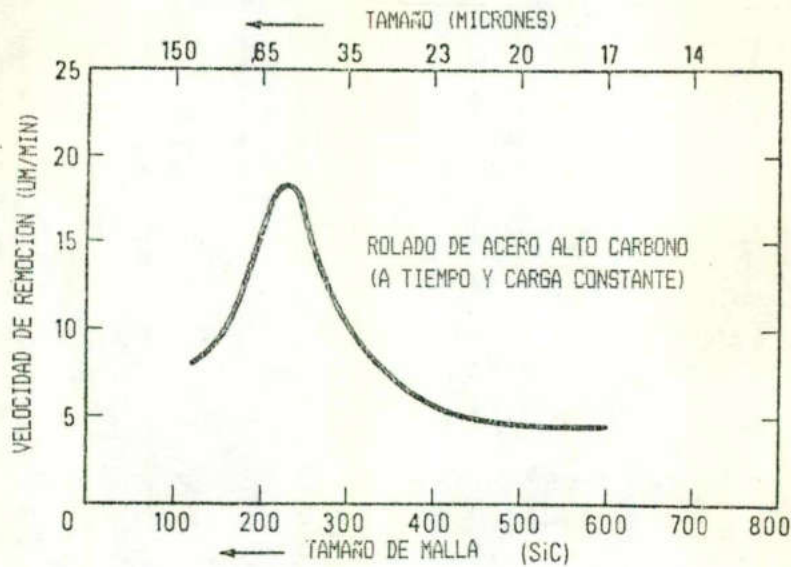


FIGURA 2.8.  
[7]

El rango de tamaño de partícula más grueso ( malla 50-180/350-70 micrones), tamaños que se emplean en el desbaste grueso, no tienen la fuerza dinámica para prevenir la fractura. Cuando ocurre la fractura debido a la presión excesiva, la superficie se verá impregnada con estas partículas fragmentadas. Tal fracturamiento se observa para las velocidades de remoción de los tamaños de partícula de 120 y 180 mallas. En las secuencias normales de preparación metalográfica, afortunadamente, es raro utilizar estos tamaños de partícula, y en realidad se puede empezar con abrasivos de malla 240 el cual posee una velocidad de remoción mayor, una menor profundidad de rayado y por consecuencia una disminución en la profundidad total de deformación como se observa en las figuras 2.9 y 2.10

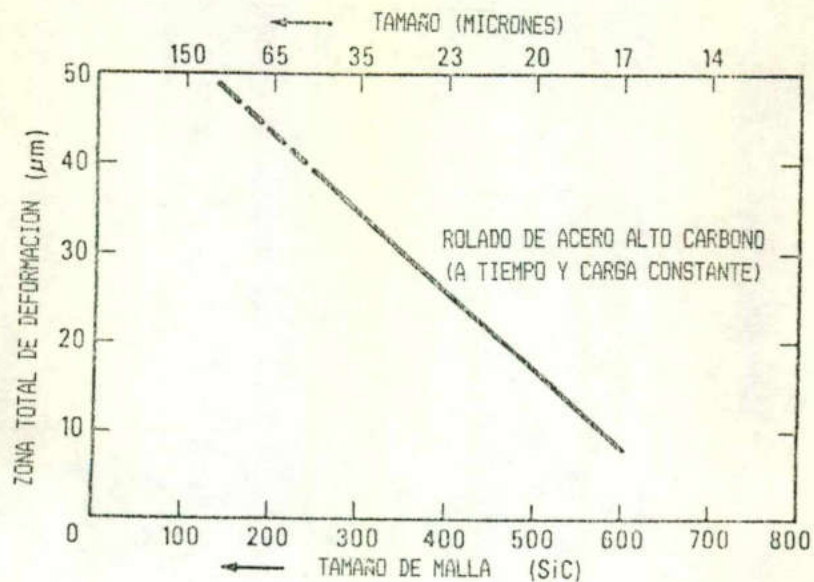


FIGURA 2.9  
[7]

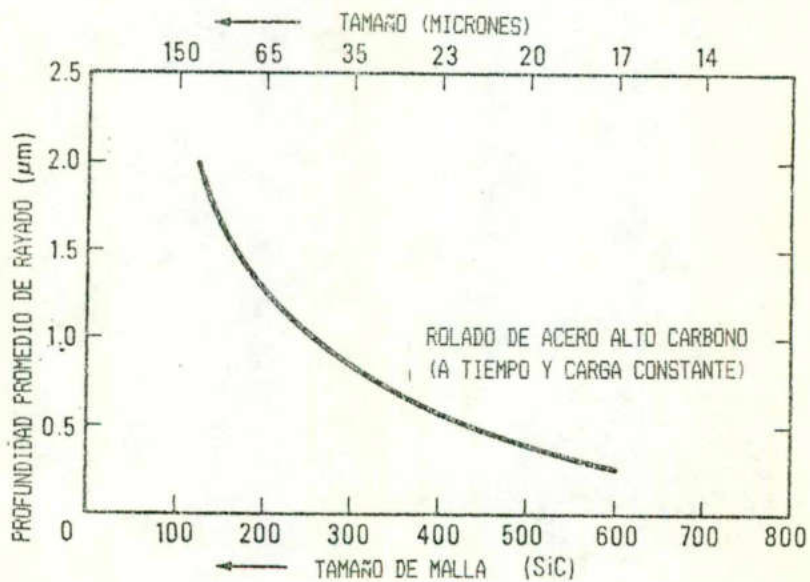


FIGURA 2.10  
[7]



Incrementando los valores de presión, tiempo y velocidad generalmente se trabaja con un mayor grado de remoción de material. El efecto de deformación varía de tal forma que:

- \* Una temperatura excesiva puede causar calentamiento y flujo de material el cual puede causar cambios en la microestructura. La presión no debe ser demasiado alta especialmente durante el pulido.
- \* Se prefieren tiempos cortos de desbaste y tiempos largos de pulido. Sin embargo el pulido en paño con abrasivos diferentes al diamante deben ser tan breves como sea posible, porque pueden resultar diversos efectos de relieve de los grados diferentes de remoción en los componentes individuales de la microestructura.
- \* Para materiales duros generalmente se aplican velocidades de desbaste y pulido bajas. Pero para algunos materiales extremadamente duros, (cerámicos, compuestos intermetálicos, carburos cementados), se prefieren velocidades altas de pulido.
- \* Debido a que el incremento de velocidad en el desbaste y pulido aumenta la temperatura superficial, los materiales sensibles al calor deben pulirse a velocidades bajas.

#### 2.5.2.5.- MOVIMIENTO DE LA PROBETA DURANTE EL DESBASTE Y PULIDO

La probeta siempre debe ser frotada en la superficie plana contra la superficie abrasiva, y ser mantenida firmemente con los dedos. En estas operaciones la probeta debe girarse 90° entre cada paso para evitar la formación de rayas orientadas en el desbaste y pulido. Cuando se usa un disco para desbaste y pulido, la rotación de la probeta es en oposición a la dirección de rotación del disco, y esto eliminará las rayas o trazos direccionales, las "colas de cometa" para ciertos tipos de inclusiones, "el desprendimiento" de fases pobremente consolidadas con la microestructura. Estos movimientos también proporcionan una remoción igual de material sobre toda la superficie.

### 2.5.2.6.- MATERIAL DE APOYO PARA DESBASTE Y PULIDO

Para la preparación de la probeta metalográfica en estas etapas de desbaste y pulido se usa una amplia variedad de substancias como soporte en la operación abrasiva tales como:

- papel
- pañó
- metal
- madera
- vidrio
- caucho duro y
- resina

#### 2.5.2.6.1.- SELECCION DEL MATERIAL PARA LAS ETAPAS GRUESA Y FINAL

El desbaste grueso es comúnmente usado sobre discos de papel abrasivo, el pulido grueso y final es hecho casi siempre sobre productos tales como madera, algodón, felpa y varios materiales sintéticos. Aquí es importante la elección del tipo de paño; ya que ciertos paños trabajan bien en ciertas aplicaciones pero no en otras.

Los paños de pelusa corta se prefieren generalmente para pulido grueso y paños de pelusa media para pulido final. Generalmente los abrasivos son aplicados a los paños en forma de pasta, suspensión o lodos.

La relación que guardan estos tipos de soporte con la deformación es la siguiente:

- \* Materiales de soporte duros o firmes, por su mayor dureza tienden a promover deformaciones en las probetas.
- \* Los materiales de soporte más elástico favorecen la disminución de deformaciones pero se incrementa la tendencia para relieves y el redondeado.

### 2.5.3.- CORTE POR MICROTOMO

El corte por microtomo emplea un carburo cementado o cuchillo de diamante, el cuál mecánicamente corta una capa de material. Aunque la acción de un microtomo es similar a un cepillado o fresado, todavía son aplicables los principios de desbaste y pulido. En el microtomo son posibles los cortes de alta calidad libres de deformación y flujo, sólo si el ángulo de corte se ajusta apropiadamente. Esta técnica es particularmente útil en el corte de materiales agregados tales como estructuras laminares, que tengan varios grados de dureza. El corte por microtomo, sin embargo, es restringido a materiales de aproximadamente 150 HV o menos.

#### 2.5.4.- DESBASTE Y PULIDO ELECTROLITICO

Aunque el desbaste electrolítico y el desbaste electroerosivo son raramente usados, el que se emplea más comúnmente es el pulido electrolítico, también llamado pulido anódico, el cuál ocurre a través de la disolución anódica de la superficie de la probeta en una celda electrolítica. (Capítulo 4).

Como se verá más adelante existen ciertas variables o parámetros que afectan el resultado del electropulido tales como la densidad de corriente, el voltaje, la composición electrolítica, temperatura y el grado de flujo, tiempo de pulido, tamaño del cátodo, su forma y composición, y las condiciones iniciales de la superficie de la muestra; mismas que tienen la influencia definida sobre el tiempo de fluido. Así lo que podemos decir al respecto es que entre mejor sea la superficie en el inicio y la densidad de corriente sea más alta, el tiempo de pulido será más crítico.

Lo mencionado en el párrafo precedente se considerará como explicación del por qué habrá que observar primero lo que se refiere al pulido mecánico que preparará la muestra para un pulido electrolítico.

#### 2.5.5.- PULIDO QUIMICO

El pulido químico es un proceso por el cuál la inmersión simple de una muestra en la solución adecuada de pulido electrolítico produce una superficie pulida sin el uso de corriente externa. Cuando la muestra es agitada en el baño de pulido, en cuestión de segundos o minutos, la superficie rugosa es removida y se produce una superficie libre de deformación.

Las soluciones de pulido casi siempre contienen agentes oxidantes tales como ácido nítrico, sulfúrico y crómico o agua oxigenada. También se adicionan ciertos agentes viscosos para controlar los grados de difusión y convección produciendo un proceso más uniforme.

##### 2.5.5.1.- VENTAJAS Y DESVENTAJAS DEL PULIDO QUIMICO

Se consideran ventajas del pulido químico:

- \* Su simplicidad y economía.
- \* Se requiere poca preparación, las probetas cortadas con disco no requieren preparación posterior.

- \* Tratamiento simple después del pulido, en la mayoría de los casos sólo se requiere lavar con agua.
- \* No deforma ni produce líneas.
- \* No se necesita la conductividad ni de la probeta ni de la montura.

Y entre sus desventajas:

- \* Su alto grado de ataque en los bordes.
- \* El efecto de "piel de naranja" con materiales de grano grueso.
- \* Formación de una película superficial compuesta de productos de reacción.

### 2.5.6.- COMBINACION DE LOS METODOS DE PULIDO

Cuando un método simple de preparación de probeta metalográfica falla para producir los resultados deseados, se puede trabajar una combinación de métodos para trabajarla mejor.

#### 2.5.6.1.- SECUENCIA DE ATAQUE + PULIDO

Las capas de flujo de metal pueden ser removidas totalmente por un ligero ataque y pulido mecánico una o más veces para concluir el pulido mecánico final.

#### 2.5.6.2.- ATAQUE/PULIDO

Este consiste en la aplicación simultánea de un reactivo de ataque durante la secuencia de pulido final. Es especialmente útil para evitar capas de flujo en metales suaves y aleaciones así como metales refractarios.

#### 2.5.6.3.- PULIDO MULTIPLE

Cuando se usa un pulido electrolítico con aleaciones heterogéneas, puede producirse algún efecto superficial no deseable como la formación de relieves o capas superficiales. Si damos un breve paso intermedio de pulido mecánico este puede remover esta condición y así producirá un acabado satisfactorio.

#### 2.5.6.4.- CHEQUEO ELECTROLITICO

Esto es la remoción del material simultáneamente por los métodos mecánicos y electrolíticos. En esta técnica la muestra o probeta (ánodo), es frotado contra un paño saturado con el electrolito y montado sobre un soporte o disco el cuál sirve como cátodo. Frecuentemente se usa corriente directa, pero alternativamente puede usarse corriente de baja frecuencia para mejores resultados con algunos metales tales como el molibdeno.

## 2.6.- ATAQUE

Aunque se puede obtener cierta información de la probeta pulida, la microestructura es usualmente visible sólo después del ataque. Sólo las características que exhiben una diferencia significativa en reflectividad (10% o más) pueden ser vistas sin ataque. Esto es debido a las características microestructurales con diferencias fuertes de color o con grandes diferencias en dureza causadas por la deformación de relieves. Grietas, poros, picaduras e inclusiones no metálicas pueden ser observadas en la condición de pulido.

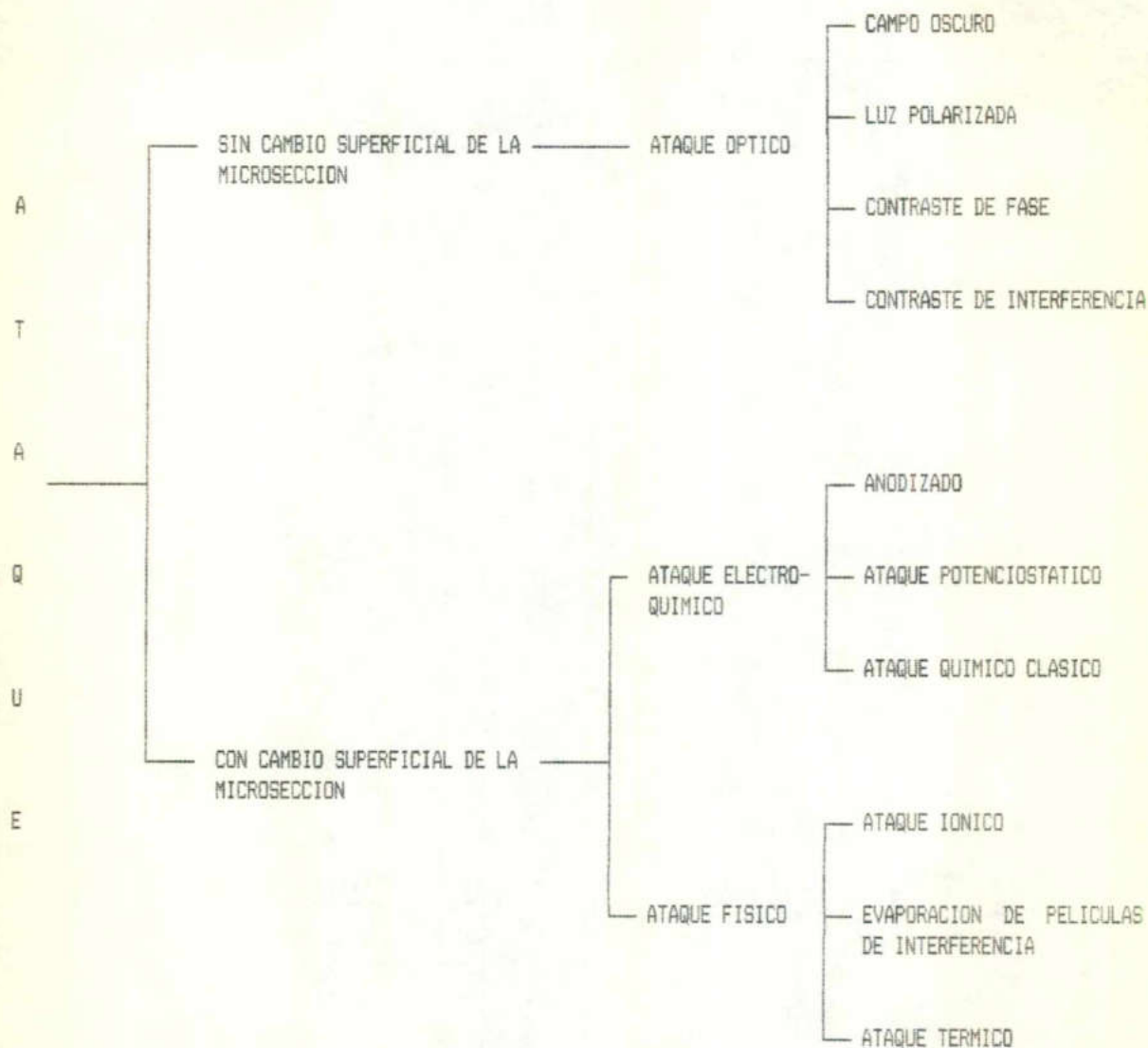
En la mayoría de los casos un espécimen pulido no exhibirá su microestructura porque la luz incidente es uniformemente reflejada. Estas pequeñas diferencias no pueden ser reconocidas por el ojo humano, deben emplearse algunos medios para producir el contraste de imágenes. Aunque esto es conocido como "ataque" en metalografía, no siempre se refiere a la disolución química selectiva de varias características estructurales.

Hay numerosas formas de alcanzar el contraste. Estos métodos pueden ser clasificados como "ópticos", "electroquímicos" o "físicos", dependiendo del proceso que altera la superficie.

En el cuadro se resumen los métodos del ataque metalográfico:

C U A D R O 2.2.

RESUMEN DE LOS METODOS DE ATAQUE



### 2.6.1.- REVELADO OPTICO

El ataque óptico está basado en la aplicación de ciertos métodos de iluminación, los cuales usan el principio de iluminación "Kohler".

Este principio también fundamenta la iluminación de campo brillante. Estas formas de iluminación son: campo oscuro, luz polarizada, contraste de fase y contraste de interferencia; los cuales están disponibles en muchos microscopios que se producen comercialmente. La forma de ponerlos a funcionar es simple; en otros casos involucra el adicionar accesorios. La calidad de la imagen no se reduce en forma significativa, aunque la intensidad de la luz en el plano de la imagen es afectada considerablemente mediante el uso de diferentes modos de iluminación.

Existe una mayor ventaja en el empleo del revelado óptico de aquellas técnicas que alteran la superficie de la probeta. Pero el ataque químico y revelado óptico requieren un tiempo y esfuerzo considerable, y siempre existe el peligro de producir "enmascaramientos" que conducen a una mala interpretación.

### 2.6.2.- REVELADO ELECTROQUIMICO (QUIMICO)

Durante el proceso de revelado electroquímico (frecuentemente llamado "químico") de probetas, toman lugar los procesos de oxidación y reducción (proceso redox), como sigue:

- 1.- Reducción : Absorción de electrones (reacción catódica).
- 2.- Oxidación : Emisión de electrones (reacción anódica).
- 3.- Agente oxidante + Electrones  $\longleftrightarrow$  Agente reductor.



Todos los metales en contacto con las soluciones tienen una tendencia pronunciada a ionizarse mediante la cedencia de electrones (perderlos). El grado al cual esta reacción se lleva a cabo, puede ser registrada con la medición de su potencial electroquímico. Esto se hace mediante la comparación del potencial del metal contra el potencial estándar de un electrodo de referencia, como el Electrodo de Hidrógeno compuesto por; una hoja de platino rodeada por Hidrógeno a una atmósfera de presión y sumergido dentro de una solución acuosa de actividad de ión Hidrógeno igual a 1.



Li<sup>+</sup>  
Na<sup>+</sup>  
K<sup>+</sup>  
Ca<sup>2+</sup>  
Ba<sup>2+</sup>  
Be<sup>2+</sup>  
Mg<sup>2+</sup>  
Al<sup>3+</sup>  
Mn<sup>2+</sup>  
Zn<sup>2+</sup>  
Cr<sup>3+</sup>  
Cd<sup>2+</sup>  
Tl<sup>+</sup>  
Co<sup>2+</sup>  
Ni<sup>2+</sup>  
Pb<sup>2+</sup>  
Fe<sup>3+</sup>  
H<sup>+</sup>  
Sn<sup>4+</sup>  
Sb<sup>3+</sup>  
Bi<sup>3+</sup>  
As<sup>3+</sup>  
Cu<sup>2+</sup>  
Ag<sup>+</sup>  
Hg<sup>2+</sup>  
Au<sup>3+</sup>  
Pt<sup>3+</sup>

El tabular estos metales nos da la  
SERIE ELECTROMOTRIZ DE LOS  
ELEMENTOS

T A B L A 2.3  
[5]

Todos estos elementos están enlistados en orden decreciente de electroafinidad. Todos los elementos que preceden al Hidrógeno son atacados por ácidos, con el desprendimiento de Hidrógeno (H<sub>2</sub>). Todos los elementos que están después del Hidrógeno no pueden ser atacados sin la adición de un agente oxidante. De esta forma, los elementos microestructurales de diferente potencial electroquímico son atacados a diferentes grados. Esto produce un ataque diferencial resultando en un contraste microestructural.

El ataque electroquímico puede ser considerado como una corrosión forzada.

Las diferencias de potencial en los elementos microestructurales producen una subdivisión dentro de una red de regiones mucho muy pequeñas en regiones anódicas o catódicas (elementos locales).

Debido a las diferencias de potencial dentro de las partes microestructurales, la disolución de la superficie procede a velocidades diferentes, produciendo así el contraste. El contraste también puede ser originado a partir de películas que se forman simultáneamente con el material de disolución. Esto es real en el ataque por precipitación y el coloreado por calor donde se involucran reacciones de superficie.

#### 2.6.2.1.- ATAQUE POR PRECIPITACION (DEPOSITO)

El material es disuelto en la superficie, después reacciona con ciertos componentes del reactivo de ataque para formar compuestos insolubles, los cuales precipitan en forma selectiva sobre la superficie, causando colores de interferencia o películas pesadas de un color específico.

#### 2.6.2.2.- COLOREADO TERMICO

En el cual la coloración de la superficie se lleva a cabo a velocidades diferentes de acuerdo a las características de reacción de los diferentes elementos microestructurales bajo las condiciones dadas de temperatura y atmósfera.

espesores. Los espesores de estas capas son función de la composición y orientación de los tipos microestructurales expuestos en la solución. Estas películas pueden revelar colores de interferencia debido a la variación de espesores; determinados por la microestructura subyacente. Cuando ocurre esta variación de ataque electrolytico, se refiere a un anodizado. Los procesos no electrolyticos parecidos son el coloreado térmico y el ataque por depósito.

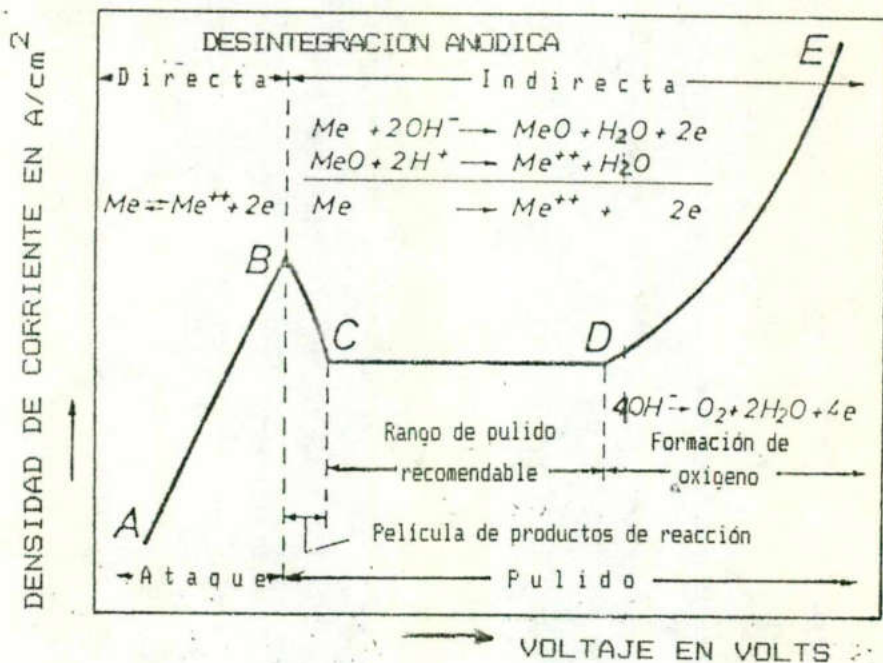


FIGURA 2.11

DENSIDAD DE CORRIENTE IDEAL CONTRA VOLTAJE APLICADO  
[5]

### 2.6.2.3.- TIEMPOS DE ATAQUE

La velocidad de ataque está determinada principalmente por el grado de disociación y la conductividad eléctrica del reactivo de ataque. Mediante la adición de pequeñas cantidades de otros reactivos químicos, ambas pueden ser afectadas en cierta forma. Esto puede explicar porqué muchas fórmulas contienen pequeñas cantidades de sustancias que aparentemente no tienen significado.

El rango de tiempos de ataque va desde algunos segundos hasta varias horas. Cuando no se dan instrucciones, el avance es juzgado por la apariencia de superficies durante el ataque. Generalmente la superficie será menos reflectiva a medida que el ataque procede. El tiempo de ataque y la temperatura están íntimamente relacionados; mediante el incremento de temperatura puede reducirse el tiempo. Sin embargo, esto no puede ser recomendable debido a que el contraste puede convertirse en disparejo cuando la velocidad de ataque es muy rápida. La mayoría de los ataques se usan a temperatura ambiente.

Especialmente en el ataque electroquímico, las fuentes de error son numerosas. Estos errores de ataque pueden conducir a una mala interpretación de microestructura. Por ejemplo, los precipitados de ataque o de soluciones de lavado, pueden interpretarse como fases adicionales.

### 2.6.2.4.- ATAQUE QUIMICO CONVENCIONAL

El ataque químico convencional es el más antiguo y el más comúnmente aplicado para producir el contraste microestructural. En esta técnica, el reactivo ataca a la superficie del espécimen sin el uso de una corriente externa. El ataque procede por la disolución selectiva de acuerdo a las características electroquímicas de las áreas componentes.

### 2.6.2.5.- ATAQUE ELECTROLITICO O ANODICO

Aquí se aplica un potencial eléctrico a la probeta, por medio de un circuito externo. Durante el ataque anódico los iones positivos metálicos abandonan la superficie de la probeta y se propagan dentro del electrolito con un número equivalente de electrones restantes en el material; en este punto ocurre la disolución de la muestra sin la formación de una película (ver fig. 2.11), siendo la región A-B. Si los iones de metal que dejan el material reaccionan con iones no metálicos del electrolito con la formación de un compuesto insoluble, sobre la superficie de la probeta se formarán películas de precipitados de diferentes

#### 2.6.2.6.- ATAQUE POTENCIOSTATICO

Forma avanzada del ataque electrolítico, el cual produce el último contraste de ataque a través de condiciones altamente controladas. El potencial de la probeta, el cual variaría con los cambios de la concentración de electrolito, es mantenido a un nivel fijo a través del uso de estándares de referencia potenciostáticos. Mediante este método, pueden ser obtenidos contrastes pronunciados que de otra forma no pueden ser posibles. En algunos casos, la corriente de celda puede mantenerse con un coulombímetro para determinar la extensión del ataque (ataque controlado).

#### 2.6.2.7.- LIMPIEZA DE PROBETAS

Para completar cualquier proceso de ataque químico o electroquímico, la probeta debe ser enjuagada en agua limpia para quitar los reactivos y detener cualquier reacción posterior al procedimiento, algunas veces se requiere primero enjuagar en alcohol. El uso de alcohol acelera el secado y previene la formación de manchas de agua.

Si las probetas son de alta porosidad o si son usados para el ataque ácidos de alta concentración, es recomendable neutralizar los reactivos antes de enjuagar y secar la probeta.

#### 2.6.3.- ATAQUE FISICO

Los fenómenos son frecuentemente usados para desarrollar el contraste microestructural, principalmente cuando el ataque químico convencional o las técnicas electroquímicas fallan. Ello permite superficies libres de residuos, y también ofrece mayores ventajas cuando el ataque electroquímico se dificulta; por ejemplo, cuando hay diferencias extremadamente grandes en el potencial electroquímico entre los elementos microestructurales o cuando los reactivos químicos producen manchas o residuos. Algunas aplicaciones probables de estos métodos son los recubrimientos, juntas y soldaduras de materiales muy diferentes, materiales porosos y cerámicos.

##### 2.6.3.1.- ATAQUE CATODICO AL VACIO.

También conocido como ataque iónico, produce contraste estructural por remoción selectiva de átomos de la superficie de la muestra. Esta es completada por el uso de alta energía de ionización (tal como Argón) acelerado por voltajes de 1 a 10 KV. Los átomos individuales son removidos en varios grados dependiendo de los detalles microestructurales tales como la orientación cristalina de los granos individuales con mínima tensión superficial.

### 2.6.3.2.- ATAQUE TERMICO

Usado en microscopía a alta temperatura (etapa en caliente). Está basado parcialmente sobre los átomos que dejan la superficie como un resultado de la energía adicional. Sin embargo, la fuerza predominante en el ataque térmico es la formación de superficies en equilibrio ligeramente curvadas que tienen granos individuales con mínima tensión superficial.

El contraste estructural producido por las capas de interferencia evaporadas, es frecuentemente considerado como un método óptico. Ya que no se hace ninguna modificación en el camino óptico del microscopio, se considera aquí una técnica física. La superficie del material es recubierta bajo vacío con una caja evaporada de material produciendo efectos interferenciales. Se usan materiales con alto índice de refracción tales como Zr, Si, TiO<sub>2</sub>, etc.

Las cámaras de reacción de gas han sido desarrolladas recientemente permitiendo un control preciso de la evaporación durante la observación microscópica simultánea.

## PULIDO MECANICO

Como sabemos uno de los requerimientos esenciales de las etapas del pulido en la secuencia de la preparación es que estas retiran las capas dañadas que fueron introducidas por las etapas precedentes de abrasión. Además se puntualiza que los procesos de pulido mecánico remueven en forma progresiva el material desde la superficie de lo cual se deduce que teóricamente para ellos es posible quitar la capa dañada.

En este capítulo se establecerán las condiciones bajo las cuales se hace en forma práctica lo mencionado anteriormente. Ya que esto se basa mayormente sobre la velocidad de remoción del material logrado mediante el proceso de pulido, muchas de las premisas serán determinadas directamente de como puede lograrse la máxima velocidad de pulido posible.

Considerando que los procesos de pulido mecánico causan un daño superficial característico, el daño toma la forma ya sea de rayas superficiales y de una capa deformada sub-superficial. Obviamente, un segundo punto de la secuencia de pulido será que este daño sea reducido a un nivel, el cual sea tan bajo de modo que no interfiera con los métodos de examen que van a empleados. Esto significa que el pulido final debe de ser producido utilizando abrasivos muy finos, lo que dará lugar a bajas velocidades de pulido.

Estos factores nos llevan a la conclusión de que son necesarios dos tipos distintos de etapas de pulido, mismas que se discuten a continuación:

### 3.1.- ETAPAS DE PULIDO MECANICO

#### 3.1.1.- ETAPAS DE PULIDO GRUESO

Las cuales proceden inmediatamente después de la abrasión y son diseñadas y conducidas con la intención de retirar el daño de abrasión. Por consiguiente, deben diseñarse para alcanzar las velocidades de pulido máximo posibles. El daño que se produce en la superficie de consideración es secundaria, pero de preferencia debe ser tan pequeña como sea posible.

### 3.1.2.- ETAPAS FINALES DE PULIDO

Preceden a las etapas de pulido grueso y son diseñadas y conducidas con el propósito de producir una superficie final en la cual el daño de pulido esté reducido abajo de los límites aceptables. También debe de retirar el daño superficial causado por el pulido grueso.

### 3.2.- DEFINICION DE CALIDAD DE PULIDO

Si recordamos los requerimientos de la superficie pulida final para la probeta metalográfica óptima ( ver página 1, del capítulo 2); todas las áreas de interés deben ser coplanares dentro de los límites de la profundidad de campo del sistema óptico que se emplee. En particular y dependiendo de las circunstancias, este requerimiento puede determinar los límites de la extensión de las irregularidades generales permisibles sobre la superficie, el relieve entre los constituyentes, y el redondeo de bordes de las probetas. Estos requerimientos, junto con otros tales como la ausencia de rayas y picaduras constituyen lo que usualmente se refiere como a la **c a l i d a d** del pulido.

El hecho de que los métodos mecánicos son capaces de producir una calidad mayor de pulido que los métodos electrolíticos o químicos. (ver capítulo de electropulido), es la justificación principal para que su uso sea el más común. Algunos métodos de pulido mecánico pueden resaltar estas ventajas, por consecuencia, suelen preferirse y esto es lo que se debe tener en mente a través de este capítulo.

### 3.3.- LA NECESIDAD DE LAS ETAPAS DE PULIDO GRUESO

La afirmación hecha anteriormente de que las etapas de pulido grueso son diseñadas para retirar el daño por abrasión. La mejor justificación se hace considerando la relativa facilidad con la que los procesos de pulido fino posterior podrían retirar el daño por abrasión, con certeza esto aseguraría que la superficie final estuviese libre completamente de los enmascaramientos por abrasión.

En la tabla 3.1, que se refiere a tiempos de pulido para retirar el daño por abrasión, se consideraron tres probetas diferentes de material.



Los tiempos de pulido enlistados en esta tabla han sido calculados a partir del conocimiento de la velocidad de remoción del material logrado por el proceso en particular.

La tabla 3.2, muestra ahora las profundidades de capa dañada por la abrasión para un sólo material, nótese que se está comparando para diferentes condiciones de operación.

T A B L A 3.1  
TIEMPOS DE PULIDO REQUERIDOS PARA RETIRAR TODO  
EL DAÑO POR ABRASION DETECTABLE  
[2]

PROCESOS DE PULIDO			BRONCE	ACERO	ZINC
TIPO	ABRASIVO	GRADO um	70:30	AUSTENITICO	
PULIDO GRUESO	ALUMINA	(10-20)	1.2 min	0.3 min	1.0 min
	DIAMANTE	( 4-8 )	1.7 min	0.4 min	0.7 min
PULIDO FINAL	ALUMINA	(0-0.3)	12 min	4 min	3 min
	ALUMINA	(0-0.1)	15 min	6 min	5 min
	MAGNESIA		75 min	20 min	75 min

N O T A

LAS PROBETAS FUERON LIJADAS SOBRE LIJAS DE CARBURO DE SILICIO HASTA EL GRADO 600. EL PULIDO MECANICO SE LLEVO A CABO A MANO SOBRE UN DISCO GIRATORIO DE 300 r.p.m

T A B L A 3.2

PROFUNDIDAD DE CAPA DEFORMADA PRODUCIDA  
SOBRE ACERO INOXIDABLE AUSTENITICO RECOCIDO POLICRISTALINO (TIPO 18/8)  
MEDIANTE LOS PROCESOS DE DESBASTE Y ABRASION  
[2]

P R O C E S O					PROFUNDIDAD DE CAPA DANADA um
T I P O	A B R A S I V O		CONDICIONES	LUBRICANTE	
	NATURALEZA	GRADO			
DESBASTE SUPERFICIAL	alumina	disco de 38A 46 KVBE	Desbaste superficial con máquina con una alimentación de 0.001 pulg.	emulsión de aceite- agua	35
	alumina	disco de 38A 60 MVBE	Desbaste a mano	ninguno	43
DESBASTE SOBRE CUERO	-	-	Alimentación de 0.001 pul.	emulsión de aceite-	45
DESBASTE EN BANDA	alumina	mallá 100	Probeta sosteni- da a mano	ninguno	12
ABRASION SOBRE PAPELES ABRASIVOS	esmeril	grado 1/0	Abrasión manual	kerosene	5
		grado 2/0	Abrasión manual	kerosene	4
		grado 3/0	Abrasión manual	kerosene	4
	carburo de silicio	grado 220	Abrasión manual	agua	6
		grado 400	Abrasión manual	agua	2.5
		grado 600	Abrasión manual	agua	2.2

Existen dos fundamentos sobre los cuáles puede justificarse la necesidad de emplear una etapa de pulido grueso. Primero, no sería razonable el esperar que un operador gastase más de unos cuantos minutos sobre cualquier etapa de pulido a mano; el proceso además es demasiado tedioso. Si fueran demandados tiempos largos de pulido, una consideración inevitable es que una proporción de las probetas variaría de acuerdo al humor del operador en ese momento es decir, podría recibir un mal tratamiento. En segundo lugar, incluso estimando que aún el tiempo requerido para retirar el daño de abrasión por el proceso final de pulido estuviese dentro de los límites razonables; sería conveniente aún preguntarse el porqué no debe de adaptarse un proceso más eficiente cuando la única falla sea el que se introduzca un paso adicional dentro de la secuencia de preparación utilizando un método más eficiente.

### 3.4.- PULIDO GRUESO UTILIZANDO ABRASIVOS CONVENCIONALES

La alúmina y el papel de SiC de malla 600 son los abrasivos más comunes que pueden llamarse como abrasivos "convencionales". Observando la siguiente tabla 3.3 pueden lograrse en ambos casos velocidades rápidas de pulido.

Los grados 600 corresponden a un diámetro de partícula nominal medio de 15  $\mu\text{m}$ , pero como se surte comercialmente posee un rango de 5 a 40  $\mu\text{m}$  de pulgada de diámetro. Las partículas comparativamente algo más gruesa en tal abrasivo no incrementa en forma significativa la velocidad de pulido aunque produzca un número de rayas de pulido relativamente gruesas las cuáles aumentan las dificultades subsecuentes en la remoción de los daños de pulido grueso, las partículas finas contribuyen en forma pequeña a el proceso de remoción del material. Suelen preferirse grados que sean más cerrados en su tamaño. Un rango de tamaño de partícula de cerca de 10 a 20  $\mu\text{m}$  es el óptimo para el pulido grueso y los grados de 1 - 2  $\mu\text{m}$  de diámetro para las etapas de pulido intermedio.

T A B L A 3.3

VELOCIDADES DE PULIDO LOGRADAS CON LOS ABRASIVOS  
COMUNES EN EL PULIDO DE LATON RECOCIDO POLICRISTALINO 70:30

A B R A S I V O		PAÑO DE PULIDO	VELOCIDAD DE PULIDO
T I P O	GRADO um		um/min
Carburo de silicio	(10 - 20)	Paño de billar	20
	(10 - 20)	Paño de selvyt	20
Alúmina de tipo alfa	(10 - 20)	Paño de billar	20
	(10 - 20)		20
	(0 - 1)		4
	(0 - .3)		2
Alúmina tipo gamma	(0 - .1)		1.5
Magnesia	Calcinada		0.3
Diamante	(4 - 8)	Piel sintética	13
	(4 - 8)	Nylon	29
	(0 - 1)	Piel sintética	4

N O T A

ESTAS VELOCIDADES SON LAS OBTENIDAS CON PROBETAS DE 0.5 PULG. DE DIAMETRO PULIDO MANUALMENTE SOBRE DISCO GIRATORIO DE 240 r.p.m. LAS CIFRAS SOLO SON PARA INDICAR EL ORDEN RELATIVO DE LAS VELOCIDADES DE PULIDO.

### 3.4.1.- PROPIEDADES DE LOS ABRASIVOS CONVENCIONALES

Dependiendo de las consideraciones críticas de la clase de superficie pulida requerida en una probeta metalográfica indicarán que tipo de abrasivo será el apropiado para el desbaste y pulido metalográfico; el cuál al final debe de producir una superficie pulida mediante la remoción o corte uniforme de metal de la superficie con el mínimo flujo de material.

Los abrasivos que se consideran ideales para los propósitos metalográficos son aquellos que posean; una alta dureza, que la forma externa de las partículas individuales sea tal que estén expuestos al corte numeros filos o puntas, que las partículas si se fracturan durante su empleo expongan nuevos filos o bordes de las partículas nuevas, que la naturaleza del abrasivo permita una distribución y separación uniforme en la levitación de fracciones de tamaños de partícula uniforme. Por lo tanto no se considerarán aptos para los fines de la preparación metalográfica los medios de desbaste y pulido que poseen partículas que son más esferoidales en su forma o que pierdan rápidamente sus esquinas y filos de corte; las partículas de tales abrasivos, la mayoría de las veces, solamente "ruedan" entre la superficie de la muestra y el medio de soporte del abrasivo, causando una distorsión superficial no deseada o un flujo de metal y el desprendimiento de las inclusiones no metálicas.

#### A).- PASTA DE DIAMANTE:

Resulta ser, quizá el abrasivo más ideal para el pulido metalográfico. Este medio abrasivo ha sido el más empleado en el pasado para las aleaciones muy duras, tales como los tungstenos sinterizados y carburos de boro, y en los tiempos más recientes se ha empleado con éxito para el pulido final de aleaciones y metales comunes.

Los grados comerciales de pasta de diamante apropiados para la preparación metalográfica se emplea en tamaño de partícula que varían desde los 120 a los 0.5 micrones. Se recomienda el empleo de lubricantes, algunos como el aceite de oliva, aceite de lavanda, aceites minerales de diferentes viscosidades y el tetracloruro de carbono. La selección del lubricante depende en gran manera del tipo de metal o aleación a pulir y de la naturaleza de la superficie de pulido en el cuál se está impregnando el abrasivo.

B).- OXIDO DE MAGNESIO.-

Se emplea generalmente como abrasivo en el pulido final de metales suaves, tales como el aluminio, magnesio, y otros, o como un abrasivo opcional a la alúmina en el pulido del hierro colado y otro tipo de metales relativamente duros.

Uno de los grados más satisfactorios disponibles para el pulido metalográfico es el óxido de magnesio pesado de "MERCK'S". Este grado, en contraste con el óxido ligero, contiene unas partículas de forma octaédrica de una excelente uniformidad en tamaño, con una gran dureza y que poseen esquinas y filos de corte muy bien definidos. Además este tipo de óxido contiene bases no solubles en agua, circunstancia que es particularmente importante en la preparación de las probetas de aluminio y ciertas aleaciones de aluminio, ya que la presencia de bases libres podría manchar severamente y atacar la superficie que está siendo preparada.

Todos los grados de óxido de magnesio, cuando se dejan expuestos al aire húmedo, o cuando están en contacto con el agua, reaccionan lentamente para formar el hidróxido de magnesio. Ya que existe suficiente dióxido de carbono en el aire, y en el agua, como para formar la reacción hasta el carbonato de magnesio, y la presencia de este carbonato, aunque no afecta al óxido de magnesio si es indeseable debido a su dureza, tamaño grueso de partícula, y la no uniformidad de las mismas y entonces, esta circunstancia arruinaría prácticamente el resto del óxido de magnesio para su uso posterior en el pulido fino. Por consiguiente, es importante, que solo se use óxido de magnesio fresco y que no haya sido expuesto por mucho tiempo al aire o agua, y solo se podrá utilizar con agua destilada y nunca con agua potable.

El óxido de magnesio contaminado puede recuperarse por medio de la descomposición del carbonato de magnesio calcinando el polvo seco a 1000°C y después triturarlo y separarlo por tamaño de partícula. Sin embargo al evaluar este procedimiento resulta antieconómico debido al costo relativamente bajo del óxido de magnesio.

La técnica apropiada de utilizar el óxido de magnesio en el pulido final, consiste en aplicar una pequeña cantidad de polvo fresco y seco sobre el disco de pulido y agregar agua destilada en cantidades suficientes como para formar una pasta suave. Después la pasta se extiende con los dedos sobre las cerdas del paño y puede seguirse agregando agua destilado durante el pulido para mantener húmedo el paño.

C).- ALUMINA

Es el abrasivo para pulido final más común. Está disponible comercialmente en la forma de polvo seco o como alúmina en suspensión.

Se presenta en tres formas cristalográficas básicas, alfa, beta y gamma, siendo las más comunes para su empleo como abrasivos la alfa y la gamma, mismas que poseen las siguientes características de la tabla 3.4:

T A B L A 3.4

PROPIEDADES DE LAS FORMAS ALOTROPICAS DE LA ALUMINA

PROPIEDAD	ALUMINA ALFA	ALUMINA GAMMA
Sistema cristalino	Hexagonal	Cúbico
Dureza en escala Mohs	9	8
Gravedad específica	3.91	3.47
Acción al calor	2,050 <sup>o</sup> C	Se convierte a forma alfa a partir de 1,200 <sup>o</sup> C

las cuales poseen una pequeña diferencia como abrasivos de pulido, y la de tipo alfa se dice que es la más recomendable de las dos para el pulido grueso. Estas alúminas existen en varios grados de pureza, la de más alto grado de pureza se distingue por ser blancas puro en su color, son las más angulares y es la más adecuada para el pulido metalográfico.

La alúmina tipo gamma posee un tamaño uniforme de partícula menor a 0.1 micra y debido a esto es la más apropiada para el pulido final. En su forma física consiste de plaquetas delgadas de extremada dureza, y entonces los esfuerzos que se aplican sobre estas plaquetas, debido a la presión por contacto durante el pulido entre la superficie de la probeta y el disco giratorio, son lo suficientemente grandes como para fracturar las plaquetas en muchas partículas pequeñas de forma cúbica o fragmentos de las mismas; dichas partículas debido a su forma fracturada poseen filos y esquinas muy bien definidas y esto es lo más apropiado para los abrasivos metalográficos.

Puede prepararse a partir de la alúmina hidratada de la siguiente forma:

Convertirla primero a alúmina por medio de calentamiento a 925 °C o 1100°C por dos horas de una capa de polvo de unas 2 pulgadas de espesor. Cuando el polvo se enfriá hasta la temperatura ambiente, la alúmina es legivitada en proporciones de 100 a 150 gramos de polvo de alúmina en 1000 ml de agua, preferentemente destilada. El tiempo necesario para producir una suspensión muy fina es cerca de 10 minutos; el cual puede incrementarse hasta 15 a 20 minutos si se desea un tamaño mucho más fino de partícula, el adecuado para pulir metales suaves como plomo, aluminio, etc. Cuando se ha completado la legivitación se sifonea la suspensión y los sedimentos más gruesos se desechan o en su defecto se vuelven a suspender.

### 3.5.- PAÑOS DE PULIDO

Las reglas generales que gobiernan el empleo de los paños de pulido son que los paños de cerdas duras proporcionan velocidades de pulido más altas que los paños de cerdas suaves, observar tabla 3.3 y producen superficies más planas. Por otro lado también producen superficies dañadas más severamente y son más sensibles a la contaminación de fuentes externas; debido a esto, se prefieren los paños de cerdas largas para las aplicaciones en general.

Los paños de pulido de una longitud de cerda media, dan cuando nuevos, una velocidad de pulido muy similar, pero su comportamiento con los abrasivos gruesos varía considerablemente después de algún uso, tales como los de billar, los cuáles mantienen una velocidad de pulido de la cifras indicadas en la tabla 3.3, para periodos considerables.

#### 3.5.1.- TIPOS DE PAÑOS

El seleccionar el tipo apropiado de paño para el pulido metalográfico depende en su mayor parte de la naturaleza específica de la muestra a pulirse y del propósito del subsecuente examen microscópico. Existen comercialmente una amplia variedad de paños de pulido de excelente calidad, pero en general, su textura superficial varía desde los que no poseen una cerda definida (como el caso de los paños de seda), hasta los de usos más generales que poseen una profundidad de cerdas apreciables como los de tipo terciopelo. En el rango intermedio de estos dos se encuentran los paños de tela de billar.



## PRACTICA

Algunos nombres comerciales de diferentes tipos de paños para uso metalográfico se enlistan en seguida así como su recomendación de empleo:

TIPO	USO
TIPO CANVAS	PARA PULIDO GRUESO UTILIZANDO GRADOS GRUESOS DE OXIDO DE ALUMINIO O POLVOS DE CARBUROS DE SILICIO.
FIELTRO ROJO	MAYOR DURABILIDAD QUE EL PAÑO DE BILLAR, RECOMENDADO PARA PULIDO GRUESO DE ACEROS UTILIZANDO POLVO DE ALUMINA Y PARA SUSPENSIONES DE ABRASIVOS.
PAÑO DE BILLAR	PARA USOS GENERALES DE PULIDO GRUESO CON POLVOS DE ALUMINA Y SUSPENSIONES
SELVYT	PAÑO DE ALGODON DE CERDA MEDIA RECOMENDADO PARA PULIDO GRUESO Y FINAL DE METALES. SE EMPLEA CON SUSPENSIONES DE ALUMINA PARA PULIDO INTERMEDIO Y FINAL .
MASTERTEX*	PAÑO DE TERCIOPELO QUE PRODUCE UN ACABADO EXCELENTE DE PULIDO FINAL CON UN MINIMO REDONDEO DE BORDES. POSEE CERDAS CORTAS Y DELGADAS, Y PRODUCE LA PLANICIDAD DE LOS PAÑOS SIN CERDA ASI COMO EL ACABADO FINO DE LOS PAÑOS CON CERDA.
NYLON	PAÑOS SIN CERDAS.PARA PASTA DE DIAMANTE. PARA EL PULIDO DE MUCHOS METALES QUE MANTIENE LA MUESTRA CON PLANICIDAD.
MICROCLOTH*	PAÑO DE RAYON SINTETICO. PARA EMPLEARSE CON PASTA DE DIAMANTE Y CON SUSPENSIONES DE ALUMINA PARA EL PULIDO FINAL DONDE SE PREFIEREN LOS PAÑOS CON CERDAS. POSEE LIGERA RESISTENCIA A LOS ACIDOS .
TEXMET*	MATERIAL QUIMICOTEXTIL QUE PROPORCIONA UNA VELOCIDAD ALTA DE PULIDO CUANDO SE EMPLEA CON COMPUESTOS DE PASTA DE DIAMANTE. SI SE EMPLEA PARA EL PULIDO GRUESO DE ACEROS PROPORCIONA UNA RETENCION DE BORDES E INCLUSIONES.

METCLOTH\*

PAÑO DE ALGODON CON POCAS CERDAS, UTILIZADO PARA LAS ETAPAS DE PULIDO GRUESO CON PASTAS DE DIAMANTE, SE PUEDE EMPLEAR TAMBIEN PARA ALUMINAS. SE RECOMIENDA PARA EL PULIDO GRUESO DE METALES SUAVES.

### 3.6.- CABEZAS DE PULIDO

Para el pulido manual, puede emplearse cualquier dispositivo que posea una superficie de trabajo plana sobre la cual pueda restirarse el paño y fijarse.

Debe hacerse girar el disco como una rueda simple de pulido, Y el punto principal a considerar aquí es la velocidad de rotación debido a que la aparentemente necesidad de velocidades altas está limitado contra el hecho de que el lodo de abrasivo tiende a escurrirse del paño, haciendo difícil el aplicar presiones a las probetas más pesadas, y la vibración es más problemática. Pueden usarse velocidades de rotación de 1000 rpm para los trabajos pesados, pero la velocidad máxima deseable para mejores resultados es la de 500 rpm.

Otro comentario lo es que se desea una resistencia a la corrosión en las partes del aparato que van expuestas a el lado de la abrasión, así como la facilidad de limpieza.

### 3.7.- PRINCIPIOS DE PULIDO MECANICO EMPLEANDO ABRASIVOS

Para considerar la siguiente etapa de pulido, la cuál se refiere a el pulido fino o final es conveniente considerar las teorías de pulido mecánico en lo que se refiere a la introducción de enmascaramientos, y una de las más importantes que se considerará más adelante en el capítulo de comparación de los métodos mecánicos contra los electrolitos lo es la de la TEORIA DE LA CAPA DE BEILBY.

En el pasado se había pensado que una capa de material aparentemente amorfa, conocida como la Capa de Beilby se iba embarrando sobre la superficie durante el pulido mecánico y esta capa podría producir características estructurales oscuras.

A continuación se considera el mecanismo del pulido mecánico y sus efectos sobre la superficie. Anticipadamente se mostrará que la capa de Beilby no se forma pero si lo hace una capa dañada en forma característica, de material deformado plásticamente. Lo que se detallará, será la naturaleza de esta capa deformada.

Antes de continuar se debe aclarar , que es lo que pretendemos cuando decimos que una superficie está "pulida". Una superficie pulida es comunmente tomada como que sea la que refleje la luz brillante, lo cual es llamado reflexión regular o especular como contraria a la reflexión difusa obtenida a partir de una superficie raspada. Esta es una definición práctica adecuada cuando la apariencia macroscópica es la única que se involucre, pero no tiene significancia fundamental debido a que la teoría de difracción indica que la única limitante para la reflexión regular es que la longitud de onda de las corrugaciones de la superficie sea menor que las de la luz incidente. Consecuentemente, una superficie que sea altamente reflejante en el sentido macroscópico podría aún contener irregularidades detectables por un microscopio óptico.

Surgirá en esta discusión, que no es posible la definición precisa de que constituye una superficie metalográficamente pulida debido a que las superficies pulidas y raspadas difieren esencialmente solo en calidad. Consecuentemente, cualquier definición de pulido necesariamente irá a ser arbitraria y es más, habrá la necesidad de calificar el término con adjetivos tales como "bueno" y "fino", "pobre" y "grueso". En la práctica es aún de valor el hacer una distinción entre abrasión y pulido debido a que los efectos de los dos tipos de abrasión difieren tanto en calidad que es peligroso extrapolarlos.

Siendo aún aceptada algunas definiciones arbitrarias de pulido, tenemos aún que reconocer que el resultado que se especificará puede ser obtenido por varios tipos diferentes de proceso mecánico, procesos que pueden diferir radicalmente en su mecanismo como en su efecto. Aquí solo nos concretaremos a aquellos que llamamos como procesos de pulido metalográfico normalizados, en realidad son aquellos procesos en los cuáles un abrasivo es suspendido en un líquido nominalmente inerte y soportado en un paño de tela en donde la probeta es frotada contra este paño de tal forma que todo el tiempo está realizando contacto.

### 3.7.1- MECANISMO DE PULIDO: "EXISTENCIA O PRESENCIA DE LA CAPA BEILBY"

#### LA TEORIA DE BEILBY DEL PULIDO

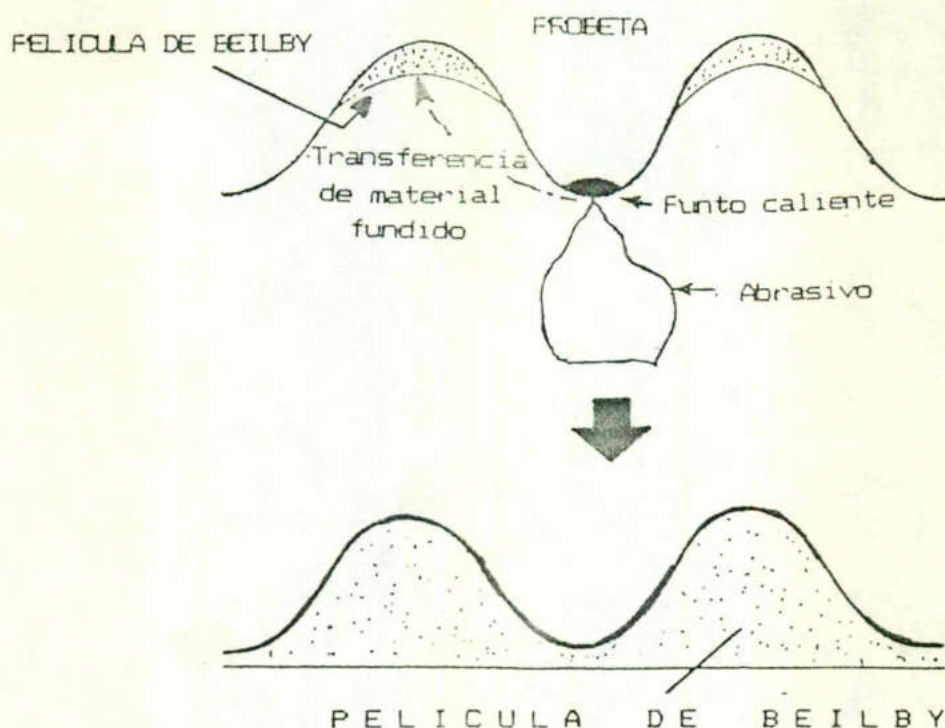
El punto de vista original de pulido, sostenido por ejemplo por **HOOKE, HERSCHEL** [2] fue obviamente el que las partículas finas de abrasivo "cortan" las asperezas en la superficie áspera siendo éstas reemplazadas por un conjunto de otras mucho más finas. Se levantaron dudas acerca de este panorama y culminaron en una propuesta presumida por **Sir George Beilby** [2] de que el pulido ocurre mediante el material que ha sido untado sobre la superficie para llenar las depresiones existentes. Como consecuencia, la superficie irá siendo eventualmente cubierta por una capa suave de material, semejando a el betún sobre un pastel. Originalmente Beilby pensó que la capa era completamente amorfa en naturaleza, pero sería más seguro en estos días describirla como que sea de una apariencia amorfa en el sentido que ha perdido las características de un material cristalino.

Beilby no propuso ningún mecanismo para el proceso de untado, pero fue mejorado subsecuentemente por **Bowden y Hughes** [2]. Ellos advirtieron que pueden lograrse temperaturas muy altas en los puntos locales de contacto cuando un sólido se fricciona sobre otro. Esto les guió a sugerir que el pulido era un proceso térmicamente activo, esto es, que las asperezas en la superficie local son calentadas localmente (posiblemente a el punto de fusión) cuando una partícula abrasiva se fricciona sobre estas; el material calentado ha sido transferido a las depresiones adyacentes. Esto se esquematiza en la figura 3.1.

F I G U R A 3.1

DIAGRAMA QUE ILUSTRAS EL MECANISMO BEILBY DE PULIDO COMO FUE  
PROPUESTO POR BOWDEN Y HUGHES

[2]



Posteriormente ellos propusieron que debido al enfriamiento rápido, el material transferido solidificaba en una condición parecida a la apariencia amorfa, constituyendo ésto la capa Beilby.

### 3.6.2.- EVIDENCIAS CONTRA LA PRESENCIA DE LA CAPA BEILBY

Una de las principales razones de el porqué pensar, en los días de Beilby, en un nuevo mecanismo de pulido fué el hecho de que no podía ser distinguida la estructura en las superficies pulidas. Esto fué debido a las limitaciones de las técnicas microscópicas disponibles en aquel tiempo (iluminación simple vertical de campo claro), la cuál era ligeramente insensitiva a irregularidades superficiales menores. Las técnicas modernas

microscópicas indican que todas las superficies pulidas, con los métodos que han sido considerados, de hecho contienen rayas finas. En verdad, esto es visible cuando son examinadas una serie de superficies pulidas en forma progresiva fina y se examinan por lo métodos actuales, revelan que las rayas en los diferentes tipos de superficie difieren solo en sus dimensiones absolutas.

Esto puede observarse en las superficies pulidas mecánicamente en un cristal de plata, y revelado por iluminación de contraste de fase.

Otra dificultad elemental y básica encarada por la teoría de Beilby resulta de el hecho que esta propone que el material es simplemente transportado de un punto sobre la superficie a otro. Esto podría significar que no habría una remoción pura de material. Los experimentos simples muestran, sobre el contrario que el material es removido a velocidades significantes durante los procesos de pulido metalográfico. (Recurrir a tabla 2.2) y que esta remoción de material ocurre a la misma velocidad por el tiempo que se continúe el pulido.

La parte más importante de evidencia, la cuál podría ser descrita como una clave de la teoría de Beilby, concierne al fenómeno que es de importancia prominente en la práctica metalográfica. Algunas veces es observado que un conjunto de rayas gruesas, las cuáles han sido borradas o arrasadas durante una etapa más fina de pulido, semejan reaparecer cuando la superficie es pulida y atacada en forma subsiguiente.

La explicación de Beilby fué que la superficie pulida son recubiertas por la capa de Beilby durante el pulido. Entonces él supuso que la capa de Beilby es químicamente más reactiva que la base cristalina y de ahí que se disuelva preferencialmente sobre las rayas preexistentes durante el ataque. Esto se observa en la figura 3.2:

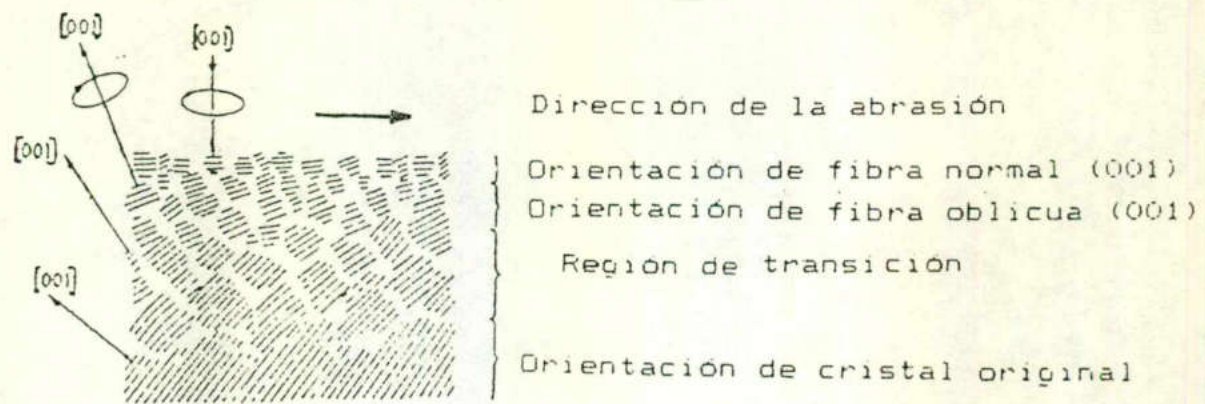
También se hace notar que la explicación de Beilby propone que la capa, la cual ahora se admite, no debe ser mayor de  $10(2)$  Å de espesor.

La parte más importante de la evidencia como soporte de la teoría de Beilby fué obtenida un tiempo después de que la teoría fué perfeccionada. Esto fué notado después de que fué descubierto que los electrones eran difractados por los cristales, ya que la superficie de un metal el cuál había sido pulido mecánicamente no lo hacía. En vez de tener patrón de difracción de forma de anillos o manchas características de un material cristalino eran obtenidos dos halos o anillos muy difusos del mismo tipo genral obtenido cuando los electrones fueron reflejados de la superficie de un metal líquido. Por consecuencia, fue concluido que aquí había una evidencia positiva de la presencia, sobre superficies pulidas de la capa de apariencia líquida que Beilby había predicho. La importancia de esta evidencia consiste en el hecho de que los electrones los cuáles producen los modelos de difracción penetra una capa suprficial sólo unos cuántos dietros atómicos de espesor.

Sin embargo, la técnica está algo alejada como para que se espere que proporcione información acerca de que la película tan delgada como la que se supone que es la capa de Beilby. Sin embargo conviene puntualizar que existen otras posibles explicaciones para estos modelos de "halos". Estas consideraciones no son descritas para estos propósitos ya que se han preparado por métodos que están muy lejanos de los procedimientos de pulido que hemos considerado.

Cuando finalmente se llevó a cabo una investigación sistemática de difracción de electrones de superficies pulidas por los métodos metalográficos normales, se obtuvieron modelos estándares de material cristalino. Existía una cierta difusión de los anillos de difracción y manchas pero que se pueden explicar en términos de la planicidad de la superficie. Estos modelos de difracción indican que en verdad las superficies no son afectadas por el proceso de pulido pero los cambios que se indican son aquellos debidos a la deformación plástica de las capas superficiales.

Esto se puede explicar con lo que sucede en la capa fragmentada exterior, por ejemplo, característica especial de las superficies preparadas por la acción de abrasivos. Esta es fragmentada solo en el sentido de que la base cristalina ha sido rota en pequeños subgranos, los cuáles, sin embargo continúan cristalinos y con coherencia con los otros; como se supone esta fragmentación es la que se espera de la deformación plástica severa. Se ha encontrado que la orientación de estos subgranos presentan texturas características las cuáles se muestran esquemáticamente en la figura 3.3. Las cuáles son esencialmente texturas de compresión, relacionadas estrechamente con las que se desarrollan por el trabajado en frío.



F I G U R A 3.3

REPRESENTACION DE LAS TEXTURAS DE DEFORMACION DE CAPA EXTERIOR  
FRAGMENTADA SOBRE UNA SUPERFICIE DESBASTADA DE UN  
CRISTAL DE BERILIO  
[2]

Se dieron posteriores evidencias de que las superficies pulidas son cristalinas. Este estudio involucra, que bajo las condiciones apropiadas, crecen depósitos cristalinos sobre la superficie que continúan la orientación cristalina de el cristal base; este crecimiento llamado comunmente epitaxial, es común que ocurra sobre superficies pulidas metalográficamente, lo que sugiere o apoya pesadamente que las superficies tienen verdaderamente una estructura cristalina. Nótese que los granos primarios continuos de la superficie de algunos de estos depósitos tienen pequeños subgranos, los cuáles pueden interpretarse como el inicio de áreas ligeramente desorientadas sobre la superficie. Esto sugiere de nuevo que pueden estar presentes áreas localizadas plásticamente deformadas en la superficie.

Cuando se consideran detalladamente, ya sea la evidencia de las nuevas difracciones de electrones como la evidencia epitaxial, pueden por ellas mismas en forma independiente, soportar como una conclusión de evidencia contra la presencia de la capa de Beilby, y ambas técnicas conducen a la misma conclusión, es decir, que las superficies son cristalinas pero deformadas plásticamente.



Por otro lado, tuvieron que hacerse una cantidad de modificaciones drásticas y artificiales hacia la teoría de Beilby a modo de explicar las observaciones recientes. Por ejemplo, se tuvo que suponer que las fuerzas de orientación de la rejilla subyacente puede extenderse a través de la película amorfa delgada; que la película de Beilby es discontinua y se localiza en forma preferencial en las raíces de las rayas superficiales; y por lo tanto que la película se desarrolla sólo en el caso de las operaciones más finas de pulido.

De todo lo anterior podemos concluir con seguridad, de que la evidencia moderna, indica que la película de Beilby no está presente sobre las superficies metálicas pulidas por los métodos metalográficos normales. Y que si está presente, podemos concluir con seguridad, que tiene un caracter etéreo que no puede detectarse, y de ahí no puede interferir con los exámenes realizados empleando el microscopio óptico. Por consiguiente, para nuestras futuras consideraciones (capítulo 6), podemos ignorar la Película de Beilby.

#### 4.1.-MECANISMO

Aunque el mecanismo de electropulido no es entendido en todos sus aspectos, generalmente se considera que el proceso incluye ambas acciones de nivelado o suavizado y la acción de abrillantado.

##### 4.1.1.- SUAVIZADO

De acuerdo a la teoría desarrollada por F.A. Jacquet en 1939 [8], el suavizado esta acompañado por la disolución preferencial de los picos o rugosidades sobre la superficie rugosa siendo ésta la que resulta del acabado mecánico. Cuando dicha superficie rugosa funcione como el ánodo de una celda electrolítica apropiada, inmediatamente se produce una capa viscosa líquida adyacente a esta superficie, mediante la reacción entre el metal y el electrolito. Esta capa de solución conocida como la película de pulido (fig 4.1), posee una resistencia eléctrica mayor que la solución restante y controla la acción del suavizado.

La resistencia en el pico representado por la distancia A-B será menor que la depresión C representada por la distancia C-D, debido a que la película es más delgada en A-B. La corriente en A será mucho mayor en A que en C, causando así que el metal se disuelva más rápido en A que en C, y produce una superficie casi nivelada suavemente ondulada mediante la remoción de asperezas de tamaño de micron o mayores.

La difusión molecular y iónica que es más rápida a través de la película delgada de pulido en A, así como las diferencias en el fenómeno de polarización anódica en A y en C puede contribuir también a la acción de nivelado o suavizado.



FIGURA 4.1  
MECANISMO DE PULIDO ELECTROLITICO  
[8]

#### 4.1.2.- ABRILLANTADO

La acción de abrillantado está relacionada con la eliminación de irregularidades tan pequeñas como la de 0.01 micras y la eliminación del ataque en la superficie del metal. Este comportamiento está atribuido generalmente a la formación de una película delgada, parcialmente pasiva directamente sobre la superficie del metal y siguiendo sus contornos.

Las condiciones de abrillantado óptimo han sido relacionadas a las diferencias locales dentro de la pasivación anódica en las heterogeneidades y entre los picos y grietas secundarios junto con los efectos inhibidores de pasivación que influyen en la formación de la capa de óxido y el desarrollo del gas. Factores similares pueden contribuir también a la acción primaria de nivelado o acción suavizante en el electropulido.

#### 4.1.3.- RELACIONES DE CORRIENTE-VOLTAJE

Las condiciones de operación de una combinación particular muestra-electrolito serán evaluadas mediante la preparación de una gráfica del voltaje aplicado contra la densidad de corriente.

Estas varían en el electropulido en los diferentes electrolitos y para los diferentes metales. En la fig 4.2 se muestra una relación simple en la cual el pulido ocurre sobre un rango extenso de corriente y voltajes. A bajos voltajes se forma una película sobre la superficie y pasa una corriente pequeña o nula, así ocurre el ataque pero no el pulido. A voltajes más

altos, ocurre el pulido. Esta relación está dada por los electrolitos de ácido perclórico utilizados para el aluminio.

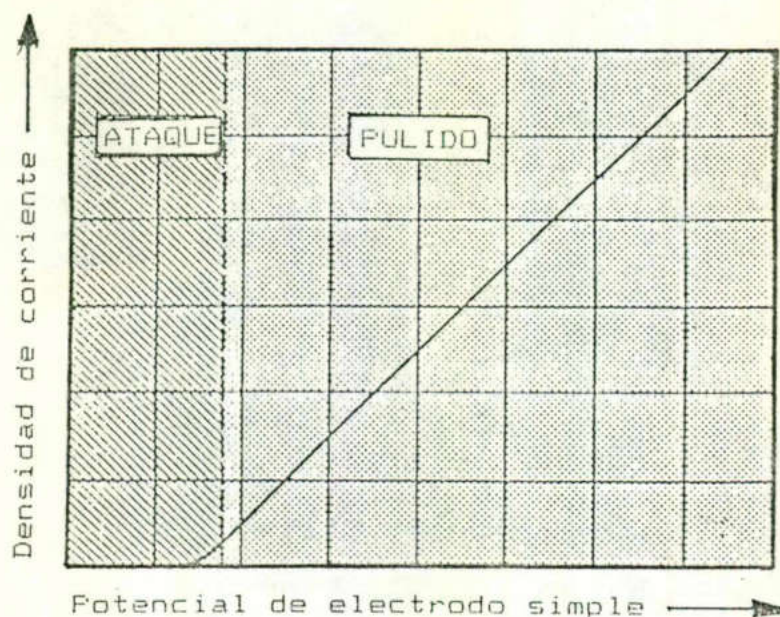


FIGURA 4.2.

RELACION ESQUEMATICA ENTRE DENSIDAD DE CORRIENTE Y POTENCIAL DE ELECTRODO SIMPLE PARA ELECTROLITOS QUE POSEAN UNA ACCION DE PULIDO SOBRE UN AMPLIO RANGO DE CORRIENTE Y VOLTAJES.

[8]

Una relación más compleja, encontrada frecuentemente es la que muestra la fig. 4.3, esta curva describe el voltaje de la celda como función de la densidad de corriente del ánodo para el electropulido del cobre en una solución acuosa de ácido ortofosfórico usando un circuito potenciométrico.

Esta curva de densidad de corriente contra el voltaje es típica de minerales ácidos en soluciones orgánicas viscosas donde es formada una capa iónica. El pulido ocurre sobre la meseta (C-D), el ataque a bajos voltajes (A-B), y el desprendimiento del gas y el picado a altos voltajes (D-E). El pulido óptimo generalmente ocurre en C. Si el área superficial catódica es mucho más grande que el área superficial anódica, el cátodo reaccionará, por ejemplo, liberando hidrógeno, no alterará la forma de la curva. Los procesos que ocurren en el ánodo son responsables de la forma de la curva de densidad de corriente contra voltaje. Para obtener curvas de este tipo, se requiere un circuito potenciométrico. La curva será diferente en un circuito en serie, donde se emplea una resistencia variable para variar el voltaje.

Como se mencionó se distinguen cinco regiones sobre la curva de voltaje de celda. En la región A-B la densidad de corriente aumenta con el potencial, se disuelve algo de metal y la superficie tiene una apariencia desagradable de ataque. La región B-C refleja una condición inestable mientras que la región C-D indica una meseta estable en la cual la película de pulido formada previamente alcanza un punto de equilibrio y ocurre el pulido; durante la última etapa la densidad de corriente permanece constante.

Las condiciones óptimas de pulido ocurren a lo largo de C-D cerca de la región D. En la región D-E las burbujas de gas se desarrollan lentamente, rompiendo la capa de pulido y causando un picado severo. El pulido con un rápido desprendimiento de gas está representado por la región E-F.

Los tipos de electrolitos de ácido fosfórico y sulfúrico y ácidos crómico-acético usados para los aceros inoxidable también representan la relación compleja de múltiples etapas de la fig 4.3

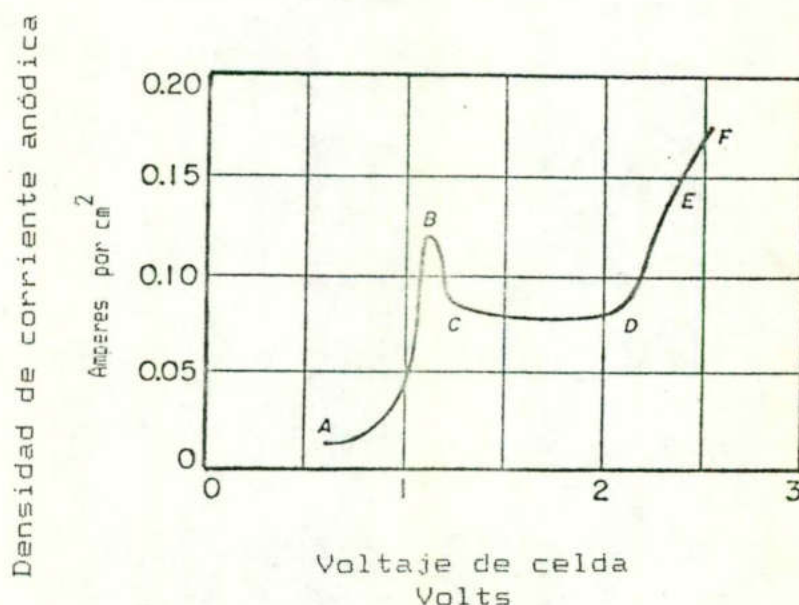


FIGURA 4.3

VOLTAJE DE CELDA COMO UNA FUNCION DE LA DENSIDAD DE CORRIENTE ANODICA PARA EL ELECTROPULIDO DEL COBRE EN ACIDO ORTOFOSFORICO (900 GRAMOS POR LITRO DE AGUA)

En el establecimiento de las curvas de voltaje-corriente como las de la figs. 4.2 y 4.3, debe permitirse que la electrólisis proceda bajo condiciones fijas hasta que se haya disuelto el metal suficiente como para producir una condición de "estado estable" en el ánodo.

4.2.- MONTAJE DE LA PROBETA

4.2.1.- CONECCIONES PARA CONTACTO ELECTRICO

Solamente la parte de la probeta a ser pulida debe de estar en contacto con el electrolito. Las probetas pequeñas deben de montarse por los procedimientos convencionales de montaje por moldeado en plástico, para un manejo más fácil en la preparación mecánica y el subsecuente electropulido. El contacto eléctrico puede hacerse a través de la parte trasera de la montura dentro de la probeta o mediante el empleo de una conexión indirecta como la de la fig. 4.4

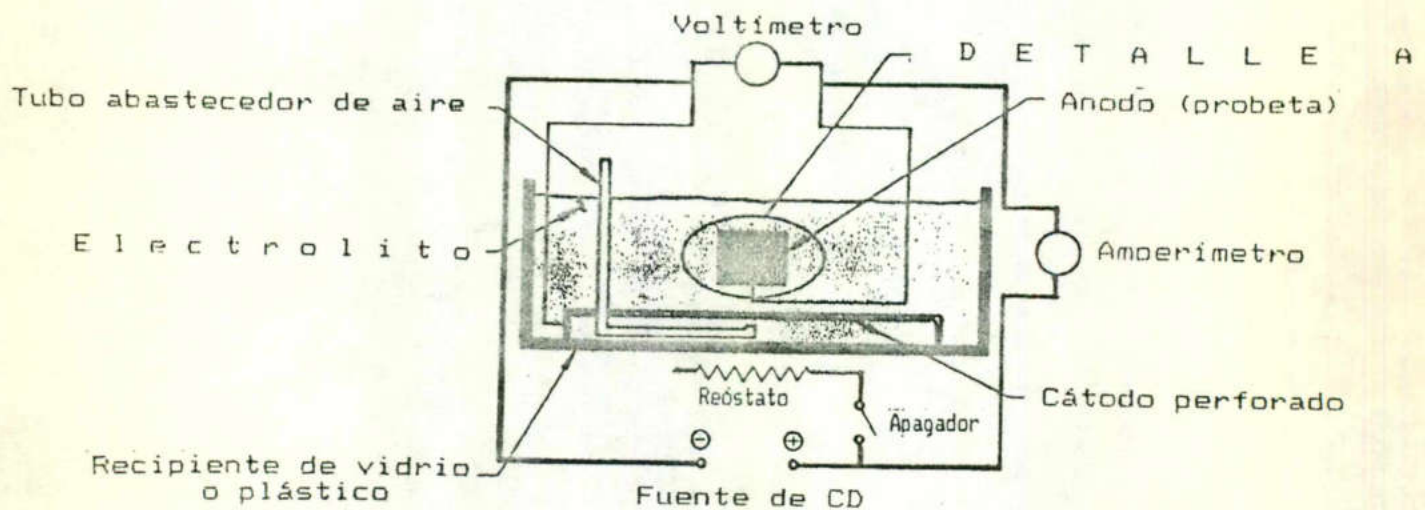
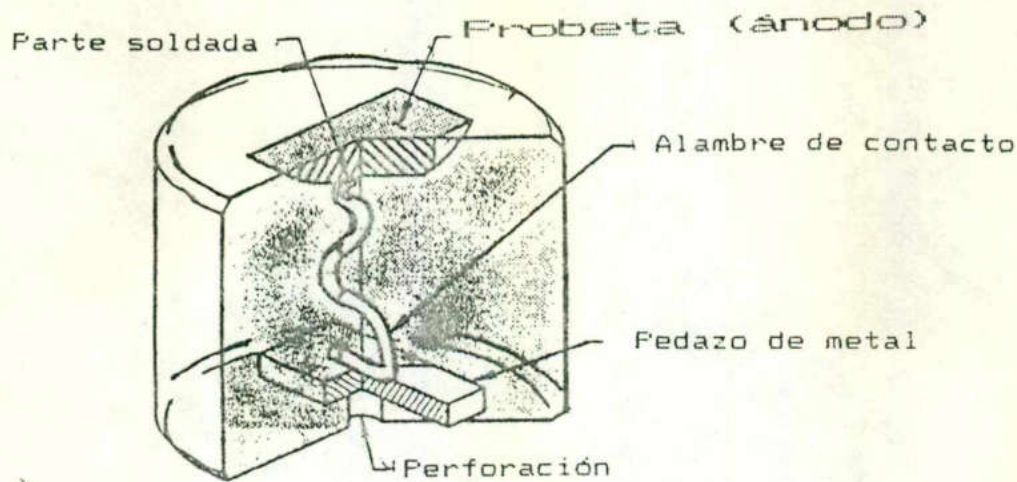


FIGURA 4.4.  
A

DISEÑO DE EQUIPO PARA ELECTROPULIDO EL CUAL ESTA PROVISTO DE AGITACION POR AIRE DEL ELECTROLITO A TRAVES DE UN CATODO PERFORADO.



D E T A L L E A

FIGURA 4.4

B

LA FIGURA MUESTRA UNA CONECCION ELECTRICA INDIRECTA PARA UNA PROBETA MONTADA.

NOTA: PARA OTRO TIPO DE MONTURA CONSULTAR EL ANEXO A DE "MONTAJE",

[8]

#### 4.2.2.- REACCION DEL PLASTICO DE MONTAJE CON EL REACTIVO

Debe de considerarse la posibilidad de una reacción violenta entre el plástico y algunos electrolitos cuando se monten las probetas de plástico. Por ejemplo, los materiales de fenol-formaldehído, las resinas acrílicas, y los materiales y las lacas aislantes a base de celulosa, no deben de usarse en soluciones que contengan ácido perclórico, debido al peligro de explosión. Las resinas polietilénicas, poliésteres y epóxicas y cloruros de polivinil pueden emplearse como materiales de montaje en soluciones de ácido perclórico sin peligro de explosión.

No es deseable el montaje de probetas en metales distintos, debido a que el metal en contacto con el electrolito es probable que interfiera con el pulido y también porque las aleaciones de montaje fundibles que contienen bismuto pueden ser peligrosamente reactivas en ciertos electrolitos que contengan agentes oxidantes. El bismuto que contengan las aleaciones puede formar compuestos explosivos en soluciones de ácido perclórico.

Al preparar una probeta inmontable para el electropulido, puede aplicarse un recubrimiento apropiado eléctricamente aislante e inerte químicamente en todas las superficies de la probeta y el gancho de la probeta, exceptuando la superficie a ser pulida, la cinta plástica eléctrica es adecuada siendo impenetrable a muchos electrolitos y fácilmente removible de la probeta después del pulido.

Otro diseño que ha sido empleado para el electropulido de probetas que no se montan, es el de empotrarlas en un orificio en la pared de la celda.

#### 4.3.- APARATO Y PROCEDIMIENTO

El equipo eléctrico utilizado para el electropulido puede variar desde arreglos de sencillo diseño de una celda de pilas secas a un elaborado arreglo de rectificadores e instrumentos electrónicos de control. Comercialmente existen varios tipos de aparatos, la elección del equipo depende del número y tipo de probetas a tratar y de la versatilidad y control deseados.

Las muestras metalográficas están limitadas a un área superficial de 1 a 6.5 cm<sup>2</sup>.

Debido a que la densidad de corriente debe de ser controlada, se hace necesario el medir el área superficial de la muestra. Algunos instrumentos proporcionan ayuda mediante el uso de una máscara con orificio contra la cual se sujeta la muestra. El área superficial esta dada para cada una de las máscaras en particular, y la densidad de corriente puede establecerse simplemente registrando la corriente mientras que se cambie el voltaje. En los aparatos en los que la muestra es sumergida en el electrolito, se hace necesario enmascarar la superficie que no irá a ser pulida utilizando cinta aislante, pintura, etc, ya que todas las superficies expuestas podrían ser pulidas.

##### 4.3.1.- CONSIDERACIONES PARA LA INSTALACION Y DISEÑO

La energía es proporcionada por lo regular mediante una fuente de poder rectificadora. Ya que los voltajes aplicados algunas veces exceden de los 100 V, debe tomarse precauciones para evitar un choque eléctrico. Se requieren medidores del voltaje y la corriente para controlar el proceso. Para disminuir los efectos de punta indeseables, se debe de retirar rápidamente la muestra de la solución por lo regular cuando aún se esté aplicando corriente. Algunos electrolitos son usados de una manera cíclica, así un instrumento para controlar el ciclo de pulido puede ser útil. Debido a que las soluciones y sus humos son corrosivos, es mejor operar la celda bajo una campana



extractora y colocar los controles eléctricos y la fuente de poder a cierta distancia. La celda debe de ser resistente a la corrosión, de fácil desagüe y limpieza.

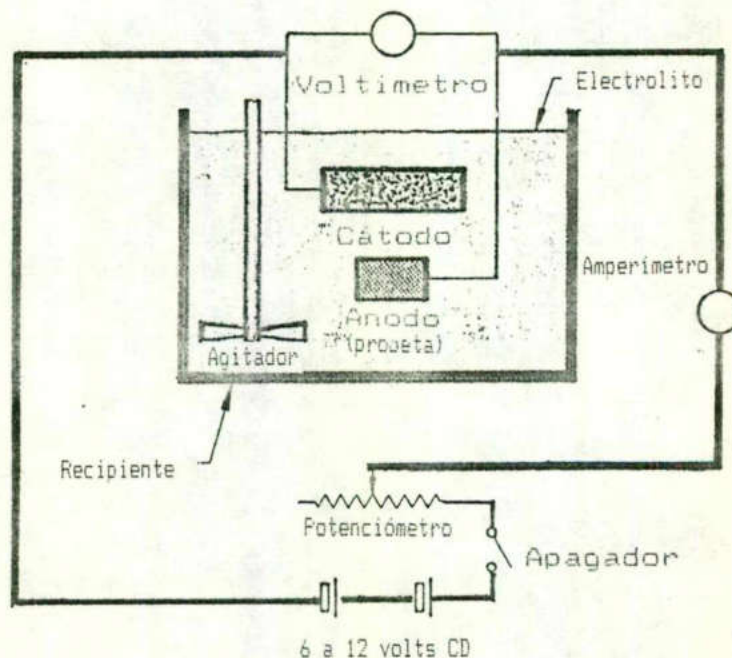
4.3.2.- FUENTE DE CORRIENTE

Generalmente se emplea corriente directa. La fuente de corriente puede consistir en una batería, en un generador de corriente directa o un rectificador. En general se emplea una fuente de batería solamente para voltajes bajos, debido a que se utilizarían muchas baterías para producir voltajes más altos. Estos tres tipos de fuentes de corriente proporcionan un abastecimiento constante de corriente directa.

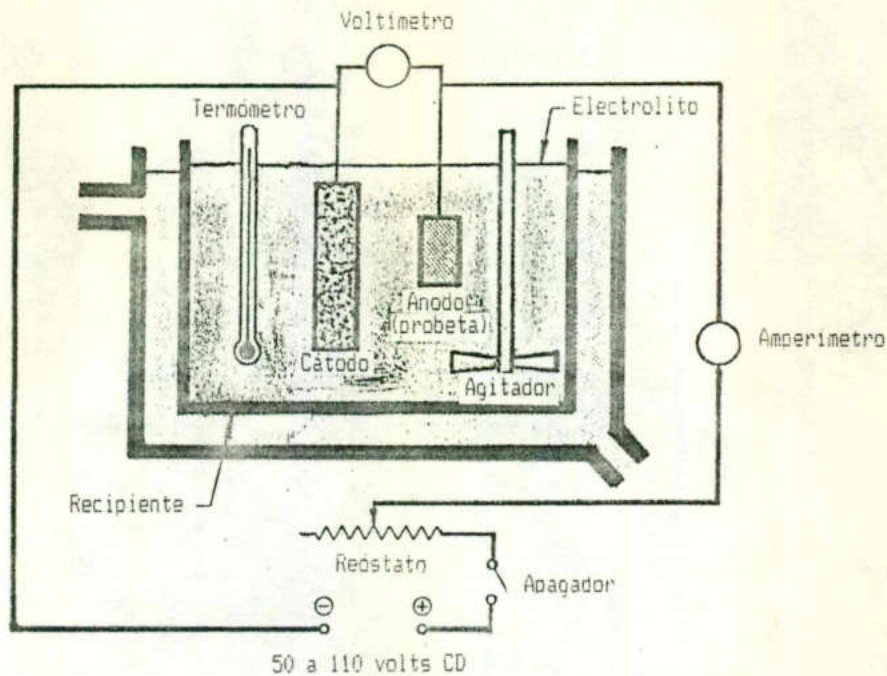
4.3.3.- CIRCUITOS ELECTRICOS

En la fig. 4.5 se muestran dos circuitos típicos, uno para densidades de corriente altas y otro para bajas. Para soluciones en las cuales ocurre una pequeña caída en el potencial a través de la celda, es más apropiado un circuito potenciométrico para densidades bajas de corriente (Fig.4.5a). A la inversa, cuando la caída de potencial a través de la celda es alta, debe de usarse un circuito en serie para densidades de corriente altas, (Fig. 4.5b), Deben de tomarse precauciones o provisiones para controlar tanto el voltaje como la corriente.

FIGURA 4.5  
SE MUESTRAN DOS TIPOS DE CIRCUITOS ELECTRICOS, Y EL DISEÑO DEL EQUIPO QUE SE EMPLEA PARA EL ELECTROPULIDO DE PROBETAS METALOGRAFICAS.



(a) CIRCUITO POTENCIOMETRICO  
(BAJAS DENSIDADES DE CORRIENTE)



(b) CIRCUITO EN SERIE  
(ALTAS DENSIDADES DE CORRIENTE)

#### 4.3.4.- LA CELDA ELECTROLITICA

La celda es solo un contenedor para el electrolito en el cual están suspendidos el cátodo y el ánodo. La celda generalmente está hecha de vidrio, pero puede ser de polietileno o polipropileno para soluciones que contienen iones fluorhídricos. Algunas veces se emplea una celda de acero inoxidable, la cual sirve también como cátodo. Por lo regular esta celda está rodeada de agua o en un baño de hielo o es enfriada por agua de alguna otra manera.

La probeta a pulirse, ánodo, debe de estar dispuesta de alguna forma para retirarla rápidamente del electrolito; su conexión eléctrica debe de ser simple y de fácil desprendimiento para que la probeta pueda ser enjuagada inmediatamente después del pulido (véase el arreglo del ánodo y cátodo).

##### 4.3.4.1.- MATERIAL DEL CATODO

El cátodo debe de estar hecho, de un metal que sea inerte al electrolito que está siendo empleado, el acero inoxidable es satisfactorio para la mayoría de las aplicaciones.

#### 4.3.4.2.- REFRIGERACION DEL ELECTROLITO

Para muchas aplicaciones, es necesario la agitación con aire del electrolito. Durante el electropulido bajo condiciones estacionarias, los productos de la región anódica se acumulan sobre la superficie del metal pulido. Por lo regular los procesos de difusión natural y de convección no pueden quitar lo suficientemente rápido dichos productos de la superficie anódica, y la excesiva acumulación de estos productos de reacción interfieren con los procesos de electropulido. La agitación por aire acelera la remoción de estos productos previniendo el calentamiento localizado sobre la superficie, manteniendo una temperatura uniforme del baño y retirando o removiendo las burbujas de gas que de otra forma pueden adherirse a la superficie y causar el picado. Aún así el emplear la agitación por lo regular requiere un incremento en la densidad de corriente a modo de mantener el espesor suficiente de la película de pulido. En algunas aplicaciones el movimiento vibratorio de la probeta puede sustituirse por la agitación. En otras aplicaciones tanto la agitación del electrolito en la celda y el control de la temperatura de electropulido pueden llevarse a cabo mediante la circulación del electrolito por medio de una bomba y un dispositivo o baño refrigerante externo.

Para prevenir e impedir el "surcado" o "estriado" de la superficie a ser electropulida; el movimiento del electrolito, y el gas, contra la superficie del metal debe de ser suave y no direccional.

#### 4.3.5.- DISEÑO DEL ANODO Y CATODO

En la figura 4.5 se muestran dos maneras de colocar la probeta, ánodo, y el cátodo. En cada arreglo solo se expone la parte de la probeta en el electrolito.

**5a.** La superficie a pulirse es horizontal y con cara hacia el cátodo. Esta disposición ayuda a mantener una capa estable cercana a la superficie a pulirse y es usada en forma ordinaria cuando el pulido ocurre bajo una capa viscosa

**5b.** Aquí la superficie a pulirse está vertical y de cara hacia el cátodo. Este arreglo se utiliza en algunas ocasiones cuando el pulido ocurre con desprendimiento de gas debido a que este permite el escape fácil de las burbujas de gas. Sin embargo la evaporización direccional puede causar el rayado de la superficie a pulir a menos que se de atención especial a la colocación y a la agitación. Es de gran ayuda para evitar el rayado de la probeta, el moverla alternadamente.

En el diseño que muestra la fig. 4.5 son evitados en forma efectiva tanto el picado como el rayado, en este diseño de celda en la cual es proporcionado un movimiento suave unidireccional del electrolito en la superficie a pulir mediante la introducción de aire a través de perforaciones en un cátodo horizontal en el fondo de la celda. Aunque en esta figura se muestra un circuito eléctrico (en serie) que es el que se utiliza ordinariamente puede usarse también el circuito potenciométrico de la 4.5a.

La conexión eléctrica de la probeta está realizada indirectamente a través de un bloque de metal y un alambre de contacto que está soldado al reverso de la probeta y el bloque de metal antes de que el ensamble sea montado en la resina epóxica u otro material apropiado. Después del montaje se perfora un orificio a través de la parte trasera de la probeta hasta el bloque del metal para permitir la conexión del alambre conductor eléctrico. La conexión indirecta evita el peligro de perder el enlace de la probeta a la montura que podría existir con la conexión directa a través de un orificio perforado dentro de la misma probeta.

El diseño mostrado en la fig. 4.5 es especialmente adecuado para el electropulido a densidades de corriente altas y medias. La montura está soportada convenientemente en un "caimán" que tiene extensiones de acero inoxidable soldados a las quijadas. El caimán está prendido a un gancho que puede ser soportado sobre un ánodo horizontal en barra para un manejo más fácil. Mediante el colgado del gancho sobre la barra el contacto eléctrico a la pieza o probeta es hecho casi simultáneamente con la inmersión en el electrolito. El contacto se rompe casi simultáneamente con el retiro o remoción del electrolito cuando se retira el gancho de la barra ánodo, esto permite el enjuague rápido para evitar el manchado de la superficie pulida.

Un arreglo similar se muestra en la fig. 4.6, en la cual el cátodo es una palanquilla de forma de "L" y la agitación se proporciona por medio de un agitador magnético abajo del cátodo.

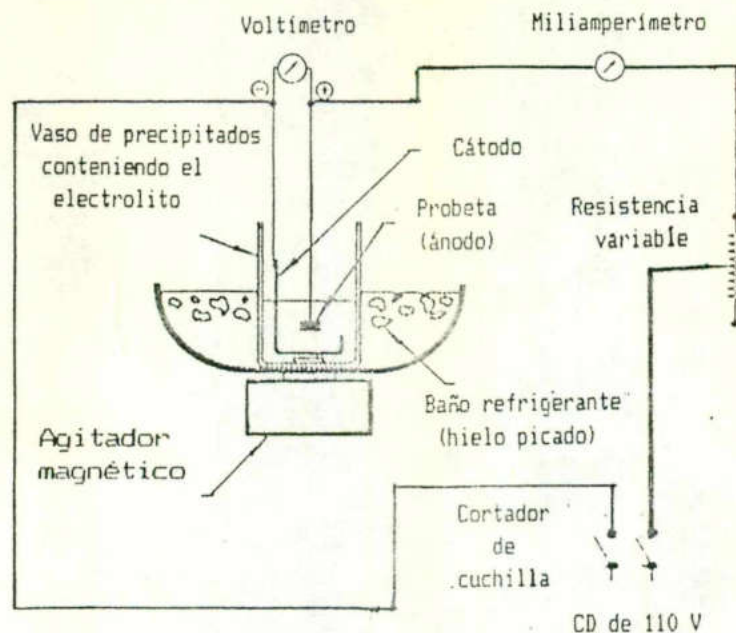


FIGURA 4.6.

DISEÑO BASICO DE LABORATORIO PARA EL ELECTROPULIDO Y EL ATAQUE QUIMICO  
[8]

Para el electropulido a bajas densidades de corriente por lo general no se emplea la agitación. Cualquier arreglo de celda de los que se han descrito pueden emplearse para estas aplicaciones. Sin embargo, cuando son empleadas bajas densidades de corriente, existen algunas ventajas de colocar la probeta en forma horizontal al centro de un celda circular cubierta verticalmente de vidrio o plástico inerte, en el cual el cátodo es una hoja de acero inoxidable que se le ha dado un forma circular algo más pequeña que la celda.

#### 4.4.- DESARROLLO DEL PROCEDIMIENTO PARA EL ELECTROPULIDO

##### 4.4.1.- EFECTOS DEL TIPO DE ALEACION

Generalmente resulta de ayuda el comparar la posición del componente mayor de la aleación con elementos del mismo grupo general en la tabla periódica, y estudiar el diagrama de fases, si se dispone, para predecir el número de fases y sus características. Las aleaciones de una sola fase son generalmente fáciles de electropulir, mientras que las aleaciones multifásicas son difíciles o imposibles de pulir mediante el método electrolítico. Aún las adiciones pequeñas de aleantes al metal

pueden afectar profundamente la respuesta del metal a pulir en un electrolito dado.

#### 4.4.2.- PRINCIPIOS GENERALES

Algunas veces la posibilidad de pulir un metal y las condiciones de pulido de un electrolito dado pueden ser descubiertas mediante el graficado de la densidad de corriente contra potencial del electrodo. La curva de la fig. 4.2 es típica de electrolitos que pulen sobre un amplio rango o que no pulirán del todo. La curva en la fig. 4.3 es característica de electrolitos que forman una capa iónica; el pulido ocurrirá entre C y D en este tipo de curva, y es mejor cuando se acerca a el punto D.

En una celda diseñada de modo que el ánodo sea claramente visible durante la electrólisis, la meseta de la gráfica puede determinarse mediante la observación del ánodo mientras es incrementada gradualmente la corriente. Para resultados estables y reproducibles, se pasa corriente por 30 minutos antes de registrar el dato; y la corriente se incrementa lentamente.

Después de que se determina el rango de pulido, las otras constantes tales como preparación, agitación y tiempo, pueden determinarse experimentalmente. La cantidad o grado de preparación requerida depende de la naturaleza de la probeta y los resultados deseados.

#### 4.4.3.- PREPARACION DE LA PROBETA

Esta puede ser por lo regular realizada mediante el uso de papel metalográfico No. 0 en una pulidora de motor. En otros casos es necesario el tener un buen pulido mecánico como el que se obtiene a partir del uso de la No. 00, antes de empezar el electropulido. Los metales suaves (plomo y cobre), pueden necesitar ataque químico después del pulido mecánico.

La superficie a pulirse deberá estar limpia en todo sentido para permitir el ataque uniforme por el electrolito. Por lo que debe de manejarse la probeta con pinzas para evitar la contaminación con la grasa de las manos, después de la preparación final para el electropulido.

#### 4.5.- VENTAJAS Y LIMITACIONES DEL ELECTROPULIDO

##### 4.5.1.- LAS PRINCIPALES VENTAJAS DEL ELECTROPULIDO SON:

- 1.- Para algunos metales, el electropulido puede producir un acabado superficial de alta calidad que es equivalente al mejor que pueda obtenerse por medios mecánicos.
- 2.- Una vez que se ha establecido el procedimiento, pueden obtenerse mejores resultados con menos habilidad del operador que el que se requiere para el pulido mecánico.
- 3.- Pudiera haber un significativo ahorro de tiempo si son pulidas muchas probetas del mismo material en forma consecutiva.
- 4.- El electropulido es adecuado especialmente para metales suaves, los cuáles son difíciles de pulir por los medios mecánicos.
- 5.- En el pulido electrolítico no se producen rayas. La ausencia de rayas es una ventaja decisiva en la observación de superficies electropulidas de alta calidad de materiales ópticamente activos bajo la luz polarizada.
- 6.- Los enmascaramientos que resultan de la deformación mecánica, tales como material dañado o bandas mecánicas, las cuáles se producen en la superficie aún mediante el desbaste y pulido mecánico cuidadoso, situaciones que no ocurren con el electropulido.
- 7.- Las superficies resultantes del electropulido están sin trabajado por el procedimiento de pulido. Esta característica es importante en las pruebas de dureza de cargas pequeñas o estudios de Rayos-X.
- 8.- En algunas aplicaciones, puede llevarse a cabo, el ataque mediante la simple reducción del voltaje a aproximadamente un décimo del potencial requerido para el pulido, después de continuarse la electrólisis por unos cuantos segundos.
- 9.- El electropulido es útil frecuentemente en la metalografía electrónica (donde son importantes altas resoluciones), debido a que producen superficies de metal limpias y sin distorsión.

La preparación metalográfica por electropulido está sujeta a varias limitaciones, las cuáles deben de conocerse para prevenir o evitar la aplicación errónea del método y que los resultados desacuerden.

#### 4.5.2.- LAS DESVENTAJAS SON :

- 1.- Las sustancias y combinaciones químicas usadas en el electropulido son tóxicas, muchas son altamente inflamables o explosivos en potencia. Solo debe permitirse el manejo a personal bien entrenado que esté suficientemente familiarizado con procedimientos de laboratorio .
- 2.- Las condiciones y electrolitos requeridos para obtener superficies satisfactoriamente pulidas difieren para las diferentes aleaciones, de ahí, que para desarrollar un procedimiento para las aleaciones nuevas toma un tiempo considerable, si es que este puede desarrollarse del todo.
- 3.- En las fases de aleaciones múltiples, con frecuencia los grados de las diferentes fases no son las mismas. Los resultados de pulido dependen grandemente, ya sea si la segunda o tercera fase son fuertemente catódicas o anódicas con respecto a la matriz. La matriz es disuelta preferentemente si las otras fases son relativamente catódicas.  
  
También puede ocurrir el ataque preferencial en la interfase entre dos fases. Estos efectos son muy pronunciados cuando las fases contrarias a la matriz son virtualmente inatacadas por el baño de pulido. Los efectos son contrarios cuando la fase matriz es relativamente catódica.
- 4.- Puede necesitarse un gran número de electrolitos para pulir la variedad de metales que llegan a un laboratorio para su preparación metalográfica.
- 5.- Los materiales plásticos o metálicos de montaje pueden reaccionar con el electrolito.
- 6.- Las superficies electropulidas presentan un ondulado en vez de una superficie plana, y en algunos casos resultan inapropiadas para examinarse a todos los aumentos. Bajo ciertas condiciones puede producirse el estriado y el picado.
- 7.- Los efectos de las puntas limitan las aplicaciones que involucran a las probetas pequeñas, fenómenos de superficie, recubrimientos, intercaras y fisuras.
- 8.- El ataque alrededor de las partículas no metálicas y materiales adyacentes , huecos y varias inhomogeneidades pueden no ser las mismas como las de la matriz.
- 9.- Las superficies electropulidas de ciertos materiales puede pasivarse y ser difíciles de atacar.



## 4.6.- CAUSAS DE FALLAS EN EL ELECTROPULIDO Y SU SOLUCION

Las recomendaciones siguientes se sugieren de acuerdo al estandar de ASTM E 3 para la corrección de los problemas más comunes encontrados en el electropulido de metales y aleaciones.

TABLA 4.1  
PROBLEMAS DE ELECTROPULIDO Y SU CORRECCION

PROBLEMA	CAUSA	CORRECCION
Centro de la probeta profundamente atacada	No hay película de pulido en el centro de la probeta	Aumentar voltaje. Disminuir agitación. Usar un electrolito más viscoso.
Picado o ataque en los bordes de la probeta	Película muy viscosa o espesa	Disminuir voltaje. Aumentar agitación. Utilizar un electrolito menos viscoso.
Suciedad sobre la superficie	Producto anódico insoluble	Probar nuevo electrolito. Aumentar temperatura. Aumentar voltaje.
Superficie rugosa o áspera	Película de pulido insuficiente o inexistente	Aumentar voltaje. Utilizar un electrolito más viscoso.
Ondulaciones o bandas sobre la superficie pulida	Tiempo insuficiente. Agitación incorrecta. Preparación inadecuada. Demasiado tiempo.	Aumentar y disminuir tiempo. Utilice una mejor preparación. Incremente voltaje y disminuya tiempo.
Manchas sobre la superficie de pulida	Ataque después de que está desconectada la corriente de pulido.	Retirar la probeta mientras la corriente está prendida. Probar un electrolito menos corrosivo.
Regiones sin pulir * ojos de buey	Burbujas de gas	Aumente agitación. Disminuya voltaje.
Fases sin ataque	Película de pulido insuficiente	Aumente voltaje. Utilice mejor preparación. Disminuya tiempo.
Picado	Pulido muy prolongado. Voltaje muy alto.	Utilice una mejor preparación. Disminuya voltaje. Disminuya tiempo. Probar un electrolito distinto.

## ELECTROLITOS PARA ELECTROPULIDO

### 5.1.- CARACTERISTICAS DE LOS ELECTROLITOS

Las características preferidas , o algunas veces requeridas para un electrolito son :

- 1.- Debe ser algo viscoso para controlar los grados de difusión y convección.
- 2.- Debe ser buen solvente para el metal del ánodo (probeta) durante las condiciones de electrólisis para obtener un pulido más uniforme.
- 3.- De preferencia no debe atacar el metal del ánodo cuando no haya paso de corriente.
- 4.- Debe de contener uno o mas iones de radio iónico grande tales como cloratos, fosfatos, y sulfatos, y algunas veces moléculas orgánicas grandes.
- 5.- Fácil de mezclar, estable y seguro de manejarse (muchos electrolitos conocidos deficientes en este aspecto).
- 6.- Deberá funcionar sin problemas a temperatura ambiente y no ser sensible a cambios de temperatura.

### 5.2.- P R E C A U C I O N E S PARA EL USO DE LOS ELECTROLITOS

Muchos electrolitos empleados para el electropulido pueden ser peligrosos si son manejados inapropiadamente. Antes de mezclar cualquier electrolito se recomienda sean leídas las siguientes instrucciones.

## I N S T R U C C I O N E S

### 5.2.1.- RESTRICCIONES DE EMPLEO

Las mezclas de ácido perclórico y anhídrido acético son extremadamente peligrosos para prepararlos y son más impredecibles para usarse. Muchas firmas industriales y laboratorios de investigación han prohibido su uso. Estas mezclas son altamente corrosivas a la piel y los vapores de anhídrido acético pueden causar daños severos si se inhalan.

Estos riesgos son consideradas razón suficiente para recomendar que estas mezclas a pesar de su efectividad como electrolitos de electropulido, no se empleen.

Las mezclas de compuestos orgánicos oxidantes que son agentes de poder oxidante son siempre potencialmente peligrosos. Después de algún uso, cualquier electrolito estará cargado fuertemente con iones de los metales pulidos. Estos iones pueden catalizar la descomposición del electrolito, y las sales metálicas que pueden cristalizar a partir de los reactivos pueden ser explosivas. Los electrolitos deben ser desechados inmediatamente después de usarlos.

### 5.2.2.- TIPO DE CONTENEDORES

El mezclado, almacenaje, y manejo de los electrolitos debe hacerse en contenedores y equipos hechos de materiales adecuados para las sustancias empleadas. El vidrio es resistente a casi todos los compuestos químicos.

El polietileno, polipropileno y algunos plásticos similares inertes son resistentes al ácido fluorhídrico, fluorosílico y flourobórico así como también a las soluciones que contienen sales de estos ácidos. Estos materiales también se recomiendan para el almacenaje prolongado de soluciones fuertemente alcalinas y soluciones fuertes de ácido fosfórico, las cuales atacan al vidrio (especialmente los grados normales de vidrio).

### 5.2.3.- TIEMPO DE ALMACENAJE

No se debe de permitir a las soluciones de electrolitos que se vuelvan electrolitos cargados fuertemente con iones de los metales disueltos en el uso, y nunca debe de permitirse que se vuelvan más concentrados por la evaporación durante el almacenaje y uso.

### 5.3.- ELECTROLITOS PARA PULIDO

Los electrolitos de la tabla 5.1 se clasifican por los tipos de químicos en ocho grupos. Sus componentes químicos se enlistan en el orden de mezclado. Sin embargo, contrario a la práctica común, el enlistado en este orden se hace para evitar la posibilidad de cometer errores peligrosos. A menos que se den otras indicaciones, se pretende utilizar estos electrolitos en el rango de temperatura de 18° a 38° C.

La tabla 5.1 da las fórmulas de ocho grupos de electrolitos; junto con las condiciones de su uso en el electropulido de varios metales y aleaciones. La tabla 5.2 sintetiza la aplicabilidad de estos electrolitos para el electropulido de metales específicos.

TABLA 5.1

ELECTROLITOS PARA EL PULIDO ELECTROLITICO DE DIVERSOS METALES Y ALEACIONES  
[8]

G R U P O I

ELECTROLITOS COMPUESTOS DE ACIDO PERCLORICO Y ALCOHOL CON O SIN ADICIONES ORGANICAS

CLASE	F O R M U L A	E M P L E O	VOLTAJE CELDA	TIEMPO a	NOTAS
I-1	800 ml de etanol absoluto, 140 ml de agua destilada, 60 ml de ácido perclórico (60%)	Aluminio y aleaciones de aluminio menores al 2%	30-80	15-60 s	..
		Aleaciones al carbon y ac. inox.	35-65	15-60 s	..
		Pb, Pb-Sn, Pb-Sn-Cd, Pb-Sn-Sb	12-35	15-60 s	..
		Zn, Zn-Sn-Fe, Zn-Al-Cu	20-60	...	..
		Aleaciones de Mg y alto Mg	...	...	b
I-2	800 ml de etanol, 200 ml de ácido perclórico (60%)	Acero inoxidable, aluminios	35-80	15-60 s	..
I-3	940 ml de etanol, 6 ml de agua destilada, 54 ml de ácido perclórico	Aceros inoxidables	35-40	15-60 s	..
I-4	700 ml de etanol, 120 ml de agua destilada, 100 ml de 2-butoxi-etanol, 80 ml de ácido perclórico (60%).	Acero, hierro colado, aleaciones de Al y Al, Ni, Sn, Ag, Be, Ti, Zr, U, y aleaciones resistentes al calor	15-50	15-60 s	c
I-5	700 ml de etanol, 120 ml de agua destilada, 100 ml de glycerol, 80 ml de ácido perclórico (60%).	Inoxidables, aceros alta velocidad, Al, Fe, aleaciones Fe-Si, Pb, Zr	15-50	15-60 s	d
I-6	760 ml de etanol, 30 ml de agua destilada, 190 ml de éter, 20 ml de ácido perclórico (60%).	Al, aleaciones aluminio silicio, aleaciones Fe-Si	35-60	15-60 s	e
I-7	600 ml de etanol, 370 ml de 2-butoxi-etanol, 30 ml de ácido perclórico (60%).	Mo, Ti, Zn, Zr, aleaciones uranio-zirconio	60-150	5-30 s	..

CONTINUACION GRUPO I

CLASE	F O R M U L A	E M P L E O	VOLTAJE CELDA	TIEMPO a	NOTAS
I-8	840 ml de etanol, 4 ml de agua destilada, 125 ml de glycerol, 31 ml de ácido perclórico (70%).	Al, aleaciones Al-Si, aleaciones Fe-Si	50-100	5-60 s	..
I-9	590 ml de etanol, 6 ml de agua destilada, 350 ml de 2-butoxietanol, 54 ml de ácido perclórico (70%).	Germanio	25-35	30-60 s	..
		Titanio	58-66	45 s	f
		Vanadio	30	3 s	g
		Zirconio	70-75	15 s	h
I-10	950 ml de metanol, 15 ml de ácido nítrico, 50 ml de ácido perclórico (60%).	Aluminio	30-60	15-60 s	..

G R U P O II

ELECTROLITOS COMPUESTOS DE ACIDO PERCLORICO (60%) Y ACIDO ACETICO GLACIAL

CLASE	F O R M U L A	E M P L E O	VOLTAJE CELDA	TIEMPO a	NOTAS
II-1	940 ml de ácido acético, 60 ml de ácido perclórico.	Cr, Ti, U, Zr, Fe, hierro colado, inoxidable	20-60	1-5 m	j
II-2	900 ml de ácido acético, 100 ml de ácido perclórico.	Zr, Ti, U, Aceros, superaleaciones	12-70	.5-2 m	..
II-3	800 ml de ácido acético, 200 ml de ácido perclórico.	U, Zr, Ti, Al, aceros, superaleaciones	40-100	1-15 m	..
II-4	700 ml de ácido acético, 300 ml de ácido perclórico.	Ni, Pb, aleaciones plomo-antimonio	40-100	1-5 m	..
II-5	650 ml de ácido acético, 350 ml de ácido perclórico.	Hierro al 3% de Silicio	...	5 m	k

## T A B L A S

## G R U P O III

## ELECTROLITOS COMPUESTOS DE ACIDO FOSFORICO (85%) EN AGUA O SOLVENTE ORGANICO

CLASE	FORMULA	EMPLEO	VOLTAJE CELDA	TIEMPO a	NOTAS
III-1	1000 ml de ácido fosfórico.	Cobalto	1.2	3-5 m	..
III-2	175 ml de agua destilada, 825 ml de ácido fosfórico.	Cobre puro	1-1.6	10-40 m	m
III-3	300 ml de agua, 700 ml de ácido fosfórico.	Acero inoxidable, latón, Cu y aleaciones de cobre, exceptuando el bronce al estaño	1.5-1.8	5-15 m	m
III-4	600 ml de agua, 400 ml de ácido fosfórico.	Cu-Fe, Cu-Co, Co, Cd, latones alfa o alfa + beta	1-2	1-15 m	n
III-5	100 ml de agua, 580 gr. de ácido pirofosfórico.	Cu, Cu-Zn	1-2	10 m	m
III-6	500 ml de diethylene glycol monoethyl* éter, 500 ml de ácido fosfórico.	Acero	5-20	5-15 m	p
III-7	200 ml de agua, 380 ml de etanol (95%), 400 ml de ácido fosfórico.	Al, Mg, Ag	25-30	4-6 m	..
III-8	300 ml de etanol, 300 ml de glycerol*(cp), 300 ml de ácido fosfórico.	Uranio	...	...	..
III-9	500 ml de etanol (95%), 250 ml de Glycerol*, 250 ml de ácido fosfórico	Manganeso, aleaciones cobre, manganeso	18	...	..
III-10	500 ml de agua destilada, 250 ml de etanol (95%), 250 ml de ácido fosfórico.	Cu, y aleaciones base cobre	...	1-5 m	..



## CONTINUACION GRUPO III

CLASE	FORMULA	EMPLEO	VOLTAJE CELDA	TIEMPO a	NOTAS
III-11	Etanol para hacer 1000 ml de solución, 400 gr. de ácido pirofosfórico.	Aceros inoxidables y todas las aleaciones austeníticas resistentes al calor	...	10 m	r
III-12	625 ml de etanol (95%), 375 ml de ácido fosfórico.	Mg-Zn	1.5-2.5	3-30 m	..
III-13	445 ml de etanol (95%), 275 ml de glycol etileno, 275 ml de ácido fosfórico	Uranio	18-20	5-15 m	s

G R U P O IV

ELECTROLITOS COMPUESTOS DE ACIDO SULFURICO EN AGUA O SOLVENTE ORGANICO

CLASE	F O R M U L A	E M P L E O	VOLTAJE CELDA	TIEMPO a	NOTAS
IV-1	250 ml de agua, 750 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables	1.5-6	1-2 m	..
IV-2	400 ml de agua, 600 ml de ácido sulfúrico.	Aceros inoxidables, hierro, Ni	1.5-6	2-6 m	..
IV-3	750 ml de agua, 250 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables, hierro, Ni	1.5-6	2-10 m	..
IV-4	900 ml de agua, 100 ml de ácido sulfúrico	Molibdeno	1.5-6	.33-1 m	t
IV-5	70 ml de agua, 200 ml de glicerol, 720 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables	1.5-6	.5-5 m	t
IV-6	220 ml de agua, 200 ml de glicerol, 580 ml de ácido sulfúrico.	Aceros inoxidables, aluminio	1.5-12	1-20 m	..
IV-7	875ml de metanol, 125 ml de ácido sulfúrico	Molibdeno	6-18	.5-1.5m	u

G R U P O V

ELECTROLITOS COMPUESTOS DE ACIDO CROMICO EN AGUA

CLASE	F O R M U L A	E M P L E O	VOLTAJE CELDA	TIEMPO a	NOTAS
V-1	830 ml de agua, 620 gr de ácido crómico	Aceros inoxidables	1.5-9	2-10 m	..
V-2	830 ml de agua, 170 gr de ácido crómico	Zinc, Latones	1.5-12	10-60 s	..

## G R U P O VI

## ELECTROLITOS COMPUESTOS DE MEZCLAS DE ACIDOS O SALES EN AGUA O SOLUCIONES ORGANICAS

CLASE	FORMULA	EMPLEO	VOLTAJE CELDA	TIEMPO a	NOTAS
VI-1	600 ml de ácido fosfórico (85%), 400 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables	...	...	..
VI-1	150 ml de agua, 300 ml de ácido fosfórico (85%), 550 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables	...	2 m	v
VI-3	240 ml de agua, 420 ml de ácido fosfórico (85%), 340 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables	...	2-10 m	w
VI-4	330 ml de agua, 550 ml de ácido fosfórico (85%), 120 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables	...	1 m	x
VI-5	450 ml de agua, 390 ml de ácido fosfórico (85%), 160 ml de ácido sulfúrico	Bronce (al 9% de estaño)	...	1-5 m	y
VI-6	330 ml de agua, 580 ml de ácido fosfórico (85%), 90 ml de ácido sulfúrico	Bronce (al 6% de estaño)	...	1-5 m	y
VI-7	140 ml de agua, 100 ml de glicerol, 430 ml de ácido fosfórico (85%), 330 ml de ácido sulfúrico	Acero	...	1-5 m	z
VI-8	200 ml de agua, 590 ml de glicerol, 100 ml de ácido fosfórico (85%), 110 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables	...	5 m	aa
VI-9	260 ml de agua, 175 gr de ácido crómico, 175 ml de ácido fosfórico (85%), 580 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables	...	30 m	bb
VI-10	175 ml de agua, 105 gr de ácido crómico, 460 ml de ácido fosfórico (85%), 390 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables	...	60 m	cc

CONTINUACION GRUPO VI

CLASE	F O R M U L A	E M P L E O	VOLTAJE CELDA	TIEMPO a	NOTAS
VI-11	240 ml de agua, 80 gr de ácido crómico, 650 ml de ácido fosfórico (85%), 130 ml de ácido sulfúrico	Inoxidables y aceros aleados	...	5-60 m	dd
VI-12	100 ml de ácido fluorhídrico, 900 ml de ácido sulfúrico	Tantalio	..	9 m	ee
VI-13	210 ml de agua, 180 ml de ácido fluorhídrico, 610 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables	...	5 m	ff
VI-14	800 ml de agua, 100 gr de ácido crómico, 46 ml de ácido sulfúrico 310 gr de dicromato de sodio, 96 ml de ácido acético glacial.	Zinc	...	...	gg
VI-15	260 ml de peróxido de hidrógeno (30%), 240 ml de ácido fluorhídrico, 500 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables	...	5 m	hh
VI-16	520 ml de agua, 80 ml de ácido fluorhídrico, 400 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables	...	.5-4 m	jj
VI-17	600 ml de agua, 180 gr de ácido crómico, 60 ml de ácido nítrico, 3 ml de ácido fluorhídrico, 240 ml de ácido sulfúrico	Aceros inoxidables	...	...	..
VI-18	750 ml de glicerol, 125 ml de ácido acético glacial, 125 ml de ácido nítrico	Bismuto	12	1-5 m	kk

G R U P O VII

ELECTROLITOS ALCALINOS

CLASE	F O R M U L A	E M P L E O	VOLTAJE CELDA	TIEMPO a	NOTAS
VII-1	80 gr de cianuro de potasio, 40 gr de carbonato de potasio, 50 gr de cloruro oro, para hacer 1000 ml de solución en agua	Oro, Plata	7.5	2-4 m	nn
VII-2	100 gr de cianuro de sodio, 100 gr de ferrocianuro, aforar a 1000 ml con agua	Plata	2.5	A 1 m	ññ
VII-3	400 gr de cianuro de potasio, 280 gr de plata, 280 gr de dicromato de potasio, aforar a 1000 ml con agua	Plata	...	A 9 m	oo
VII-4	Para un litro de solución, solvente agua, 160 gr de fosfato trisódico,	Tugsteno	...	10 m	pp
VII-5	100 gr de hidróxido de sodio en un litro de agua,	Plomo, Tugsteno	...	8-10 m	qq
VII-6	200 gr de hidróxido de potasio aforar a 1000 ml	Zinc, estaño	2-6	15 m	rr

G R U P O VIII

ELECTROLITOS COMPUESTOS DE METANOL Y ACIDO NITRICO

CLASE	F O R M U L A	E M P L E O	VOLTAJE CELDA	TIEMPO a	NOTAS
VIII-1	600 ml de metanol absoluto, 330 ml de ácido nítrico	Ni, Cu, Zn, Monel, Latón, Nicromo, acero inoxidable	40-70	10-60 s	ss

NOTAS REFERENTES A LA TABLA 5,1

- a s = segundos, m = minutos
- b cátodo de níquel
- c uno de los mejores electrolitos universales
- d electrolito universal comparable al I-4
- e mejores resultados si es particular de las aleaciones Al-Si
- f solo para pulido
- g ciclos de 3 segundos repetidos unas 7 veces para prevenir el calentamiento
- h pulir y atacar simultáneamente
- j buen electrolito para usos generales
- k 0.06
- m cátodo de cobre
- n cátodo de cobre o de acero inoxidable
- p 49°C
- q cátodo de aluminio, 38 a 43°C
- r 38°C
- s  $0.03 \text{ amp/cm}^2$
- t bueno en particular para molibdeno sinterizado, de 0 a 27 °C
- u 0 a 27°C
- v  $0.3 \text{ amp/cm}^2$
- w  $0.1 \text{ a } 0.2 \text{ amp/cm}^2$
- x  $0.05 \text{ amp/cm}^2$
- y  $0.1 \text{ amp/cm}^2$
- z  $1 \text{ a } 5 \text{ amp/cm}^2$ , 38°C
- aa  $1 \text{ amp/cm}^2$ , 27 a 49°C

bb	0.6 amp/cm <sup>2</sup> , 27 a 49°C
cc	0.5 amp/cm <sup>2</sup> , 27 a 49°C
dd	0.5 amp/cm <sup>2</sup> , 38 a 54°C
ee	cátodo de grafito, 0.1 amp/cm <sup>2</sup> , 32 a 38°C
ff	0.5, amp/cm <sup>2</sup> , 21 a 49°C
gg	0.002 amp/cm <sup>2</sup> , 21 a 38°C
hh	0.5 amp/cm <sup>2</sup> , PRECAUCION: PELIGROSA
jj	0.08 a 0.3 amp/cm <sup>2</sup>
kk	aprox. 0.5 amp/cm <sup>2</sup>
nn	cátodo de grafito
ññ	cátodo de grafito
oo	cátodo de grafito, 0.003 a 0.009 amp/cm <sup>2</sup>
pp	cátodo de grafito, 0.09 amp/cm <sup>2</sup> , 38 a 49°C
qq	cátodo de grafito, 0.03 a 0.06 amp/cm <sup>2</sup>
rr	cátodo de cobre, 0.1 a 0.2 amp/cm <sup>2</sup>
ss	electrolito muy útil para ciertas aplicaciones, pero muy peligroso, ver texto de precauciones

TABLA 5.2

APLICACION DE LOS ELECTROLITOS DE LA TABLA 5.1 PARA EL ELECTROPULIDO DE METALES Y ALEACIONES  
[8]

METAL	ELECTROLITO
Aluminio	I-1, I-2, I-4, I-5 I-6, I-8, I-10, II-3, III-7, IV-6
Aleaciones aluminio silicio	I-6, I-8
Antimonio	II-4
Berilio	I-4
Cadmio	III-4
Hierro colado	I-4, II-1
Cromo	II-1, VIII-1
Cobalto	I-5, III-1, III-4
Cobre	III-2, III-3, III-4, III-5, III-10, VIII-1
Aleaciones Cu-Ni	III-3, III-10, VIII-1
Aleaciones Cu-Sn	III-10, VI-5, VI-6, VIII-1
Aleaciones Cu-Zn	III-3, III-4, III-5, III-10, V-2, VIII-1
Germanio	I-9
Oro	VII-1
Hierro puro	I-5, II-1, IV-2, IV-3
Aleaciones Fe-Cu	III-1, III-4
Aleaciones Fe-Si	I-5, I-6, I-8, II-5
Aleaciones Fe-Ni	I-5, II-1, II-2, II-4, IV-3, VIII-1
Plomo	I-1, I-5, II-4, VII-5
Magnesio	I-1, III-7, III-12
Manganeso	III-9
Molibdeno	I-7, IV-3, IV-4, IV-7



CONTINUACION TABLA 5.2

METAL	E L E C T R O L I T O
Niquel	I-4, II-4, IV-2, VIII-1
Aleaciones Ni-Cr	II-4, VIII-1
Plata	I-4, III-7, VII-1, VII-2, VII-3
Aceros: austeníticos inoxidables superaleaciones	I-1, I-2, I-3, I-4, I-5 II-1, II-2, II-3 III-3, III-6, III-11, IV-1 IV-2, IV-3, IV-5, IV-6, V-1, VI-1, VI-2, VI-3 VI-4, VI-7, VI-8, VI-9, VI-10, VI-11, VI-13 VI-15, VI-16, VI-17, VIII-1
Acero al carbon y aleaciones	I-1, I-4, I-5 II-1, II-2, II-3 III-6, VI-3, VI-7, VI-11
Tantalio	VI-12
Torio	I-3
Titanio	I-4, I-7, I-9, II-1, II-2, II-3
Estaño	I-4, VI-5, VI-6, VII-6
Tungsteno	VII-4, VII-5
Uranio	I-4, I-7, II-1, II-2, II-3, III-8, III-13
Vanadio	I-9
Zinc	I-1, I-5, III-12, V-2, VI-14, VII-6, VIII-1
Zirconio	I-4, I-5, I-7, I-9, II-1, II-2, II-3

### 5.3.1.- CATODOS PARA EL USO DE ESTOS ELECTROLITOS

Se recomienda el empleo de cátodo de acero inoxidable con estos electrolitos a menos que se indique lo contrario.

### 5.3.2.- CASO ESPECIAL DEL ACIDO PERCLORICO

Los electrolitos del grupo I y II contienen ácido perclórico debido a su efectividad única en el electropulido de muchos metales. No debe de hacerse intento alguno de almacenar, manejar o preparar mezclas de ácido perclórico sin un completo entendimiento de todas las precauciones que deben de observarse para evitar accidentes.

La tendencia de las mezclas de ácido perclórico de ser explosivas se relaciona con su concentración. En la figura 5.1 se ilustra el diagrama ternario para el ácido perclórico, agua y ácido acético. Las mezclas que se encuentran fuera próximas a la zona de peligro pueden sufrir cambios locales en concentración ya sea por evaporación, aumentos de temperatura, contacto con material orgánico, o contacto con bismuto. Si esto ocurriera, entonces la solución puede moverse dentro de la zona de peligro, si el operador no toma las debidas precauciones. Para disminuir tales peligros, el electrolito debe de agitarse y enfriarse. Aun así siempre debe de mantenerse las debidas recomendaciones cuando se use el ácido perclórico.

Algunas mezclas de ácido perclórico de alta concentración pueden ser explosivas por detonación, otras que no lo son pueden ser prendidas por chispas o mediante un calentamiento general, el fuego sin lugar a dudas puede dar resultado a una explosión. Las soluciones de ácido perclórico no deben de emplearse en contacto con materiales orgánicos, los polietirenos, poliestirenos, o resinas epóxicas y cloruros de vinilo son los materiales considerados suficientemente seguros para usarse con ácido perclórico.

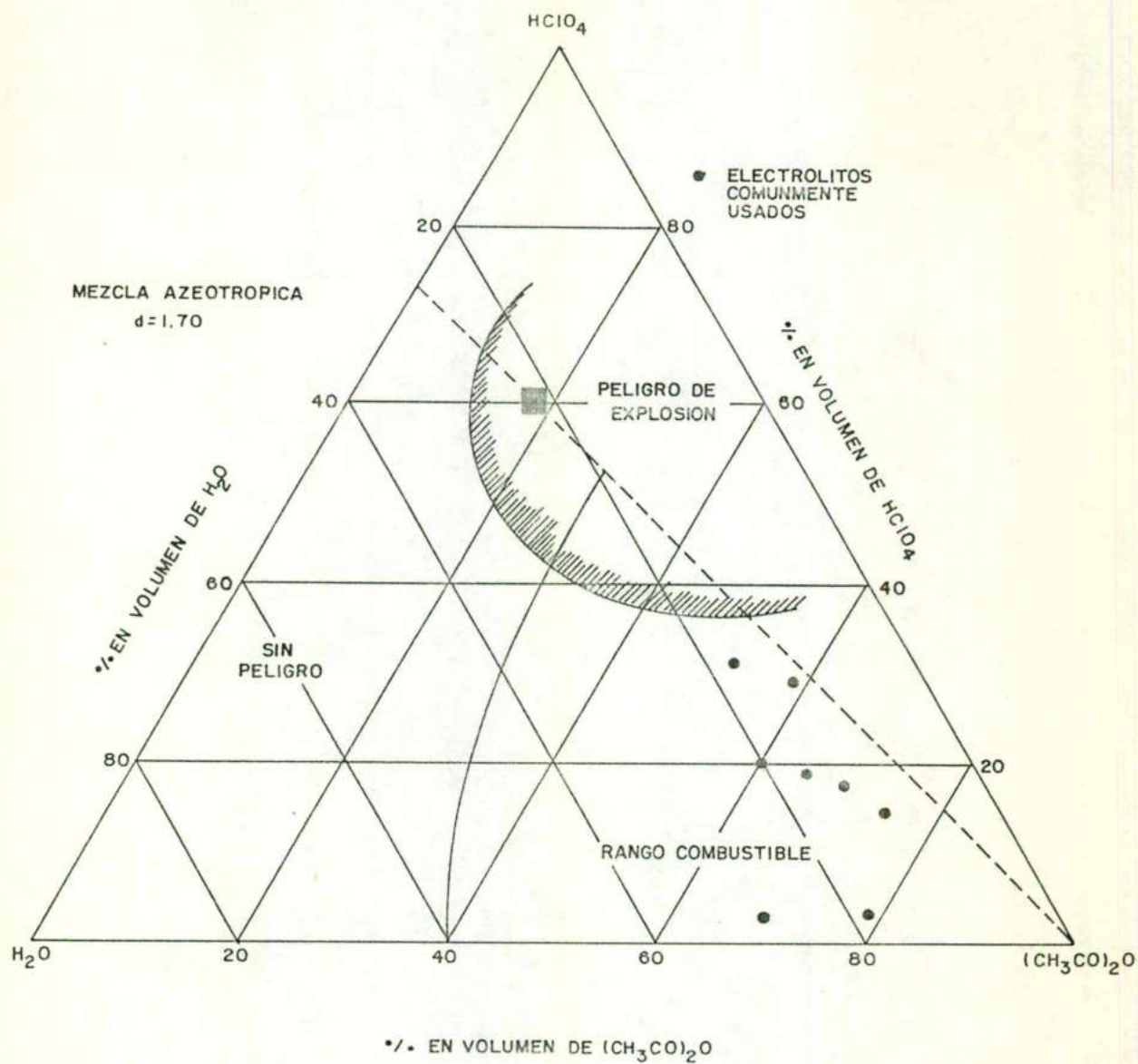


FIGURA 5.1  
[5]

#### 5.4.- RECOMENDACIONES PARTICULARES DE SEGURIDAD

En los siguientes párrafos se encuentran las precauciones necesarias para cada grupo de electrolito a ocupar, una vez que se haya hecho la selección adecuada para el material a pulir, proceder a consultar lo siguiente:

##### 5.4.1.- ELECTROLITOS DEL GRUPO I

Compuestos de ácido perclórico y alcohol con o sin adiciones orgánicas; son seguros al mezclarse y usarse si se llevan estrictamente las siguientes precauciones :

- 1.- Los baños deben hacerse solo en pequeñas cantidades y almacenarse en botellas de vidrio tapadas y de tal tamaño que estas estén llenas exactamente por el electrolito.
- 2.- Debe de rellenarse cualquier evaporación de solvente a modo de mantener la botella llena.
- 3.- Deben de desecharse los baños agotados.
- 4.- No deben de permitirse modificaciones a la fórmula indicada o señalada, el método de mezclado, o la fuerza del ácido empleado.
- 5.- El electrolito siempre debe de estar protegido del calor o fuego.

##### 5.4.2.- ELECTROLITOS DEL GRUPO II

Son compuestos de ácido perclórico y ácido acético glacial en proporciones variadas. Cuando se mezclan estos dos solo se desarrolla un calentamiento muy leve. Al mezclarse debe de agitarse al agregar el ácido perclórico al ácido acético. Aunque estas mezclas se consideran seguras, debe de observarse precauciones al mezclarlas y usarlas. Nunca debe de permitirse que la temperatura exceda 20°C. Son flamables y deben de protegerse contra el fuego y la evaporación del ácido acético.

Las partes plásticas son muy fáciles de ser rápidamente dañadas, por exposición a dichas mezclas.

#### 5.4.3.- ELECTROLITOS DEL GRUPO III

Compuestos de ácido fosfórico en agua o solvente orgánico; son generalmente más fáciles de preparar. Al mezclarse debe de vaciarse muy lentamente el ácido dentro el agua o solvente con una agitación constante para impedir la formación de una capa pesada de ácido en el fondo del matraz. El ácido pirofosfórico reacciona vigorosamente cuando se disuelve en agua, se hidroliza en agua para formar el ácido ortofosfórico más lentamente en agua a temperatura ambiente y rápidamente en agua caliente.

#### 5.4.4.- ELECTROLITOS DEL GRUPO IV

Compuestos de ácido sulfúrico en agua o solvente orgánico. Algunas veces la disolución del ácido sulfúrico en agua es difícil, ya que se acompaña por una reacción extremadamente exotérmica. Siempre debe de vaciarse el ácido en el agua en una forma lenta y con agitación constante para prevenir un calentamiento violento. Debe de tomarse gran cuidado para evitar el chisporroteo.

El mezclado se debe de hacer en una campana extractora y debe de usarse protección. Aún las soluciones diluidas de ácido sulfúrico atacan fuertemente la piel o la ropa. Dichas soluciones son muy higroscópicas. Atacan vigorosamente la mayoría de los plásticos, sólo algunos materiales de montaje como cloruro de polivinilo proporcionan una resistencia satisfactoria. Generalmente son más comunes como electrolitos las mezclas de ácido sulfúrico con ácidos inorgánicos.

#### 5.4.5.- ELECTROLITOS DEL GRUPO V

Compuestos de ácido crómico en agua. La disolución de los cristales de ácido crómico en agua no es problema, ya que sólo se desarrolla un calentamiento muy leve. Sin embargo, al ácido crómico es un oxidante poderoso y bajo ciertas condiciones reaccionará violentamente con materia orgánica u otras sustancias reductoras.

El ácido crómico es por lo general peligroso y puede se de fácil incendio en la presencia de materiales oxidantes. No puede mezclarse con la mayoría de los líquidos orgánicos. Por lo general puede mezclarse con seguridad con los ácidos orgánicos saturados. El ácido crómico no puede utilizarse en contacto con las partes plásticas sin que las destruya.

Hay que tener precaución en el contacto de estas soluciones con la piel ya que una exposición continua, incluso aún en soluciones diluidas de éste ácido o cromatos en soluciones ácidas podría causar hasta úlceras dolorosas.

#### 5.4.6.- ELECTROLITOS DEL GRUPO VI

Conformado por las mezclas de ácidos o sales en soluciones de agua.

Son seguros al mezclar, procurando hacer la mezcla cuidadosamente en la secuencia acostumbrada. En todos los casos, el ácido debe de añadirse al solvente lentamente y con una agitación constante. Si en la fórmula existiese ácido sulfúrico, este debe de agregarse al final y con cuidado después de haber enfriado la mezcla preparada al inicio hasta la temperatura ambiente, si es necesario.

Si en la fórmula existe ácido fluorhídrico o fluoruros. los matraces empleados deben de ser de material de polietileno o cualquier otro material con resistencia similar a este ácido. Debe de tenerse especial cuidado (evitar) estar en contacto con la piel con estos fluoruros ácidos, ya que al principio su efecto puede pasar desapercibido pero más tarde pueden resultar quemaduras serias.

Debe de llevarse a cabo una precaución extrema cuando se mezclen electrolitos que contengan cloratos de aluminio deshidratado; la reacción entre este compuesto y el agua es casi siempre explosiva.

Como se mencionó en el grupo anterior, el ácido crómico no puede ser mezclado con seguridad con la mayoría de los líquidos orgánicos pero si con los ácidos orgánicos saturados. Hay que recordar tener cuidado con el contacto con la piel.

#### 5.4.7.- ELECTROLITOS DEL GRUPO VII

Grupo de los electrolitos alcalinos.

Como es sabido, el empleo de cianuro para alguien que no esté familiarizado y preparado adecuadamente es extremadamente peligroso.

Los cianuros son de los reactivos de más pronta acción y de los mas potentes venenos que se encuentren en el laboratorio; y no se puede detectar una concentración letal de gas de cianuro de hidrógeno por olor o por acción irritante. El cianuro es de tan rápida acción y mortal, que el administrar el antídoto queda por lo general sin efecto.

Debe tomarse extrema precaución para no dejar gotear la solución o algún cristal que por accidente caiga en la boca. Si ocurriera algún chisporroteo, debe de recogerse tanto como sea posible con alguna esponja o agua. Los sobrantes pueden eliminarse lavando el área con una solución de ácido nítrico muy diluida.

Las soluciones de los hidróxidos alcalinos son muy empleadas para el pulido de ciertos metales anfotéricos, tales como el plomo, el estaño, el tungsteno y zinc. Debe de tenerse mucha precaución con su empleo, ya que el ataque de estas soluciones sobre la piel tiene efectos drásticos. Estas soluciones desarrollan una considerable cantidad de calor al contacto con el agua, y deben de disolverse con una agitación constante empleando métodos de enfriamiento y agregando el hidróxido en pequeñas proporciones al preparar soluciones concentradas. Si queda un mezclado incompleto, puede darse el caso de "capas" corriéndose el peligro de reacciones violentas en las subcapas.

#### 5.4.8.- ELECTROLITOS DEL GRUPO VIII

Mezclas de metanol y ácido nítrico.

Con un manejo apropiado y cuidadoso el ácido nítrico puede mezclarse con seguridad con el metanol; el primero debe de agregarse gradualmente al alcohol con agitación constante. Sin embargo, el ácido nítrico no puede mezclarse con la misma seguridad con el etanol o con los alcoholes más pesados, exceptuando soluciones no más fuertes que un 5% en volumen de ácido nítrico.

Si se emplean químicos puros, la mezclas de ácido nítrico y metanol son ligeramente estables si se procura que nunca se calienten o resaguen; no deben de almacenarse en recipientes cerrados.

Bajo ciertas condiciones, pueden formarse los nitro compuestos extremadamente inestables o explosivos. Por medio de impurezas y de calentamiento puede ser catalizada la descomposición espontánea. Siempre debe de desecharse el electrolito tan pronto que se ha utilizado.

Este electrolito es extremadamente útil para ciertas aplicaciones, pero debido a su naturaleza tan peligrosa, no debería de emplearse si su uso puede evitarse.

## COMPARACION DE LOS METODOS MECANICOS Y ELECTROLITICOS DE PULIDO

### 6.0.- INTRODUCCION

Actualmente un metalógrafo posee los métodos químicos y electrolíticos de pulido a su disposición, así como los métodos mecánicos que ya se han discutido. Los métodos electrolíticos son los más importantes de estos dos y aunque fueron los primeros aplicados a la metalografía por JACQUET [2] en 1935, hoy se disponen de un amplio rango de métodos que cubren casi todos los metales y aleaciones concebibles.

Lo que se tratará a continuación comprende los campos relativos de aplicación de los dos métodos básicos de pulido, esta comparación no se había realizado anteriormente en la base de los principios que hemos establecido; uno de ellos podría ser el de preguntarse el porqué los métodos de pulido electrolítico no han suplantado completamente a los métodos mecánicos. Ya que los métodos mecánicos aún son usados extensivamente, e incluso aún; preferidos en muchas circunstancias.

Sin embargo, se hará un esfuerzo para establecer en alguna situación difícil y compleja algunas reglas que puedan ser usadas por el metalógrafo cuando tenga que hacer una selección entre estos dos métodos.

Primeramente recalcaremos algunos rasgos característicos básicos de los procesos de disolución anódica que se involucran tanto en el pulido químico y en el electrolítico. Uno es que el proceso necesita hacer dos cosas. Primero el de suavizar o nivelar la superficie eliminando las irregularidades de gran tamaño, y en segundo, abriantando la superficie por ejemplo, retirando o removiendo las irregularidades de escala pequeña, (las cuáles, en nuestra situación son responsables para determinar ya sea que la superficie refleje la luz especular o difusamente). Para todos los propósitos e intentos los dos procesos suceden simultáneamente en el pulido mecánico, pero son distintos en el proceso anódico. El proceso de pulido electrolítico está diseñado para desarrollar bien la función del abriantado, pero este no puede ser casi tan efectivo en la función de aplanado.

Como una consecuencia práctica inmediata de esto, es que la superficie sometida al pulido electrolítico necesita ser tan plana como sea posible. Aunque es cierto, que algunas veces está presente una superficie plana sobre una probeta recién recibida, los ejemplos clásicos suelen ser una hoja rolada de buena calidad, o probetas las cuáles han estado sujetas a algún maquinado mecánico o tratamiento de abrasión justo antes de que sea pulida electrolíticamente.



También es necesario recalcar que aunque difieren en los detalles, las presentes teorías atribuyen la parte "suavizadora" del proceso de pulido electrolítico a la formación de una espesa película viscosa de productos de reacción en la solución rodeando el ánodo, y la parte abrillantadora a la formación de una película delgada sobre la superficie del mismo ánodo. La capa o película viscosa posee verdaderamente una naturaleza química compleja; dicha película es probablemente, aunque no siempre, un óxido que puede o no disolverse en el baño de pulido. Estas capas o películas son generalmente una fuente potencial de contaminación química. Finalmente debemos recalcar que pueden estar involucradas pocas veces densidades de corriente alta en el proceso de pulido electrolítico.

Se compararán los dos procesos de pulido basándose en cuatro factores, siendo estos los requerimientos para la producción de superficies verdaderamente representativas.

#### REQUERIMIENTOS DE LA SUPERFICIE FINAL

- 1.- No deben estar presentes películas superficiales que pudieran oscurecer rasgos estructurales.
- 2.- No deben de introducirse estructuras falsas (artifacts).
- 3.- Todos los campos de visión deseados deben de ser coplanares, estos deben de estar precisamente entre los límites de la profundidad de campo del sistema óptico a emplearse para el examen.
- 4.- La superficie debe de estar libre adecuadamente de manchas y otras contaminaciones químicas.

#### 6.1.- SUSCEPTIBILIDAD DE CAPAS SUPERFICIALES OSCURECIDAS

La formación de una capa superficial oscura, comunmente llamada capa Beilby, algunas veces se ha tomado en evidencia como la mayor desventaja del pulido mecánico, Sin embargo, se conoce que tal capa no se forma durante un procedimiento aceptable de pulido mecánico. Ciertamente, no se forma tal capa que pueda interferir con el examen del microscopio óptico. Podremos, por esto, destituir este factor de nuestras consideraciones. (Ver capítulo 3).

## 6.2.- SUSCEPTIBILIDAD DE ESTRUCTURAS ENMASCARADAS

### \* DEFINICION DE ARTIFACTS \*

Un rasgo de una marca artificial (tales como una rayadura o una pieza de polvo en una probeta metalográfica) que pueda ser interpretado erróneamente como un rasgo o caracter distintivo real. En la inspección un \* artifact por lo regular produce una indicación falsa.

Aquí, de nuevo, existe una creencia mantenida por mucho tiempo, que los métodos de pulido mecánico están en una seria desventaja comparado con el pulido electrolítico porque estos son susceptibles intrínsecamente a la formación de enmascaramientos.

Aquí debe de considerarse dos tipos de enmascaramientos, es decir, aquellos que se introducen durante los tratamientos de abrasión mecánica y aquellos que se introducen por los efectos de pulido mecánico. A continuación se explican los mecanismos de dichos enmascaramientos.

### 6.2.1.- ENMASCARAMIENTO POR ABRASION

Recien se ha visto que el pulido electrolítico frecuentemente está precedido por los procesos de abrasión mecánica, en dicho proceso existe justamente tanta causa para que de efecto acerca de la presencia de enmascaramiento por abrasión en la superficie final como para las superficies completamente preparadas por métodos mecánicos. No existe ninguna duda que los enmascaramientos por abrasión pueden ser encontrados en superficies con pulido final ya sea por cualquiera de los dos métodos de pulido.

El pulido mecánico se ha considerado desde el punto de vista de los tiempos de pulido requeridos (tabla 3.1) y se ha concluido que la verosimilitud del éxito depende en mucho del grado o velocidad de pulido logrado por el proceso en particular que esta siendo usado. De aquí depende la clave de los reportes acerca de la deficiencia del pulido mecánico por la producción de superficies que contienen enmascaramientos. Generalmente la investigación indica que la base para la comparación ha sido la secuencia de pulido la cual nosotros podemos ahora considerar que ha sido insatisfactoria.

Por ejemplo, la abrasión o pulido debe de continuarse pero no por mucho tiempo mas que el que pueda retirar las rayas preexistentes o las etapas de abrasión deben ser inmediatamente seguidas por una etapa final de pulido la cual se espera que produzca la capa final.

El pulido electrolítico es un proceso de disolución por lo tanto este debe de remover eventualmente el daño por abrasión, pero una consecuencia del hecho es que este es un proceso de disolución controlado en el que el metal se está disolviendo más lentamente. La velocidad o grado de material retirado es en realidad comunmente solo del orden de 1  $\mu\text{m}/\text{min}$ . En la tabla 6.1 se resumen velocidades de disolución para algunas aleaciones:

T A B L A 6.1

VELOCIDADES TÍPICAS DE DISOLUCION EN LOS PROCESOS DE PULIDO ELECTROLITICO  
[2]

METAL	ELECTROLITO	DENSIDAD DE CORRIENTE DE PULIDO $\text{A}/\text{dm}^2$	VELOCIDAD DE DISOLUCION $\mu\text{m}/\text{min}$
Aluminio	Acido perclórico-anhídrido acético	7	2.0
Cobre	1000g/l ácido ortofosfórico	4	0.9
Hierro	Acido perclórico-anhídrido acético	-	1.0
Acero	Acido perclórico-anhídrido acético	4-10	0.7-0.8
Acero austenítico tipo 18/8	Acido perclórico-anhídrido acético	-	0.6
Niquel	Acido perclórico-anhídrido acético	40	6
Estaño	Acido perclórico-anhídrido acético	10	5
Titanio	Acido perclórico-anhídrido acético	20-30	12
Uranio	Acido perclórico-anhídrido acético	5	1.2
Zinc	Acido ortofosfórico-alcohol	0.5	0.2

El tiempo de pulido electrolítico requerido para retirar la capa que contiene el enmascaramiento producido durante los tratamientos preliminares de abrasión pueden ser más grande en los casos críticos (ver tabla 6.2 vs. tabla 3.1), para un análisis similar del pulido mecánico. El ahorro está, en que en contraste con el pulido mecánico los tiempos más largos de pulido son muy poco practicados. Lo que debemos de tomar en cuenta es que el uso del pulido electroquímico por sí mismo no asegura la producción de una superficie libre de enmascaramiento; esto puede lograrse únicamente si el procedimiento de pulido se lleva a cabo por un tiempo lo suficientemente largo, como para producir dicha superficie.

## T A B L A 6.2

TIEMPOS DE PULIDO REQUERIDOS PARA RETIRAR TODO  
EL DAÑO POR ABRASION POR EL PULIDO ELECTROLITICO  
[2]

METAL	VELOCIDAD DE DISOLUCION um/min	TIEMPO PARA RETIRAR TODO EL DAÑO DE ABRASION min
Latón 70:30	0.9	25
Acero austenítico (tipo 18/8)	0.6	10
Zinc	0.2	75

## NOTA:

Las probetas fueron pulidas sobre lijas de carburo de silicio hasta grado 600.

También vale la pena mencionar aquí los resultados que se obtuvieron cuando se llevaron a cabo pruebas de dureza con cargas muy pequeñas de indentación sobre superficies pulidas, debido a que por lo regular es necesario llevar a cabo este tipo de pruebas sobre las probetas metalográficas. Se hace común el reportar que los resultados anormalmente altos fueron obtenidos cuando pruebas de esta naturaleza se llevaron a cabo sobre superficies pulidas mecánicamente, particularmente en el caso de los metales puros recocidos. Una capa superficial de considerable espesor cerca de dos diámetros de la impresión deformada

plásticamente a el equivalente de varios porcientos de compresión tendría que estar presente antes de que cualquier incremento en la dureza pudiera ser detectado en estas pruebas. Hemos visto que las capas deformadas plásticamente de esta naturaleza son producidas durante los procesos de abrasión pero no durante los procesos normales de pulido, por consecuencia, los resultados anormalmente altos pueden únicamente ser debido a una porción significativa de las capas de deformación por abrasión que han sido dejadas en la superficie final. La eliminación de esta capa es exactamente el mismo problema al cual nos hemos referido.

### 6.2.2.- ENMASCARAMIENTOS DE PULIDO

Los procesos normales de pulido mecánico producen rayas y una capa superficial deformada la cual puede ser responsable de los enmascaramientos característicos de pulido mecánico. Como una generalización debemos decir que estos tienden a ser del tipo problemático, particularmente en materiales y aleaciones suaves cuando la combinación metal-reactivo de ataque es sensible a la deformación. Sin embargo, también deberíamos de recordar aquí el hecho de que la formación de estos enmascaramientos puede ser evitada mediante técnicas de \* etch-attack para el pulido final.

Por supuesto los métodos de pulido electrolítico no introducen del todo enmascaramientos de esta naturaleza. En este respecto, de nuevo, la técnica posee una clara ventaja sobre el pulido mecánico. Es cierto, que si no fuera esta desventaja, el pulido electrolítico podría probablemente haber suplantado completamente el pulido mecánico para los materiales suaves o sensibles a los daños de pulido.

Sobre este punto nosotros solo hemos considerado los efectos debido a la deformación plástica de las caras superficiales cuando se hacía referencia a la preparación. Esta deformación no es la única fuente de enmascaramientos han habido varias fuentes en el pulido electrolítico y químico las cuales son tan inherentes al proceso como los enmascaramientos por deformación al proceso mecánico.

En la consideración de esto es mejor discutirlo con un ejemplo. Se ha conocido por muchos años que el cobre contiene pequeñas cantidades de bismuto que lo convierten en quebradizo en una manera intercrystalina después de ciertos tratamientos térmicos. Líneas finas oscuras fueron notadas en los límites de grano de las probetas cuando fueron preparadas para el examen microscópico mediante el pulido electrolítico, y de ahí una vez más se supuso que estas eran capas de bismuto elemental, una suposición muy razonable en la base de la evidencia que entonces se disponía. Sin embargo, las subsecuentes investigaciones mostraron, que las líneas oscuras no eran películas de bismuto pero eran debido al desarrollo de un contorno peculiar de surco

de rebaba en los límites de grano durante el pulido electrolítico. La explicación más probable del fenómeno es que en las líneas oscuras el bismuto se ha segregado y es mantenido ahí en una solución supersaturada ("segregación de equilibrio"). Los procesos electroquímicos mediante los cuáles se desarrolla este fenómeno aún no han sido bien determinados.

Aunque puede discutirse que estas picaduras y estrias están asociadas como una característica de la aleación, están clasificadas aquí como enmascaramiento de pulido debido a que sería preferible revelar estas características estructurales por medio de un experimento de ataque controlado y debido a su naturaleza no pueden determinarse sin equivocación mediante el examen de las superficies solo pulidas electrolíticamente.

Del otro lado, se ha establecido con certeza que los precipitados más finos que son resolubles ópticamente pueden ser detectados sobre superficies pulidas mecánicamente mediante un pulido de calidad. Las partículas minúsculas de fase gamma y las partículas no metálicas y partículas ricas en hierro han sido detectadas en los latones beta, las ricas en hierro, se han detectado en aluminios conteniendo tan poco como 0.04 % de hierro y los precipitados diminutos de estaño, indio y cadmio se han detectado en los límites de grano de aleaciones de aluminio de alta pureza.

Podría concluirse que la función abrillantadora de un buen método de electropulido podría también asegurar que el microataque preferencial fuera omitido durante el proceso de disolución. La mayoría de los métodos de pulido son de gran éxito en esta consideración aunque unos cuantos no lo son aún cuando se operen bajo ciertas condiciones óptimas. Una subestructura estriada o celular puede desarrollarse, la cual no está relacionada a la estructura del material, pero la cual aparentemente está determinada por las variaciones locales en la naturaleza de la película delgada establecida sobre la superficie durante el pulido electrolítico. El caso que más ampliamente ha sido investigado de esta naturaleza es el de la subestructura que desarrolla el aluminio pulido en ciertas soluciones. Una vez más esta estructura confunde la estructura cristalográfica verdadera, pero esto no es de mayor interés para nosotros debido a que esta pueda ser detectada solamente por el microscopio electrónico. Sin embargo, cuando menos un caso ha sido reportado cuando el efecto puede observarse por el microscopio óptico.

Algunas soluciones de electropulido atacan a la probeta en ausencia de un potencial aplicado. Un ejemplo típico se ha encontrado en las soluciones de ácido fosfórico con alcohol que se emplean para el pulido de Zinc. Ocurre algún ataque mínimo de la probeta y es inevitable entre el tiempo de retirada del aparato y el lavado de la probeta. Un efecto que este puede tener es que se desarrollan regularmente estrias o ranuras en la superficie esto induce polarización elíptica dentro de un haz de luz reflejado en el plano horizontal, de tal modo que se incrementa la actividad óptica de la superficie. El fenómeno es más marcado entre más grande sea la demora del lavado de la solución electrolítica. Esto es una ventaja en exámenes cualitativos en los cuáles se incrementa el contraste de la superficie viéndolo bajo la luz polarizada. Sin embargo, debe de considerarse como un efecto de enmascaramiento en cualquier examen cuantitativo o comparativo, en el que una porción desconocida de la actividad óptica no se debe a las propiedades de la probeta por si misma.

Se ha visto que un picado muy fino de ataque puede desarrollarse en la superficie pulida mecánicamente cuando hay un constituyente de fuerte ataque. Este picado es cristalográfico pero no aumenta el efecto de polarización debido a que para hacer esto son necesarias las estrias elongadas con facetas inclinadas a aproximadamente 90 grados.

### 6.2.3.- DIFERENCIA EN LA ACTIVIDADES OPTICAS

Este es un lugar conveniente para discutir las actividades ópticas relativas de las superficies pulidas mecánica y electrolíticamente. Es frecuente reportar que los mejores resultados son obtenidos mediante el pulido electrolítico cuando la probeta va a examinarse bajo luz polarizada y esto sin lugar a dudas es verdad. Cuando deben de tomarse las precauciones es en el resumen de las conclusiones a partir de las observaciones, por ejemplo, algunas veces es sugerido que los bajos contrastes que se obtienen a partir de las superficies pulidas mecánicamente, es evidencia de la presencia de una capa de Beilby de forma amorfa, pero esta conclusión está sin garantía. La diferencia en los contrastes obtenidos de los dos tipos de superficie pueden deberse al menos a otras tres causas, solo o en combinación, señalándolas serían:

- i).- Un incremento en la actividad de la superficie pulida electrolíticamente debido al desarrollo de facetas.
- ii).- Un incremento en la actividad de la superficie pulida electrolíticamente debido a la formación de una capa de óxido, la cual es epiaxial y la cual ya sea que fuera birrefringente o tenga un superficie facetada.
- iii).- Degradación del contraste a partir de las superficies pulidas mecánicamente, debido al barrido difuso de las superficies inclinadas de la rayas de pulido.

Estos efectos no han sido investigados sistemáticamente, y hasta que no lo sean, no es posible hacer ninguna contribución de su relativa importancia en una situación particular. La actividad óptica de las superficies pulidas es un fenómeno muy delicado y por lo regular es necesario una experimentación empírica en la práctica para obtener un efecto más significativo.

### 6.2.4.- INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA

Una fuente posterior de enmascaramiento en la superficie electropulida nace a partir del hecho de que en algunos casos (particularmente en los baños de pulido de soluciones de ácido perclórico), hay un considerable aumento en la temperatura del electrolito durante el pulido. El calentamiento de la solución de pulido puede controlarse mediante los diseños adecuados de refrigeración. Sin embargo, parte del efecto de calentamiento es debido a las altas resistencias de la película viscosa sobre el ánodo lo cual causa el calentamiento de las películas



superficiales de las probetas; estas películas superficiales pueden ser enfriadas solo mediante la conducción dentro de la probeta y pueden por consecuencia, alcanzar temperaturas considerables. El efecto se ha investigado aunque solo se han hecho observaciones rápidas en las cuales la temperatura promedio de la probeta alcanza de 70° a 100° C.

### 6.3.- PLANICIDAD DE LA SUPERFICIE

En la planicidad de la superficie influyen los siguientes aspectos:

#### 6.3.1.- INFLUENCIA DE LA LIMPIEZA

Mediante la comparación de superficies pulidas mecánicamente con las que se pulen electrolíticamente, estas son mejores y de ondulaciones más suaves, pero esto es solo cuando estas ondulaciones son poco rugosas y que dificulten el levantamiento de impurezas. Esto hace difícil, por ejemplo, el obtener un foco exacto sobre el campo entero de resolución a grandes aumentos. Mas problemas presentan las manchas y elevaciones que se desarrollan sobre la superficie como un resultado de la protección localizada durante la disolución anódica; generalmente esto es causado por suciedad o burbujas de gas que se adhieren a la superficie. Estas irregularidades tienen que evitarse cuando se escoga un campo de visión para la fotomicrografía.

#### 6.3.2.- INFLUENCIA DEPENDIENTE DEL TIPO DE MATERIAL

La influencia del material es debido principalmente a posibles defectos del mismo como pueden ser:

##### 6.3.2.1.- PRESENCIA DE SEGREGACIONES

Algunas veces tambien se desarrollan ondulaciones menores durante el pulido electrolítico como un resultado de la no homogeneidad estructural en el material a ser estudiado. Ejemplo de inhomogeneidades que pueden causar efectos detectables son las segregaciones dendríticas, en materiales colados y ciertos impresiones del trabajado en frío. En este sentido las superficies pulidas electrolíticamente son comparables a la superficie pulida mecánicamente que han sido ligeramente atacadas.

### 6.3.2.2.- PRESENCIA DE CAVIDADES Y FISURAS

Sin embargo, nuestras comparaciones solamente se han considerado como un area aislada en el interior del metal puro. Muchas probetas contienen un segundo constituyente, aún solo si está en la forma de inclusiones no metálicas; otras contienen fisuras y cavidades; en otras, las áreas de interés se localizan inmediatamente adyacentes a un borde. En todos estos modelos es esencial que las diferencias de nivel locales en las áreas de interés de las superficies pulidas finales sean mantenidas dentro de los límites que aseguren que todas las porciones del campo de visión puedan ser enfocadas finamente. Además, los desniveles de los contornos locales no deben ser tan agudos como para que cause que el haz de luz directa sea reflejado fuera de la apertura del objetivo; esto podría aparecer oscuro en el campo de visión de tal modo que impida las observaciones apropiadas de las áreas de interés.

Se ha dado mucha atención a estos factores cuando se consideró el pulido mecánico y se había mostrado que mediante variaciones adecuadas en las técnicas, se puede lograr una muy alta normalización de las probetas. La situación difiere un poco en el pulido electrolítico, sin embargo, debido a que las diferencias de potencial locales están establecidas alrededor de las irregularidades las cuáles perturban el verdadero proceso anódico.

### 6.3.3.- INFLUENCIA DE LA FORMA DE LA PROBETA

La primera dificultad comienza en cualquiera de los bordes de la probeta; consecuentemente la retención de los bordes durante el pulido electrolítico es un poco más deficiente comparado con el pulido mecánico. En comparación, la retención de los bordes puede obtenerse solo en aquellas situaciones cuando el borde pueda ser protegido por medio de un electrodeposición el cual es similar electroquímicamente a la probeta, pero, claramente esta paridad puede lograrse en un limitado número de casos. Además esto no puede ser aplicado para proteger los bordes internos; por ejemplo todas aquellas fisuras y cavidades que se tengan que analizar. Las cavidades y fisuras son considerablemente engrandecidas durante el pulido electrolítico y esto puede ser lo suficientemente extenso como para distorsionar su forma completamente.

#### 6.3.4.- INFLUENCIA DE UN SEGUNDO CONSTITUYENTE

Un segundo tipo de dificultad nace siempre que un segundo constituyente o fase esté presente; las particularidades dependen ya sea si la segunda fase es anódica o catódica, con respecto a la matriz.

La matriz es disuelta preferencialmente en la segunda fase si esta segunda fase es relativamente catódica, lo cual causa que la segunda fase permanezca en reposo. También puede ocurrir el ataque preferencial en la intercara de las dos fases en tal caso las partículas pequeñas particularmente si son de forma globular o de bastos, pueden ser trasminadas y siendo desalojadas a partir de la superficie dejando un picado. Estos efectos son más pronunciados entre más catódica sea la segunda fase, y alcanza su punto crítico cuando esta es virtualmente inatacada por el baño de pulido. Posteriormente procede la situación con muchas inclusiones no metálicas; no solamente hace imposible el examinar a las mismas inclusiones, sino que unas pústulas desagradables son desarrolladas en la superficie.

#### 6.3.5.- INFLUENCIA DE LAS VARIABLES DEL PROCESO

La magnitud a la cual estos efectos se desarrollan dependen sobre un número de factores, aunque aquí existe un cierto mínimo irreducible para cualquier aleación y baño de pulido en particular. El relieve es incrementado por una diferencia electroquímica mayor entre las fases, tiempos de pulido incrementados, y densidades de corriente incrementados. El área relativa de la fase menor es importante cuando esta es anódica ya que puede esperarse que el grado de relieve se incremente cuando la proporción de la fase menor disminuye.

Y aún una situación más extrema comparada con aquella que se discutió antes, es lograda en las probetas compuestas en las cuáles las áreas grandes de metales electroquímicamente desiguales están en contacto. La situación es un imposible cuando uno o más de los componentes es no conductor.

Después de todo, los métodos mecánicos de pulido son marcadamente superiores a los métodos electrolíticos desde este punto de vista. Este es uno de las principales justificaciones para persistir con los métodos mecánicos. Esto conduce a que los procedimientos de pulido mecánico deben de ser diseñados para que tomen una ventaja amplia a partir de esta distinción.

#### 6.4.- CONTAMINACION QUIMICA DE LA SUPERFICIE

Las superficies pulidas mecánicamente son contaminadas por un óxido resultante de la exposición del metal al aire y es escasa la posibilidad de que la formación de esta película puede evitarse completamente. Las superficies pulidas electrolíticamente por lo general estarán cubiertas por una película similar, aunque ahí puede haber fuentes adicionales de contaminación, en este ejemplo debido tanto a la formación de una película delgada sobre la superficie anódica como una parte esencial y a la posibilidad de absorción de los iones complejos ya sea que se formen en la capa viscosa durante el pulido o estén presentes en la misma solución de pulido. Aunque la naturaleza de la película de contaminación que resulta ha sido investigada intensamente, no es posible el hacer alguna conclusión generalizada debido a que estos efectos observados aún con otro metal y varían significativamente con las diferentes soluciones de pulido y condiciones de lavado y el método que investiga la contaminación.

Algunos de los efectos que han sido observados incluyen el desarrollo de películas de óxido sobre aluminio, su espesor varía grandemente dependiendo de la naturaleza del electrolito de pulido; películas pasivadoras indefinidas que contienen compuestos fosforosos sobre cobre, zinc y magnesio, pulidas en soluciones de ácido fosfórico; películas pasivantes de níquel; películas redepositadas de cobre sobre aleaciones cobre aluminio y la deszincificación de las aleaciones cobre zinc; no se han experimentado mayores dificultades en la práctica metalográfica debido a la presencia de estas capas, a menos que sean un poco más espesas. Estas películas más espesas pueden incrementar significativamente los tiempos de ataque, o incluso hacer el ataque difícil y se ha observado que las películas espesas de óxido sobre el aluminio causan la formación de capas de enmascaramiento sobre la superficie del aluminio durante los experimentos de deformación.

Sin embargo, la posición es diferente si las superficies tienen que ser usadas en experimentos electroquímicos y de corrosión. Por ejemplo, el potencial de solución de superficies de aluminio pulidas electrolíticamente pueden variar desde  $-0.76V$  a  $-1.160V$  (el valor teórico) dependiendo de las precauciones que se tomen para prevenir la formación de una capa de óxido. El potencial de solución de superficies de aluminio pulidas mecánicamente, a modo de comparación, se reporta por lo general que es de  $-0.76V$ , aunque algunas veces se han medido valores tan bajos como  $-1.30V$ . El valor de  $-0.76V$  es tomado como característico de superficies cubiertas por películas de óxido formadas por aire.

## 6.5.-PROBLEMAS PRACTICOS

Se han discutido las dificultades prácticas y los problemas que nacen durante el pulido mecánico para ponerlas a estas en perspectiva, ahora se consideran las dificultades principales que contrasta del pulido electrolítico.

### 6.5.1.- REPRODUCIBILIDAD DEL PROCESO

Aunque las condiciones apropiadas del pulido electrolítico han sido clasificadas para un amplio rango de metales y aleaciones, es casi aún invariablemente necesario el establecer por pruebas las condiciones óptimas para la aleación en particular. Esto requiere alguna experiencia y una comprensión inteligente de los principios involucrados. Una vez que estas condiciones óptimas hayan sido establecidas, por lo regular el proceso puede repetirse en una forma rápida y precisa; entonces pueden manejarse mayor número de probetas con mayor eficiencia requiriéndose sólo un pequeño grado de entrenamiento para el operador. Es posible que surja una dificultad en el laboratorio que maneje un rango amplio de aleaciones en el que debe de mantenerse un correspondiente rango de soluciones en reserva y esto puede presentar problemas de almacenamiento.

### 6.5.2.- MANEJO DE PROBETAS

Hemos visto que probetas de cualquier forma y dimensión con un área superficial de 4 cm<sup>2</sup>, pueden manejarse por los métodos mecánicos. Sin embargo, solo superficies planas pueden ser pulidas y necesita cortarse y colocarse la probeta en la montura; las áreas localizadas de las probetas o materiales mayores, pueden pulirse "in situ", pero con alguna dificultad. El pulido electrolítico es mucho más flexible con respecto a alguno de estos factores, pero no con respecto a otros. La densidad de corriente de operación de los baños de pulido electrolítico varían del Amp/dm<sup>2</sup> a 200 Amp/dm<sup>2</sup> o más. En el caso de los baños que operan en la parte baja de este rango, es posible pulir áreas mucho más grandes que las que pueden pulirse convencionalmente con los métodos mecánicos. En el caso de los baños de operación que trabajan en las porciones media y alta de este rango, hay un límite de área a pulir si la fuente de corriente no se vuelve complicada; este límite puede ser de 1 cm<sup>2</sup> o menos. Sin embargo, superficies que no son planares pueden manipularse y más aún áreas restringidas sobre la superficie de la probeta pueden pulirse localmente. La restricción principal en la práctica del pulido electrolítico es con respecto a las secciones de láminas delgadas y alambre debido al efecto de doble borde.

### 6.5.3.- OPERACIONES Y SEGURIDAD DURANTE EL PROCESO

También hemos visto, que existen ciertos problemas de operación en el pulido mecánico, particularmente cuando se incorpora un reactivo de ataque en la emulsión abrasiva.

Durante el pulido electrolítico surgen problemas de cierta consideración; algunas soluciones de pulido se vuelven peligrosas si no son manejadas correctamente; algunas son corrosivas, algunas son flamables, otras son explosivas y la mayoría tienen que mezclarse con cuidado, algunas son tan altamente corrosivas con los metales que presentan problemas en el diseño y mantenimiento del equipo de pulido; de nuevo hay que tener consideración en la selección del material en que se va a montar la probeta para el pulido electrolítico, debido a que muchos reaccionan, incluso hasta en forma violenta con algunos electrolitos.

Todas estas consideraciones han sido abordadas para su estudio en el capítulo 5.

### 6.6.- CAMPOS DE APLICACION

Hasta aquí es visible el saber que no se puede delinear un conjunto de reglas simples de los campos respectivos de los pulidos mecánico y electrolítico. No debe de sorprendernos el hecho de recordar también el amplio rango de los requerimientos que se hacen en metalografía óptica. Tal vez, la manera más general de atacar el problema es:

Pensar en términos de **PULIDO MECANICO** cuando:

- 1.- Sea importante la planicidad de la superficie, ya sea en áreas locales, general o ambas.
- 2.- Necesidad de examinar inclusiones no metálicas, cavidades o bien que estas existan en gran cantidad.
- 3.- Que se tengan que investigar precipitados finos o segregaciones de pre-precipitación.
- 4.- Cuando esté presente en forma masiva una segunda fase particularmente si está ocupando un gran porcentaje de la sección superficial.
- 5.- Que la probeta esté constituida de materiales que tengan características electroquímicas diferentes, al tener que examinarse ambos materiales en la región de las intercaras.
- 6.- Cuando se necesite examinar la probeta en una condición completamente inatacada, y por último si,
- 7.- No se pueda desarrollar un método satisfactorio de pulido electrolítico.

Pensar en términos de PULIDO ELECTROLITICO cuando:

- 1.- La probeta esté compuesta por una fase simple y ya sea que:
  - a).- esté suave
  - b).- las condiciones de examen o el ataque sean sensibles a la deformación o bien cuando
  - c).- sean obtenidas bajas velocidades de pulido durante el pulido mecánico.
- 2.- Sea necesario pulir áreas localizadas "in situ" sobre probetas mayores.
- 3.- Tengan que prepararse varias o muchas piezas de la misma probeta o naturaleza.
- 4.- El área a pulirse no sea plana.

#### 6.7.- COMPATIBILIDAD EN LOS PROCESOS DE PULIDO MECANICO Y ELECTROLITICO

Los dos métodos son claramente complementarios en vez de considerárseles competitivos. El metalógrafo que desee obtener información verídica y toda la información que sea disponible, no puede darse el lujo de omitir cualquiera de los métodos de preparación.

Además, este debe de adquirir un entendimiento sólido de los principios básicos que fundamentan los dos procesos, de tal modo que pueda hacer una selección inteligente del mejor procedimiento de preparación para lograr lo que en ese momento se necesite. Nada de esto es tan difícil una vez que se reconozca que la preparación de la probeta es más que un arte.

### ALCANCE

En el presente procedimiento se darán las técnicas relacionadas con la preparación de las probetas de piezas sinterizadas aunque algunas de éstas técnicas coincidirán con las comunes de preparación metalográfica para piezas de metal sólido.

La mayor diferencia entre las partes fabricadas con polvos metálicos y aquellas que se hacen a partir del metal colado, son los huecos que existen en las partes de polvos metálicos, ya que estas partes no están compactadas hasta la densidad completa, y contienen huecos comunmente llamados poros. Si algún tipo de humedad queda atrapada en estos poros durante la preparación de la probeta, esta podría extraerse durante el ataque y causar una reacción de manchado, falseando la verdadera microestructura del metal.



## 7.0.- RECOMENDACIONES PREVIAS

### 7.1.- SELECCION DE LA MUESTRA

Como se sabe, la probeta para la observación metalográfica debe ser característico de la pieza o del problema en cuestión. Si la probeta no fuera representativa entonces tampoco lo será la microestructura. Por lo tanto para partes que han fallado en operación debe de seleccionarse la sección adyacente o incluso la región de la falla si fuera posible. Cuando la pieza ha estado sujeta a atmósferas controladas de hornos durante el sinterizado o algún ciclo de tratamiento térmico, debe de seleccionarse una sección transversal completa para determinar el efecto que produjo la atmósfera sobre cada superficie de la pieza.

### 7.2.- CORTE DE PROBETAS

Una vez seleccionada la muestra se procede a cortarla para exponer la superficie de esta a el examen microscópico, como sucede con las secciones transversales, o con fines de reducirla a un tamaño adecuado para el trabajo de preparación metalográfica, o como sucede en la mayoría de los casos, para ambos fines.

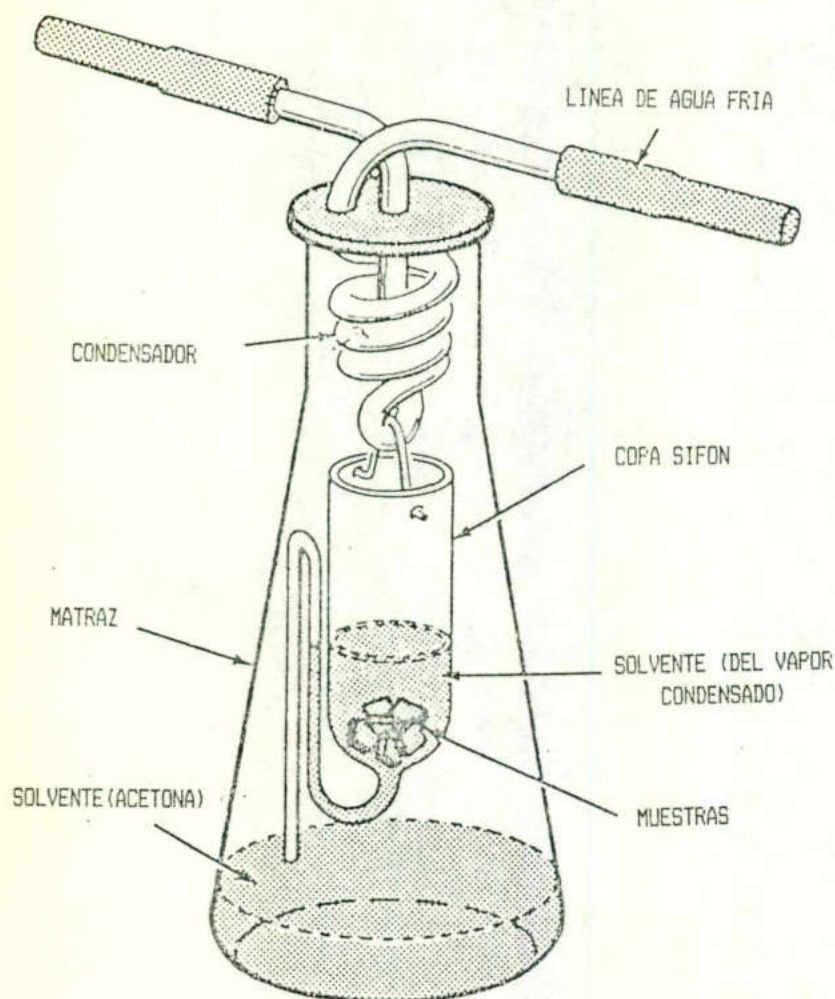
Las muestras suelen cortarse con segueta de arco, segueta de banda, o disco abrasivo. Si el material es relativamente suave, como el hierro puro, bronce o latón, es suficiente la segueta de arco y para materiales algo más duros se requerirá de la segueta de banda o la cortadora de disco automática.

Cuando se empleen herramientas para corte, es recomendable el utilizar un líquido refrigerante al momento del corte, esto para ayudar a prevenir el sobrecalentamiento de la muestra. Ya que su microestructura está en función de la temperatura a que ha estado sometida, el sobrecalentamiento puede introducir cambios microestructurales y por consiguiente resultar en errores en el análisis metalográfico.

### 7.3.- LAVADO DE LAS PIEZAS

Después del corte, las muestras deben de lavarse para retirar cualquier material que se haya infiltrado en los poros. Existen dos unidades que resultan satisfactorias en la remoción de contaminantes las cuáles son el condensador extractor por condensación y el limpiador por ultrasonido.

## 7.3.1.- EL EXTRACTOR POR CONDENSACION



Este resulta el más eficiente y menos costoso de los dos. La unidad consiste en un matraz, una copa de extracción y una unidad condensadora, las cuáles se colocan en la boca del matraz. Se coloca un tipo de solvente, acetona por ejemplo, en el matraz, y las piezas a lavarse adentro de la copa de extracción. Conectar una línea de agua al condensador y empezar a calentar el matraz; el solvente empieza a evaporarse y al estar en contacto con el refrigerante frío se condensa y gotea dentro de la copa. Cuando esta copa se llena a un nivel predeterminado se vaciará. Este proceso de reciclado permite un flujo constante de solvente limpio sobre la probeta mientras que el aceite o material extraño que se ha removido de los poros se mantiene en el fondo del embudo (figura 7.1).

FIGURA 7.1

### 7.3.2.- LIMPIADOR DE PROBETAS POR ULTRASONIDO

Esta unidad consiste en una fuente de poder y un pequeño tanque que mantiene el baño solvente. La fuente de poder introduce ondas de alta frecuencia en el baño. Esta fuerza de las ondas obliga al solvente a entrar en los poros de la muestra, removiendo así cualquier material extraño de estas regiones. Sin embargo, ya que la muestra se coloca directamente dentro del baño, el mayor tiempo de operación de lavado se realiza en una solución contaminada.

### 7.4.- MONTAJE DE PROBETAS

Cuando las muestras son muy pequeñas para manipularse con seguridad, por lo regular son montadas para su preparación metalográfica y esto también se hace si es necesario mantener sus bordes planos para el examen microscópico. Se disponen de varios medios de montaje en el mercado. Para determinar el tipo de medio a ocuparse juegan un papel importante tanto la aplicación así como el material. Algunos de los problemas más comunes a encontrar en esta aplicación son:

#### PARA RESINAS EPOXICAS

Los medios de montaje epóxicos viene en dos soluciones:

- resina epóxica
- catalizador que acelera la reacción endurecedora.

Deben de mezclarse los dos líquidos de acuerdo a las especificaciones e instrucciones que recomiende el proveedor. Sin embargo, cuando se mezclen juntas debe de tomarse especial cuidado para no sobremezclar al solución. Ya que el sobremezclado podría introducir una cantidad excesiva de aire dentro de la solución y causar burbujas de aire.

Las resinas epóxicas es el medio más deseable para montar muestras de partículas de polvo metálico. Ya que como es líquido antes del ciclo de curado, cada partícula individual estará recubierta con resina asegurando una mejor acción de aglomerado entre partícula y resina. Las resinas epóxicas también son excelentes pra infiltrarse en las regiones de poros cuando se preparan probetas de baja densidad.

#### 7.4.1.- PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR MONTURAS CON RESINAS EPOXICAS

Utilice un pedazo de vidrio y el molde de montaje (a veces se ocupan pedazos de tubo de aluminio o de cobre). Cubra primero las paredes del molde y la superficie de vidrio con un reactivo removedor, de tal modo que la pieza montada pueda retirarse fácilmente después del curado. Después coloque una capa delgada de resina en el molde, agregue la muestra y coloque la unidad en una bomba de vacío por aproximadamente 10 minutos. Retire la probeta de la bomba de vacío y agregue la suficiente cantidad de resina a el molde para producir una montura que resulte cómoda para su manejo durante las etapas de preparación. Después de que la montura se ha curado, por un periodo de 6 a 8 horas a temperatura ambiente, (puede reducirse el tiempo de curado si se aplica calor de acuerdo a las especificaciones del proveedor), puede sacarse la montura del molde y está lista para su proceso. Si las instrucciones fueron seguidas correctamente, la montura deberá estar dura, traslúcida y libre de burbujas de aire.

#### 7.4.2.- PROCEDIMIENTO PARA MONTURAS BASE BAKELITA

Este material viene generalmente en forma de polvo o como premoldes. Es el más conveniente y no consume tanto tiempo para su uso como las resinas epóxicas. Sin embargo, debe de disponerse con el equipo necesario para calentar y aplicar presión durante la operación de montaje.

Aquí la muestra es colocada en el molde y se le vacía polvo a su alrededor. Se coloca después el molde en la prensa y se empieza a aplicar presión y temperatura. Es extremadamente importante que los moldes estén calientes a la temperatura especificada por los fabricantes (por lo general de 270 a 300°F) y que la presión requerida se mantenga durante el ciclo de calentamiento. Si la presión no es mantenida, los gases resultantes de la bakelita a alta temperatura permanecerán atrapados en el molde.

Cuando se monten partículas de polvo en la bakelita, es aconsejable el tamizar la bakelita ambar a -100 mallas. Mezcle las partículas de polvo y coloque la mezcla dentro del molde. Agregue una bakelita más suave para el fondo. La bakelita ambar es mucho más dura y quebradiza cuando se emplea sola y tiene un tendencia a formar fisuras.

Ya que la bakelita es moldeada utilizando presión y como el molde que se emplea está completamente cerrado, no es práctico el aplicar un vacío. Por consiguiente, la única manera que la bakelita puede infiltrarse dentro de los poros es mediante la presión aplicada durante el montaje. Desafortunadamente la bakelita no penetra tan profundamente y no es tan efectiva en el cerrado de las regiones de poros.

### 7.5.- DESBASTE GRUESO

La superficie de la muestra o probeta a examinar debe de estar plana y libre de cualquier medio de montaje que pueda cubrir las áreas de la superficie de la probeta. Esto se lleva a cabo mediante una lima o un esmeril de banda, siendo este último el método más rápido y simple. Cuando se utilice un esmeril de banda, puede prevenirse el sobrecalentamiento de la pieza utilizando un refrigerante para reducir el efecto de calentamiento creado por la fricción entre la banda esmeril y la probeta.

El tamaño de partícula de la banda esmeril a usarse dependerá de la cantidad de material que será retirado de la superficie de la muestra. Si esta requiere de retirarle una cantidad considerable de material, es aconsejable el utilizar una banda de partícula gruesa (malla 80). Por el otro lado, si sólo se requiere retirar unas cuantas milésimas de pulgada de la superficie, es aconsejable una banda de tamaño de partícula más fino, (malla 240). El tamaño de malla de la partícula depende en mucho de la habilidad y criterio del operador.

Cuando se emplee un esmeril de banda, debe de darse cuidado especial al juego de la banda. Si la banda está tirante, la superficie de la probeta estará relativamente plana. Si la banda está floja, habrá tendencia a tener un movimiento de "olas" produciendo así una superficie de la probeta desigual.

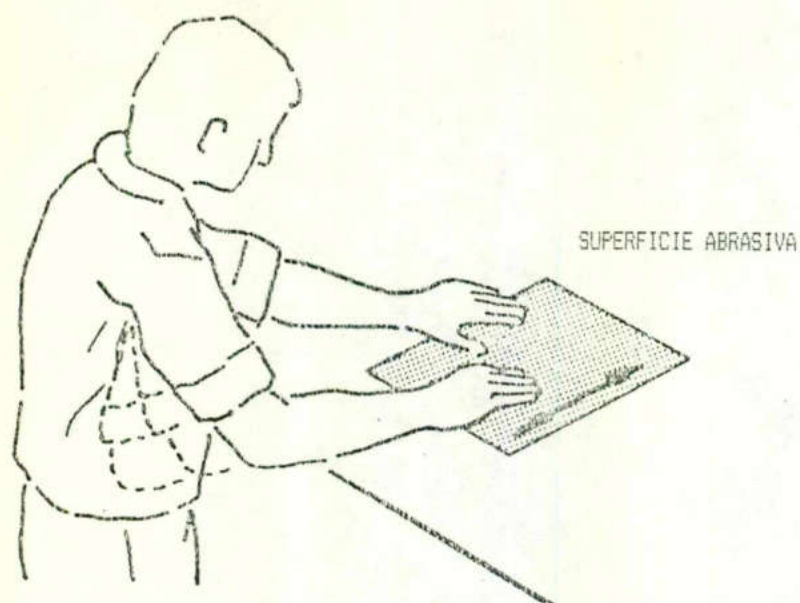
Ya que la banda girado por motor produce una desigualdad en la superficie de la probeta, el tamaño más fino de partícula de la banda que se utiliza es de 240.

### 7.6.-DESBASTE FINO

El desbaste fino normalmente es una operación de desbaste manual. Las lijas que se emplean deben de ser de la más alta calidad, en particular con la uniformidad del tamaño de partícula.

Para el desbaste manual, se ocupan lijas de cuatro tamaños de partícula empezando por la 240 y progresivamente en finura hasta 320, 400 y 600.

## 7.6.1.- PROCEDIMIENTO PARA DESBASTE FINO MANUAL



La muestra debe de sostenerse con ambas manos o con una sola manteniendo firme la muñeca de la mano y sosteniéndola con presión con los dedos y se debe se aplicar una fuerza igual sobre toda el área de la probeta. Cuando aplique la presión mueva la probeta transversalmente a la lija utilizando movimientos angulares hacia afuera de su cuerpo. Esto se esquematiza en la figura 7.2.

FIGURA 7.2.

Continúe éste procedimiento hasta que la probeta esté plana y se hayan eliminado las rayas de la lija del paso anterior. La muestra debe de girarse  $90^\circ$  cuando se procede de una lija a otra: esto mostrará claramente cualquier raya dejada por la anterior lija.

## 7.7.- PULIDO GRUESO

El pulido grueso es un paso intermedio entre el desbaste fino y el pulido final. El pulido grueso se requiere ya que las rayas dejadas por el desbaste fino son muy bastas para ser retiradas por el paso de pulido fino sin dejar una capa de metal dañado sobre la superficie pulida.

Existen varios medios disponibles, tales como la pasta de diamante, el óxido de magnesio, el óxido de aluminio, etc., que pueden ser usados en la operación de pulido grueso. Sin embargo el tamaño de partícula de el compuesto sobre el cuál se debe de seleccionar, por lo general varía entre 1.0 a 0.3 micrones y es empleado con un paño sin cerdas tales como el nylon, normalmente llamados "paños duros".

Existen cuando menos tres ventajas en esta etapa para emplear el paño sin cerdas en lugar de un paño que tenga cerdas: tendrá añadido la solución abrasiva para producir la mejor reacción de corte, retirando así el metal en lugar de "embarrarlo"; también resultará en una mejor retención de las inclusiones no metálicas y producirá una superficie más plana.

Aunque el paño sin cerdas cumple éstas tres funciones, no producirá un acabado libre de rayas pulido a espejo, y por lo tanto no se recomienda para ocuparlo como paso final de pulido, excepto en los casos especiales en los cuáles se tenga que sacrificar la superficie libre de rayas para retener los materiales de inclusión.

Un método que ha tenido éxito es el de emplear un disco recubierto con un paño de nylon y una solución acuosa conteniendo compuesto de alúmina de 1 micron (1 parte de alúmina para 4 partes de agua destilada en volumen). La rueda debe de girar a aproximadamente 400 a 500 rpm y solo una ligera presión debe de aplicarse a la muestra durante el pulido. La solución se aplica mientras está girando el disco. Si este método es llevado correctamente, retirará las rayas de pulido del desbaste fino (lija 600) en 1 o 2 minutos aproximadamente, con un mínimo de embarrado (metal dañado) sobre el superficie de la probeta.

La pasta de diamante también es un medio de pulido aceptable que cumplirá los mismos resultados que los descritos para la alúmina pero es considerablemente más costosa.

## 7.8.- PULIDO FINAL

El pulido final es el último paso en la preparación de la probeta y debe de producir una superficie exenta de rayas. Existen varios tipos de paños y de compuestos abrasivos que pueden usarse. Debe de seleccionarse adecuadamente para cumplir los tres mayores objetivos: producir la superficie exenta de rayas, la retención de las inclusiones no metálicas; y el producir el mínimo de metal dañado.

El primer objetivo es el de producir una superficie libre de rayas. Esto podría sugerir que lo más deseables serían un paño "suave" con un medio de tamaño de partícula muy fino. El segundo objetivo es el de retener el material de las inclusiones no metálicas. Esto podría sugerir un paño de cerdas cortas debido que entre más corto esté la cerda del paño, menor es el riesgo de que la cerda extraiga las inclusiones de la superficie de la muestra. El tercer objetivo es el de subsanar la superficie de la probeta de cualquier metal dañado. Esto podría requerir una combinación de paño y de medio abrasivo que produzca un efecto de acción de corte de la superficie de la muestra. Un método que se emplea para retirar el metal dañado es repetir el ataque y el repulido sobre el último paso. El reactivo de ataque atacará el

metal y al tiempo habrá menor resistencia a la acción de corte del abrasivo. Sin embargo, todo el metal que ha sido atacado por el reactivo debe de retirarse en la operación del repulido. Si esto no se lleva a cabo totalmente, las áreas en las cuáles no se ha removido todo el metal mostrarán señales de un ataque más severo por el reactivo sobre el ataque final y de la misma forma una microestructura no uniforme.

La cantidad de metal dañado está determinada por el grado de dureza del material. Por ejemplo, una probeta de hierro al carbono endurecida tenderá a dejar menos "embarrado" sobre la superficie durante el pulido que una muestra de hierro puro suave.

El emplear una combinación de un paño muy suave, de cerda corta, y una solución acuosa de alúmina de 0.5 micrones (1 parte de alúmina para 4 partes de agua destilada en volumen) es lo recomendado para el pulido fino.

#### 7.8.1.- MOVIMIENTO DE LA MUESTRA DURANTE EL PULIDO FINAL

ROTACION DEL DISCO



La probeta debe de girar en dirección contraria a la de la rotación de la rueda (figura 7.3). Esto producirá una superficie de pulido más uniforme. Si la probeta se mantiene estacionaria, se formarán los defectos de pulido conocidos como "colas de cometa" alrededor de las fases "más duras" dentro de la microestructura. Esto es debido a las diferencias de velocidades de remoción de material entre las dos fases.

FIGURA 7.3

La operación final de pulido se toma aproximadamente de 3 a 5 minutos ( el sobrepulido tenderá a redondear la superficie de los poros destruyendo así la estructura del poro de la muestra) y producirá la superficie libre de rayas, la llamada apariencia pulido a espejo.



### 7.9.- PROCEDIMIENTO PARA PREPARACION METALOGRAFICA DE PARTICULAS DE POLVO METALICO

Sin duda alguna las partículas de polvo metálico resultan ser las muestras más difíciles de preparar. Estas deben de estar planas para mantener cualquier condición en la superficie que pudiera existir y también para revelar la verdadera estructura de las partículas. Ambas condiciones pueden ser llevadas a cabo en una sola operación utilizando los siguientes procedimientos.

Para examinar las partículas de polvo, las muestras deben de mezclarse completamente antes de realizar el montaje para garantizar una mejor distribución y equitativa del tamaño de partícula y forma. Para realizar su montaje en bakelita es aconsejable a tamizar la bakelita ambar a malla -100. Mezclar la bakelita con la bakelita tamizada y colocar la mezcla en el molde y proceder a el montaje.

Una vez realizado el montaje omita tanto el desbaste grueso como el fino de la superficie de la probeta ya que esto causará una remoción indeseable de las partículas: solo redondee los bordes de la montura de modo que las puntas agudas no dañen el paño. Vaya directamente a el paso de pulido grueso. Debe de pulirse la probeta por aproximadamente dos o tres minutos (el tiempo variará de acuerdo con el tipo de material), sobre disco recubierto con paño duro, sin cerdas ( por ejemplo el TEXMET de Buehler) y solución acuosa de 1 micrón. El sobrepulido causará el desprendimiento. Después lave la muestra y continúe el pulido, ahora ocupe un paño de nylon y la solución de alúmina de 1 micron. Aplique una ligera presión por periodos de tiempo cortos (aproximadamente 30 segundos). Tiempos más prolongados podrían causar redondeo de las partículas. La etapa del pulido final requiere un disco recubiertos de un paño "ASTROMET" o su equivalente y de solución acuosa de alúmina de 0.05 micrones, de nuevo aplique una presión muy ligera. Inspeccione la probeta con el microscopio periódicamente hasta determinar cuando está lista para el exámen.

### 7.10.- RECOMENDACIONES PARA EL REVELADO POR ATAQUE QUIMICO OPTIMO

El ataque de la superficie de la probeta después de la operación de pulido final revela la estructura del metal para la observación al microscopio mediante el ataque preferencial de ciertos constituyentes dentro de la estructura del metal.

La composición de el reactivo variará dependiendo de la composición del metal o aleación y del tratamiento que haya experimentado la muestra.

Los reactivos de ataque utilizados para las muestras metalográficas están compuestas generalmente ácidos orgánicos o inorgánicos y de alcális. El comportamiento general de estos reactivos de ataque está relacionado a una de los tres siguientes características:

- concentración de ión hidrógeno (solución ácida)
- concentración de ión hidroxilo (solución básica)
- habilidad de oxidar preferencialmente uno o más de los microconstituyentes

por ejemplo, las soluciones de iones hidrógenos se utilizan para el ataque de aleaciones base hierro, mientras que las soluciones de iones hidroxilos se emplean para atacar cobre. El ataque no sólo requiere el conocer cual reactivo deberá de emplearse para un metal específico, sino también de conocer que constituyente podría estar presente en la microestructura del metal o de la aleación. Es conveniente recordar que existen literatura referente a los tipos de reactivos de ataque, sus pasos de preparación así como sus componentes y sobre todo su empleo específico dependiendo del tipo de característica microestructural a observar.

Ahora bien , si una microestructura es sobreatacada, ciertas características de la estructura pueden ser atacados vigorosamente y de está forma ser removidos de la estructura. Sin embargo, al suceder lo contrario, que la muestra este poco atacada, puede haber constituyentes en la estructura que no sean revelados y no resulten visibles para su observación al metaloscopio.

## S E G U N D A      P A R T E

PARTE EXPERIMENTAL DE PULIDO DE PROBETAS  
DE PIEZAS SINTERIZADAS

## 7.11.- PULIDO ELECTROLITICO

## A).- OBJETIVO:

Con la presente practica se pretende mostrar los pasos a seguir para llevar a cabo el pulido electrolitico de cualquier material de que se quiera obtener su observación metalográfica.

## B).- ANTECEDENTES

Para el fin de realizar esta practica se diseño primeramente un dispositivo de acuerdo a lo estudiado en los capítulos que preceden a este: el dispositivo de material acrílico se fabricó contando las características que se iban a fijar para el pulido electrolítico, las cuáles fueron:

- material del cátodo (acero inoxidable) que se fijó en el dispositivo, dicho cátodo se perforó para paso de las corrientes de aire
- area fija de contacto con la solución de parte del ánodo o probeta
- distancia fija entre el ánodo y el cátodo, la cual puede fijarse según convenga a 1, 2, 3, o 4 cm de distancia
- posición paralela total entre los cátodos lográndolo con un arreglo similar al de la figura 4.4 (cap, 4, pag 5)
- entradas para conexiones eléctricas al cátodo y para el paso de la manguera que lleve el aire agitador.

## C).- PLANEACION Y DESARROLLO

Los siguientes pasos son de consideración general de cualquier material que se sugiera hacerse por pulido electrolítico, a continuación se dará la ruta que se consultó en los capítulos precedentes:

- 1.- Si las necesidades que se solicitan coinciden con algunos de los puntos estipulados en 6.6 como para justificar el pulido electrolítico de la muestra a preparar, proceda con los pasos subsiguientes, en caso contrario, proceda como método mecánico normal atendiendo a los capítulos de referencia.
- 2.- Una vez determinado el pulido electrolítico como método a realizar para la preparación de la pieza se recomienda consultar primero los tipos de reactivos que existen para dicho material seleccionado, tanto la tabla 5.2 y la tabla 5.1, para ello es necesario consultar el capítulo de seguridad y de uso de electrolitos, Capítulo 5. Consultar perfectamente las recomendaciones para el electrolito que haya sido seleccionado atendiendo además a que si se cuenta o no con los dispositivos adecuados: celda y fuente de poder, y por supuesto la existencia de los componentes químicos.
- 3.- Verificar el tipo de dispositivo a ocupar dependiendo de los requerimientos eléctricos que demande el tipo de electrolito que se pretenda utilizar, sección 4.3.
- 4.- Seleccionar el tipo de pieza a pulir por medio electrolítico, cuidando de atender al muestreo correcto, proceder a su corte y preparación:
  - a).- Área de interés para realizar la observación
  - b).- Tipo de corte
  - c).- Limpieza de la probeta
  - d).- Montaje de conducción para la probeta  
En este aspecto seleccionar el mejor método para el montaje dependiendo del tamaño de la pieza, el cuál dependerá del tipo de materiales para montaje con que se cuente, además de las características que demande el tipo de electrolito seleccionado, para esto resulta de gran utilidad la tabla 2.1, y la sección 2.4.3.2.
- 5.- Preparar la muestra con los lineamientos de acuerdo al desbaste de pulido mecánico aceptable según teoría del capítulo 3.
- 6.- Una vez determinado todo lo anterior, proceder a realizar las pruebas según los parámetros que marque

el electrolito seleccionado, y para efectos de reproducibilidad con esa combinación específica de material-reactivo-dispositivo, registrar el tipo de gráfica específica, según lo marca el capítulo 4.

7.- Ir anotando el desarrollo que se vaya obteniendo

EJEMPLO:

DESARROLLO (RESULTADOS Y OBSERVACIONES)

D A T O S

ELECTROLITO: REACTIVO IV-3

TEMPERATURA DEL ELECTROLITO: 32°C

DISPOSITIVO: RECTIFICADOR

TIPO DE MATERIAL: PIEZAS DE ACERO CARBONITRURADO

AREA DE CONTACTO: 0.5 CM<sup>2</sup>

R E S U L T A D O S:

# DE PROBETA	TIEMPO	CORRIENTE	VOLTAJE
1	3 MIN	.4 AMP	4 V
2	5 MIN	.5 AMP	4 V
3	8 MIN	.2 AMP	4 V
4	5 MIN	.1 AMP	1 V

## OBSERVACIONES

Las cuatro piezas preparadas debidamente con un desbaste hasta lija 600, y previamente limpiadas en medio de acetona para retirar el aceite impregnado, fueron montadas con el método de montaje de conducción, y empezaron a variarse efecto del tiempo y del voltaje aplicado de acuerdo al tipo de reactivo seleccionado, se observó picado en todas las cuatro probetas, ya que la microestructura aparecía corroída en su superficie, así mismo el reactivo atacó el tipo de resina que se ocupó para el montaje en una de las piezas. Se procede a consultar la tabla 4.1, y se determina que el problema es el picado.

- 8.- Determinando los diferentes tipos de problemas que se pudieran presentar, esto se puede facilitar revisando constantemente la tabla 4.1, así como parte de la teoría del Capítulo 6, ahora procede el tomar las medidas correctivas del caso y volver a intentar hasta obtener el pulido satisfactorio esperado, y una vez obtenido lo anterior registrar de inmediato las conclusiones.

## CONCLUSIONES

Para el caso en particular de las piezas sinterizadas, se concluye que la fuente de poder resulta demasiado alta para los requerimientos del electrolito ya que el que se dispuso para el tipo de aleación que se pretendía realizar, solicitaba un voltaje de celda de 1.5 a 6v y el rectificador con que se contaba era de mayor capacidad; otro de los factores que influyeron para los efectos del picado es la presencia de los poros de este material sinterizado, lo que causa que los niveles de las áreas de interés sean diferentes y de ello depende también la diferencia de potencial en la pieza misma, situación que causa que el proceso anódico sea controlado.

Por la situación anterior, y en vista de no contar con otro tipo de componentes de reactivo disponible, se concluye, que para el caso particular de las piezas sinterizadas, no es posible el realizar pulido electrolítico y para este caso en particular se decide optar por el método tradicional de pulido mecánico, ya que en la actual empresa en la que se está trabajando se manejan mezclas de polvos en diferentes porcentajes de aleación, y por lo tanto no sería recomendable el tratar de unificar condiciones como si se tratase de un solo tipo de material. si se tratase de un solo tipo de material.

## 7.12.- PULIDO MECANICO DE PIEZAS SINTERIZADAS

## A).- OBJETIVO:

El propósito de la presente práctica es determinar el método de pulido mecánico óptimo para la preparación de las piezas sinterizadas, así como el análisis del tiempo de preparación óptimo dependiendo del tipo de material con que se cuente.

## B).- ANTECEDENTES:

En la fábrica de piezas sinterizadas se realiza desde el homogenizado por medio del mezclado de diferentes componentes para conformar lo que se denomina mezcla, cada una de estas mezclas cuenta con diferentes porcentajes de elementos de composición, contando entre ellos polvos de fierro, de cobre, de grafito y de estearato de zinc como lubricante, estos porcentajes son en peso.

A continuación se expresan los diferentes porcentajes para los 5 tipos de mezcla mas comúnmente empleados:

NO. DE MEZCLA	% DE FIERRO	% DE COBRE	% DE CARBONO	% DE LUBRICANTE	%Mns (EXCESO)
1	97	2		1	
2	97	2		1	0.35
3	97.5	1	0.5	1	
4	96	2	1.0	1	
5	95	4		1	

## C).- PLANEACION Y DESARROLLO:

- 1.- Se seleccionaron cinco tipos diferentes de mezclas, incluso de la producción normal, se fueron identificando una por una de diversas número de lote, esto se puede observar en el cuadro que sigue como muestra con letra de abecedario, de la A a la J.
- 2.- A algunas de estas muestras que correspondieron al mismo tipo de lote se sometieron al tratamiento de vapor. Cada probeta fue identificada ahora como M#TV.
- 3.- Habiendo juntado todas las muestras ya con tratamiento de sinterizado, ( las mismas condiciones para todas ellas) y su respectivo tratamiento de vapor, se procedió realizar su corte para efectuar posteriormente su montaje en material transparente.

4.- A continuación se procedió a su desbaste, registrando para cada tipo de muestra el tiempo de desbaste en cada lija, así mismo se fueron variando los tiempos de permanencia en las etapas diferente de pulido. En la tabla mencionada se puede apreciar la cantidad de tiempo total para cada tipo de muestra.

D A T O S

T A B L A 7.1

RESUMEN DE LOS DATOS RECABADOS PARA LAS MUESTRAS DE PIEZAS SINTERIZADAS

IDEN MTA. ORIG	TIPO DE MEICLA	# LOTE ORIGINAL	TIEMPOS DE DESBASTE				TIEMPO DE PULIDO			TIEMPO TOTAL	VIND. DE FOTOGRAFIA			
			180	220	400	600	AMAN- LITE	ALU- MINA	ALU- MINA 0.05 UM		1100X	11200X	11500X	
			POR LIJAS DESDE LA				DE			A U M E N T O S				
							PULIDO							
I1b	1	L46	2	2	3	3	10	3	0	0	13	1	2	3
M6TV	1	L46	2	2	3	3	10	2	0	0	12	6	7	8
A	1	L47	2	2	3	3	10	4	0	6	20	7	10	11
C	1	STD	2	2	3	3	10	2	3	6	21	12	13	14
M1TV	1	STD	1	1	2	2	6	0	3	2	11	15	16	17,18
D	1	STD	1	1	2	2	6	0	3	2	11		21	
M7TV	1	STD	1	1	2	2	6	0	3	2	11		19,20	
E	1	M1	1	1	2	2	6	1	0	1	8		4	
F	1	M4	1	1	2	2	6	2	0	0	8		5	
M6TV	1	M2	2	2	3	3	10	1	2	2	15			22
M2TV	2	STD	2	2	3	3	10	1	1	2	14			
M3TV	2	ESP 01	2	2	2	2	8	1	3	2	14			24
M4TV	2	L203	2	2	2	2	8	2	2	2	14			23,25
M5TV	3	STD	1	1	2	2	6	1	1	1	9			28
K	3		1	1	2	2	6	1	2	1	10		27	
L	3		1	1	2	2	6	1	3	2	12			
M	3		1	1	2	2	6	1	2	2	11		26	29
M9TV	5	L24	2	2	3	3	10	1	1	2	14			
G	5	L24	1	1	2	2	6	1	2	2	11		30,32	
H	5		1	1	2	2	6,5	2	1	2	11,5		31,33	
I	4		1	1	2	2	6	2	1	1	10		34,36	37
J	4		1	1	2	2	6	2	1	2	11		38	35,39



- 5.- Como paso siguiente se fue observando los efectos de estos tiempos y se procedió a registrar esto en microfotografía, (ver APENDICE) las observaciones se realizaron a 100X, 200X y en ocasiones hasta 500X, de igual manera en la tabla 7.1 se aprecian las correspondencias.

### OBSERVACIONES

- 6.- Cabe hacer mención que se siguieron las recomendaciones de este capítulo para el desarrollo de la presente práctica, y por lo tanto fueron ocupados para el pulido final un paño de cerda suave, pero no así en el pulido grueso, (diamante y alúmina), donde se ocuparon paños duros.
- 7.- Para realizar la observación, algunas de las muestras no fueron atacadas, y para las que si lo requirieron, el ataque se realizó al momento de la observación; esto por la tendencia del material a seguir atacándose por su naturaleza porosa.

### CONCLUSIONES

- 8.- Realizando las observaciones pertinentes en cuanto a las diferentes fotomicrografías, se decidió realizar las observaciones por separado para cada tipo diferente de mezcla, así como la mejor recomendación para su preparación metalográfica:

Para mezcla tipo 1, 97% hierro, 2% de cobre y 1% de lubricante, se tienen las fotomicrografías de la # 1 a la # 22, en donde de acuerdo a la tabla 7.1, se observará la influencia del tiempo y del tamaño de los agentes desbastadores y de pulido sobre esta mezcla en particular:

a).- Efecto del tamaño de abrasivo:

En las fotomicrografías # 3 tenemos la presencia de rayas profundas que aunque no son detectables a 200X, a 500x se distinguen, esto es el resultado de utilizar para un tiempo fijo de desbaste una abrasivo de pasta de diamante de 6 um. Con lo anterior al momento de realizar una observación metalográfica, no cumple con la condición de ser observable a grandes aumentos. De ahí que es necesario continuar con la etapa subsiguiente de pulido, a un abrasivo de menor tamaño, esto es evidente en las

fotomicrografías de la #12 a la # 14, que presentan ausencia de rayas y planicidad perfecta para un buen estudio metalográfico.

b).- Efecto del tiempo:

Para observar el efecto del tiempo se hace referencia a al pulido realizado sobre el mismo tipo de mezcla (tipo 1), la primera de 8 minutos y la segunda de 20 minutos de tiempo total de pulido, representadas por las fotomicrografías 4 y las # 9, 10 y 11 respectivamente, donde se puede observar claramente que en la primera no fueron eliminadas en su totalidad las rayas del desbaste grueso, mientras que en las segundas no existe rayado alguno aún a 500X. Sin embargo se hace la observación que la etapa de pulido intermedio (alúmina de 1  $\mu$ m sobre paño de cerda dura), es necesario para obtener la planicidad de la probeta.

Por lo tanto para mezcla tipo 1 se recomienda:

Desbaste total: no menores de 8 minutos ( 2 minutos en promedio por lija)

Pulido grueso: 2 minutos mínimo con pasta de diamante de 6  $\mu$ m.

Pulido medio: 3 minutos con alúmina de 1  $\mu$ m

Pulido fino: 2 minutos mínimo y no mayor a 5 minutos, debido a que se tiende a redondear la superficie generando de nuevo planos.

Para las mezclas de los tipos 2, 3, 4 y 5, se procede de igual forma, analizando la tabla 7.1 y con referencia a las fotomicrografías, determinándose las condiciones apropiadas de preparación para la obtención óptima de la probeta en particular.

A P E N D I C E

D E

F O T O M I C R O G R A F I A S

FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 13 MINUTOS	SIN ATAQUE: <input type="checkbox"/>
1	AUMENTOS: 100X	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>

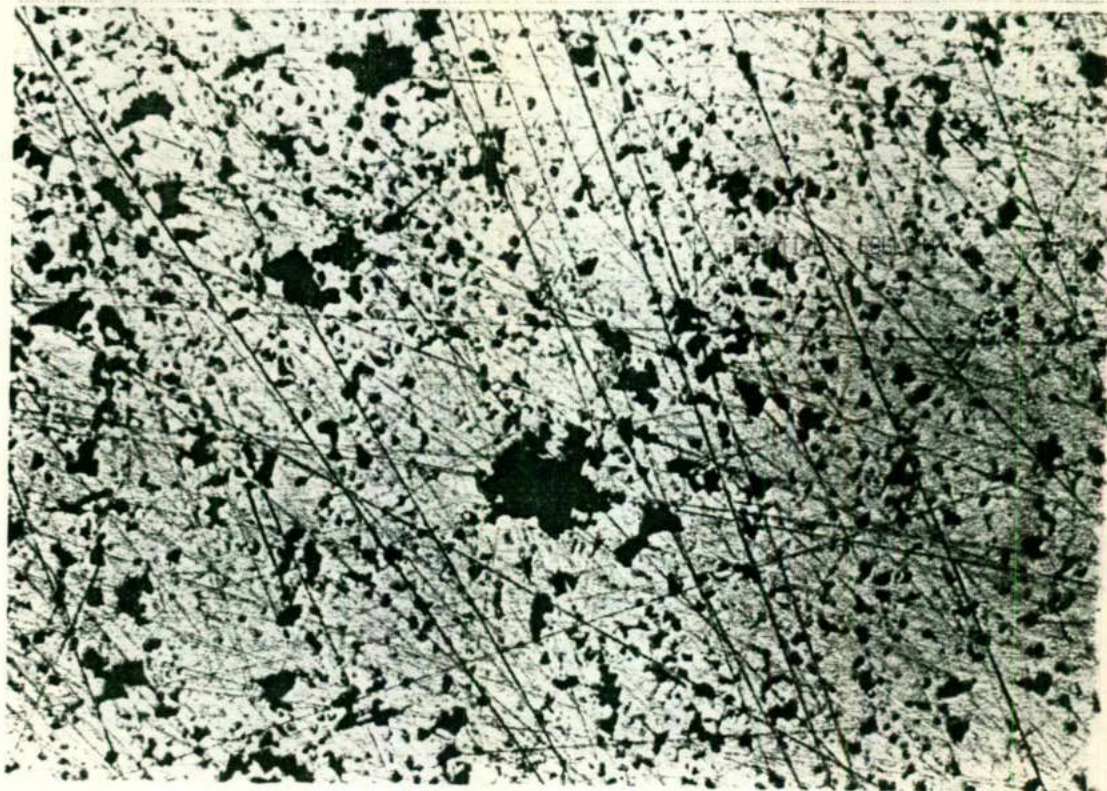


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 13 MIN	SIN ATAQUE: <input type="checkbox"/>
2	AUMENTOS: 200X	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>

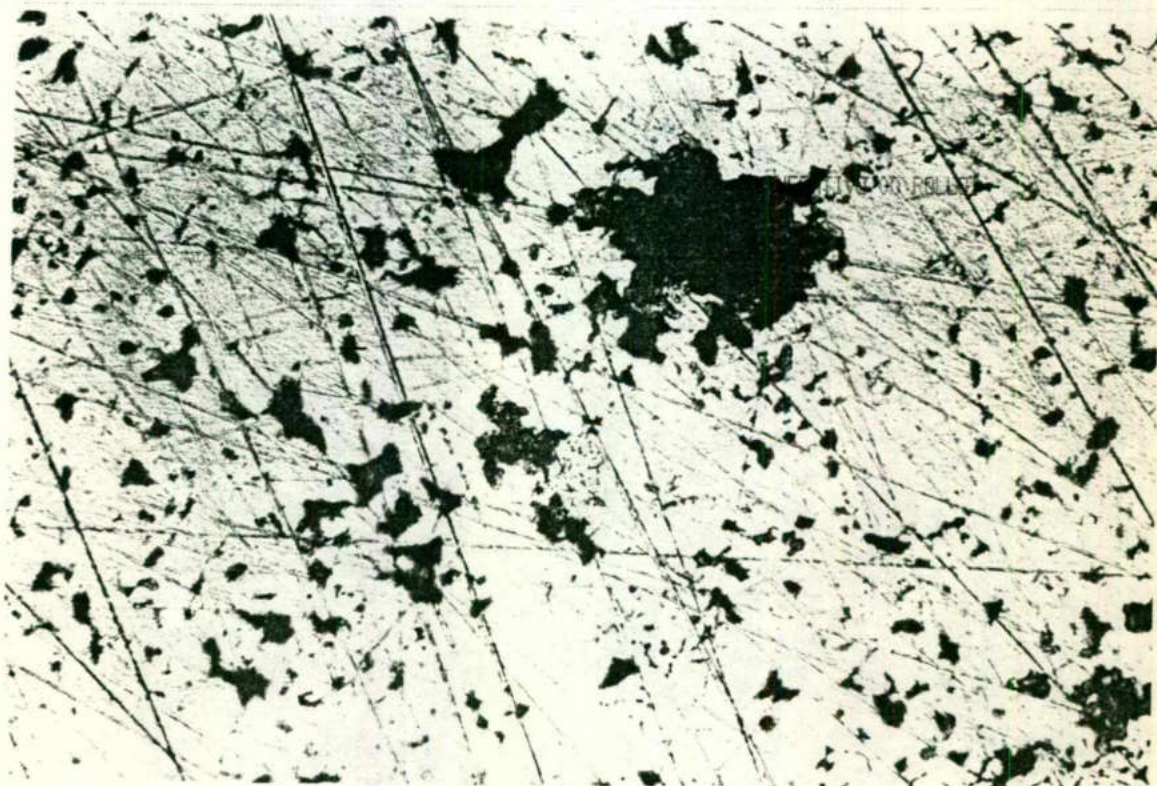


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 13 MIN	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
3	AUMENTOS: 500X	



FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 8 MIN	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
4	AUMENTOS: 200X	

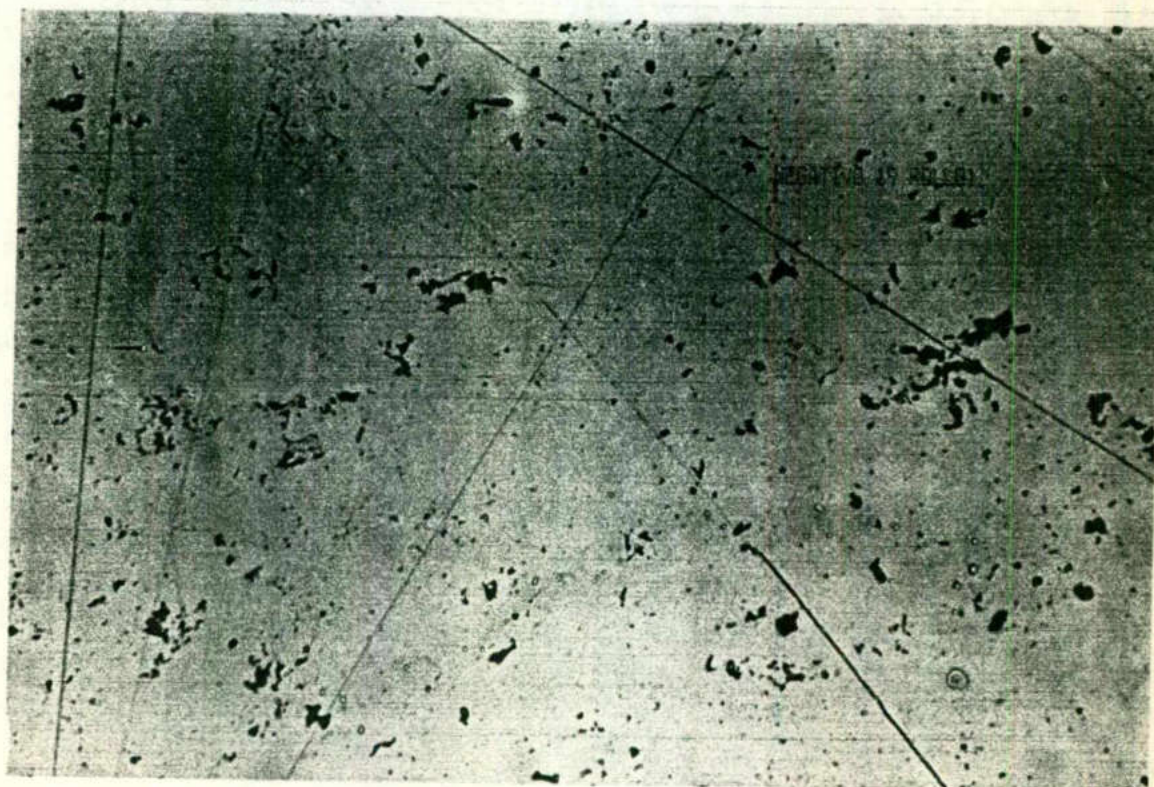


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 8	SIN ATAQUE: <input type="checkbox"/>
5	AUMENTOS: 200X	

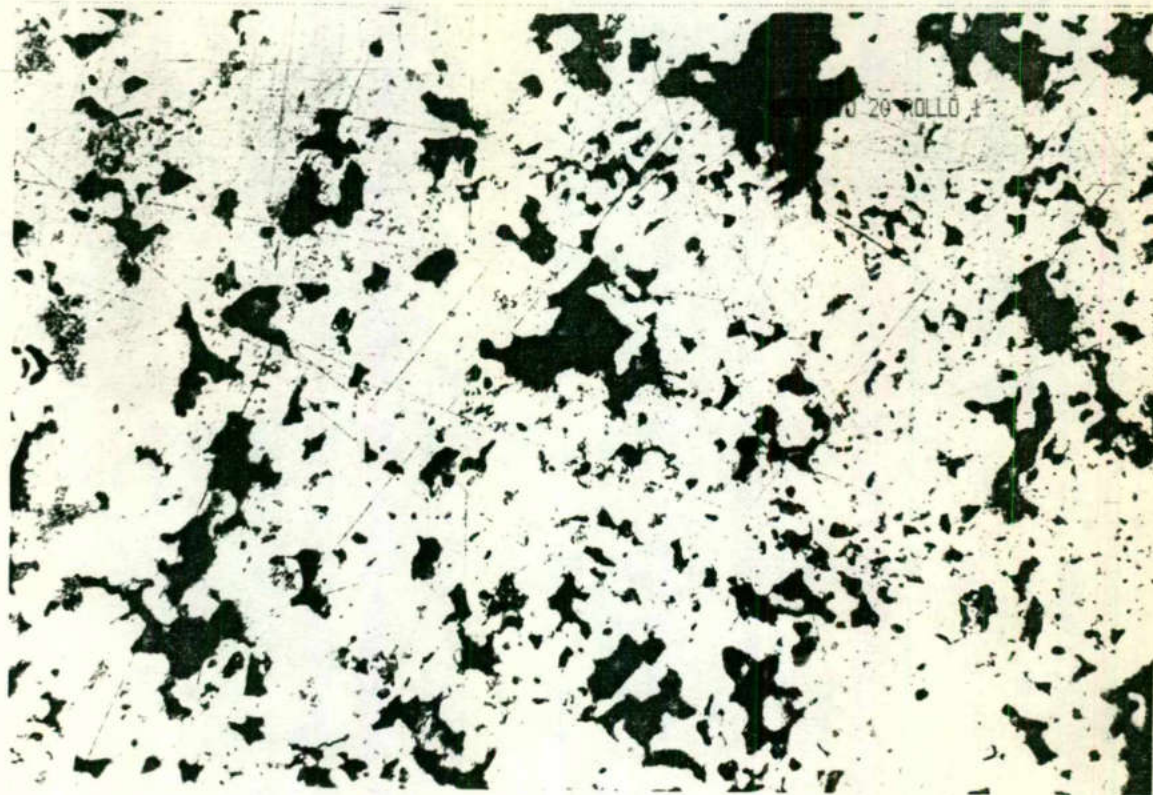


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPOR
#	PREPARACION: 12 MIN	SIN ATAQUE: <input type="checkbox"/>
6	AUMENTOS: 100X	

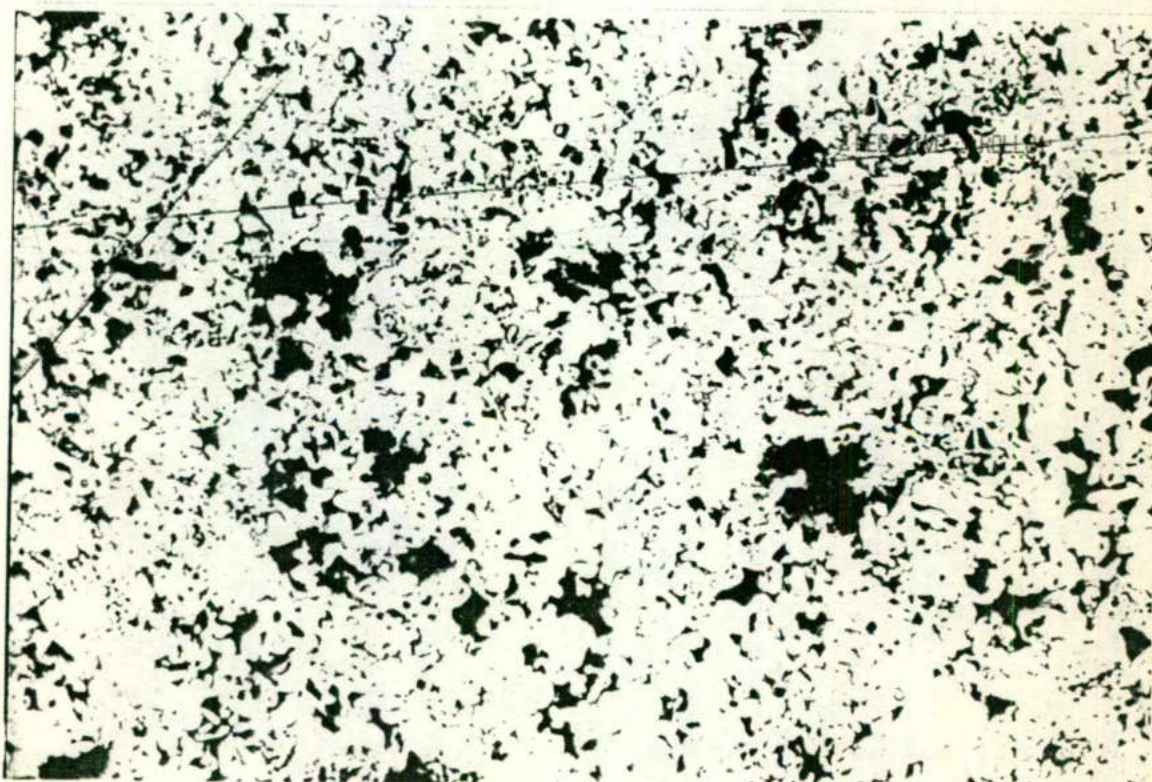


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPOR
#	PREPARACION: 12 MIN	
7	AUMENTOS: 200X	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>

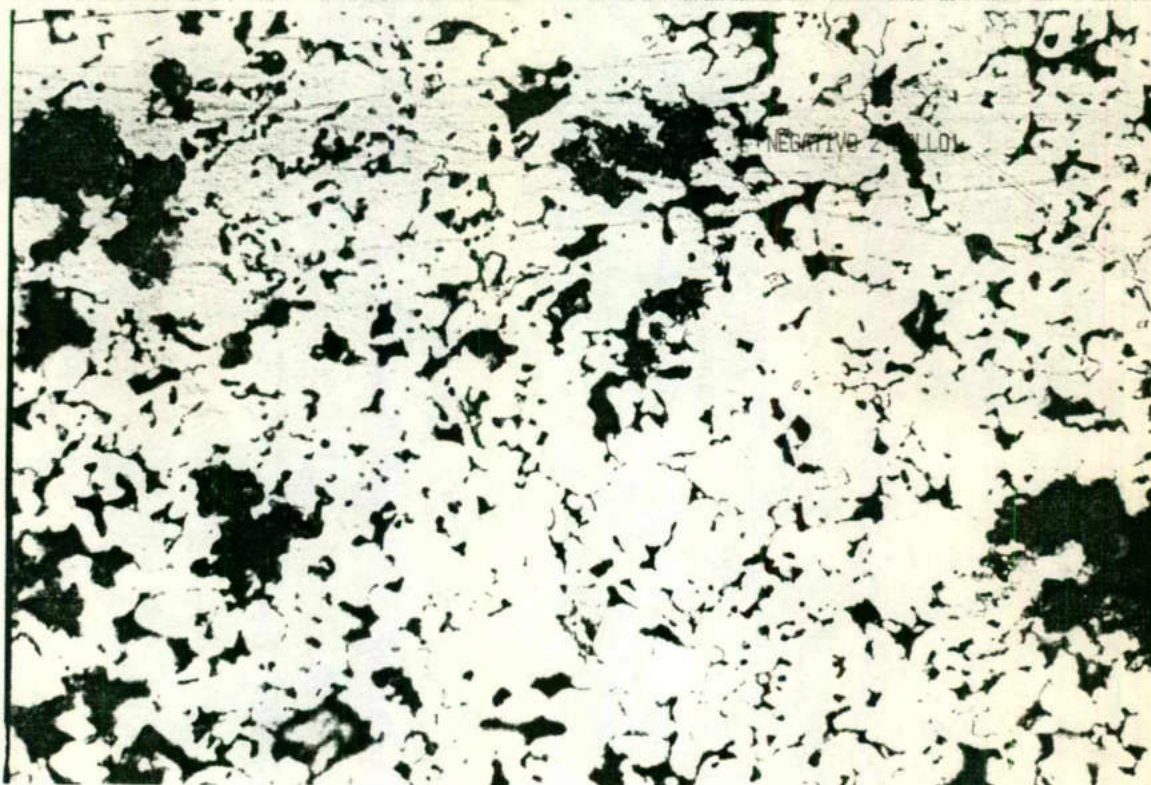


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPOR
#	PREPARACION: 12 MIN	
8	AUMENTOS: 500X	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>

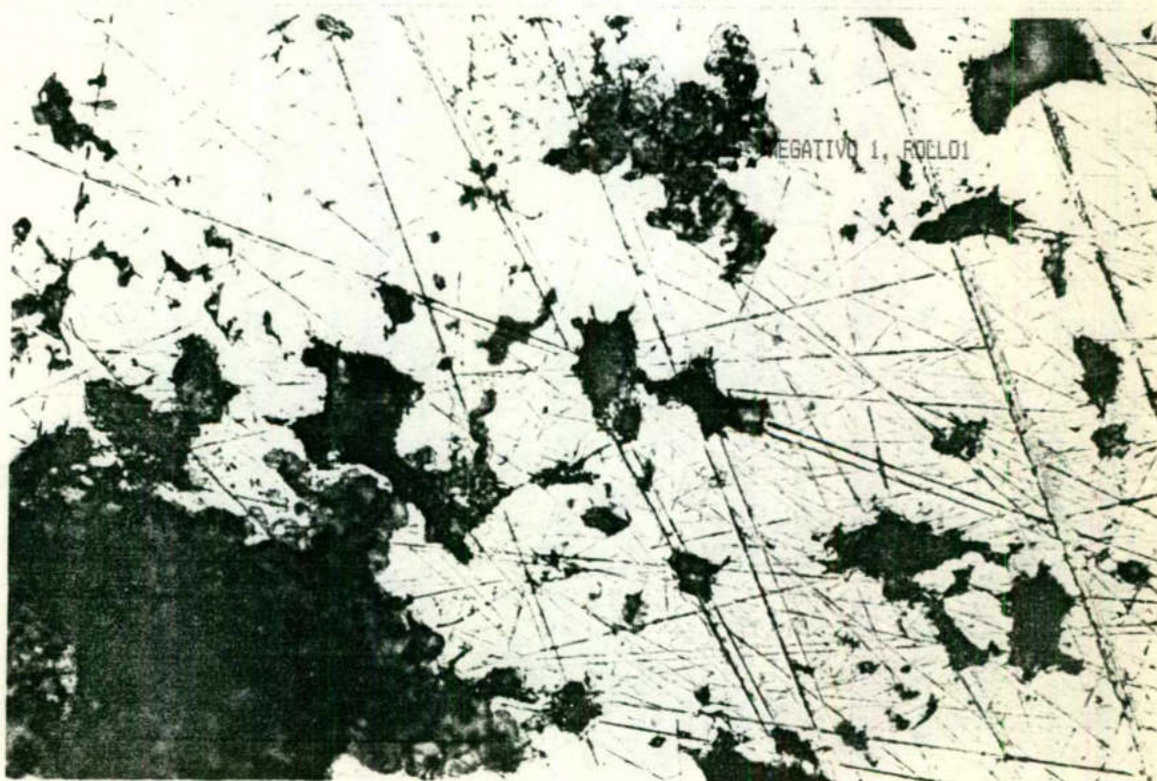


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 20	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
9	AUMENTOS: 100X	

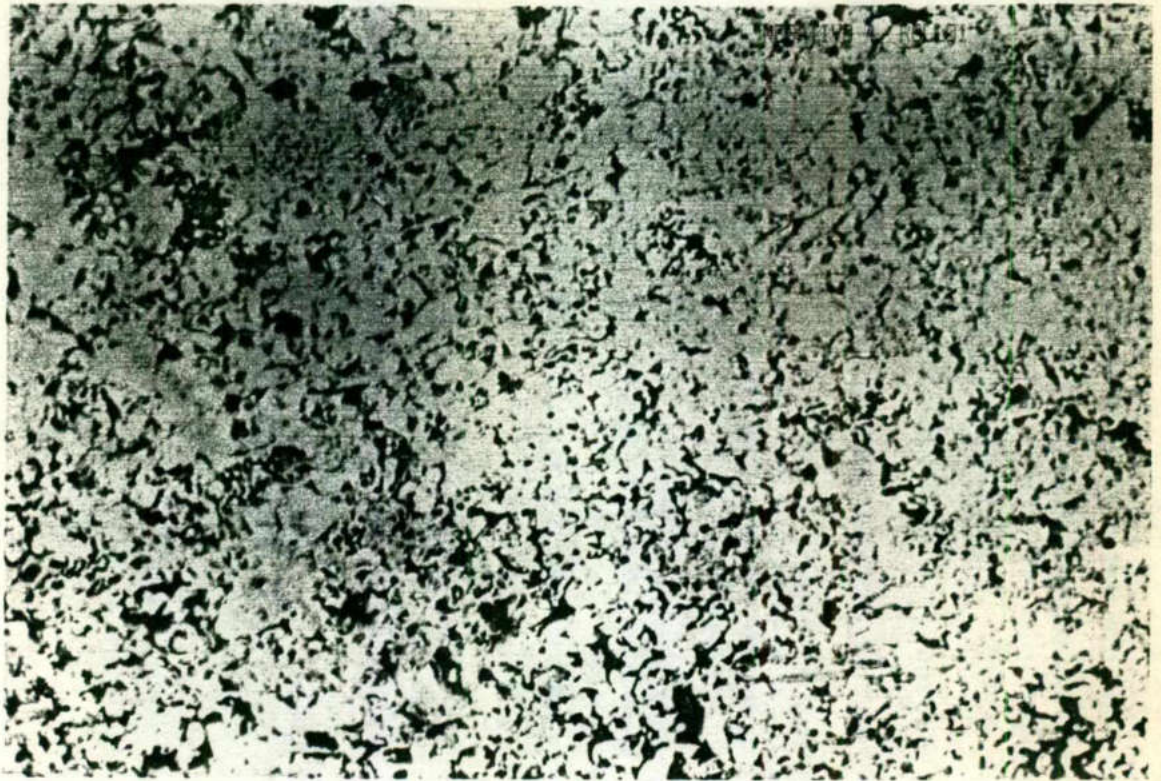


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 20	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
10	AUMENTOS: 200X	

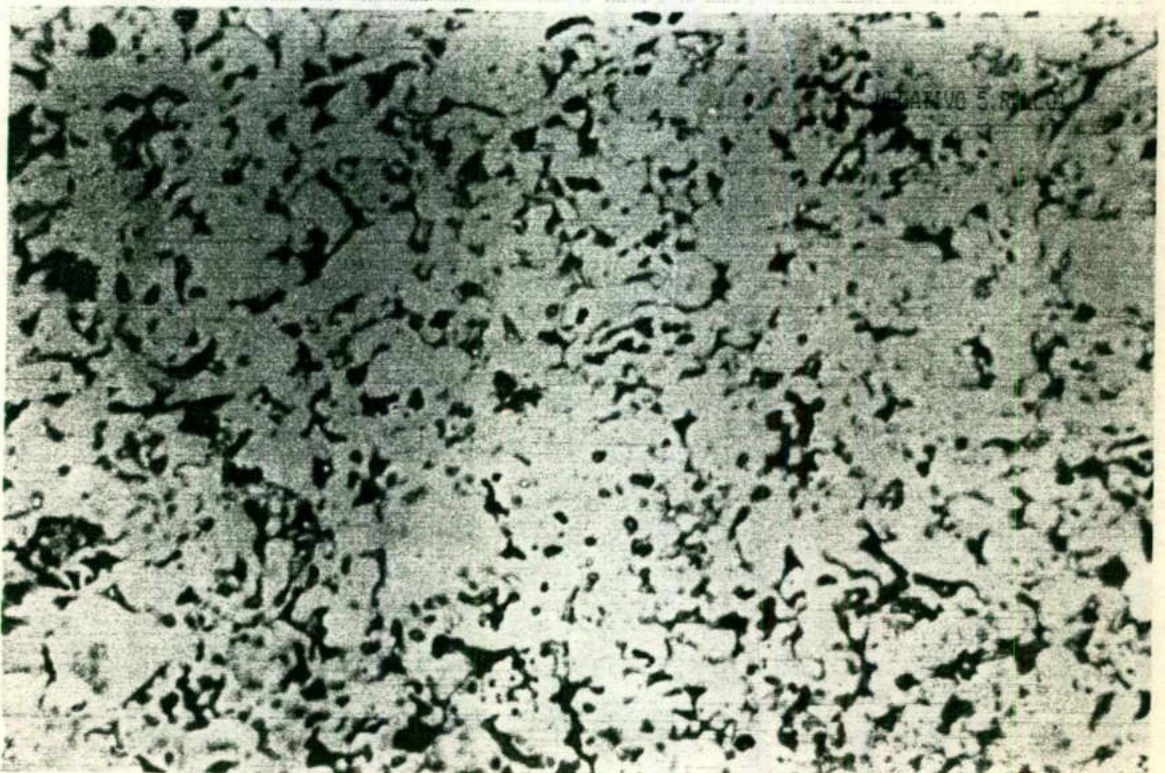




FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 20 MIN	
11	AUMENTOS: 500X	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>

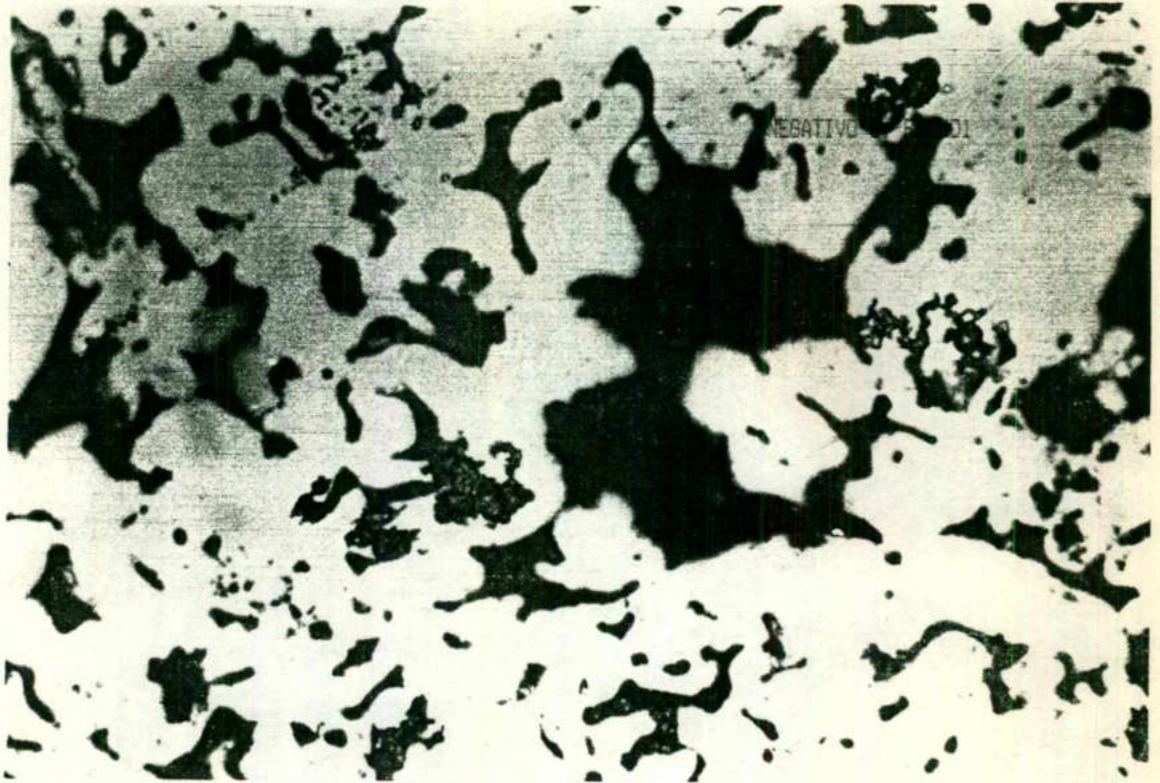


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 21 MIN	
12	AUMENTOS: 100X	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>

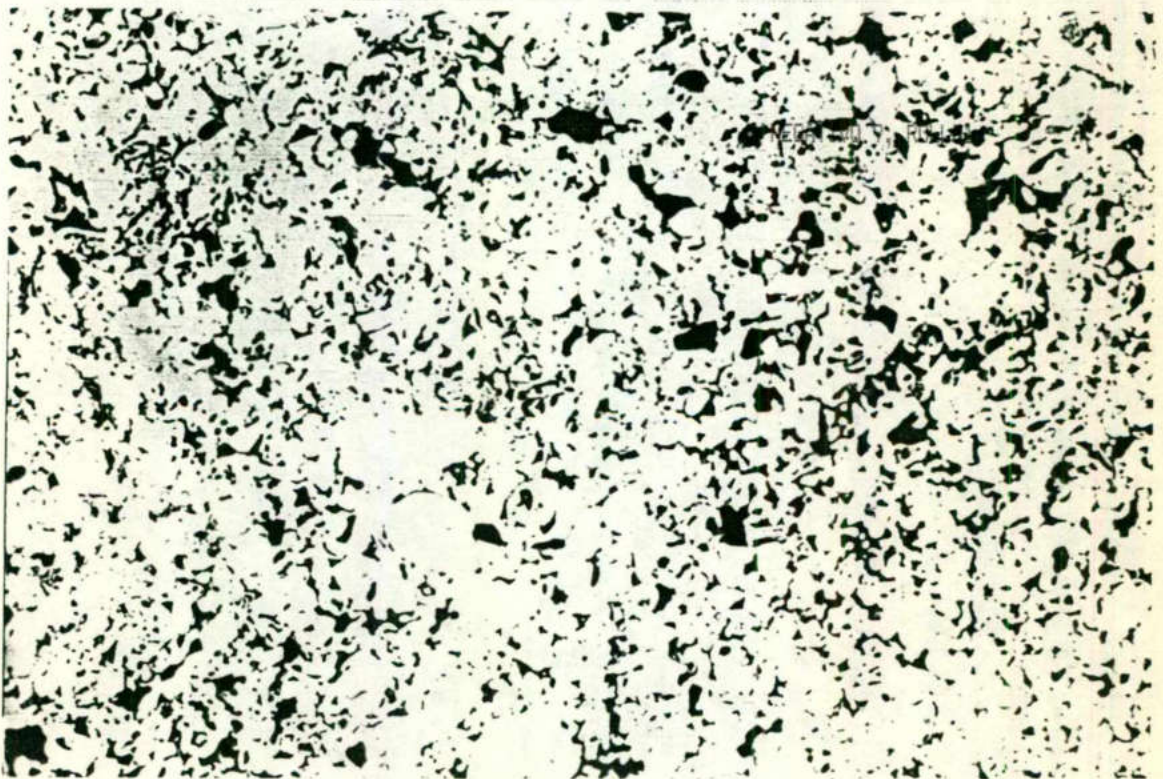


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 21 MIN	
13	AUMENTOS: 200X	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>

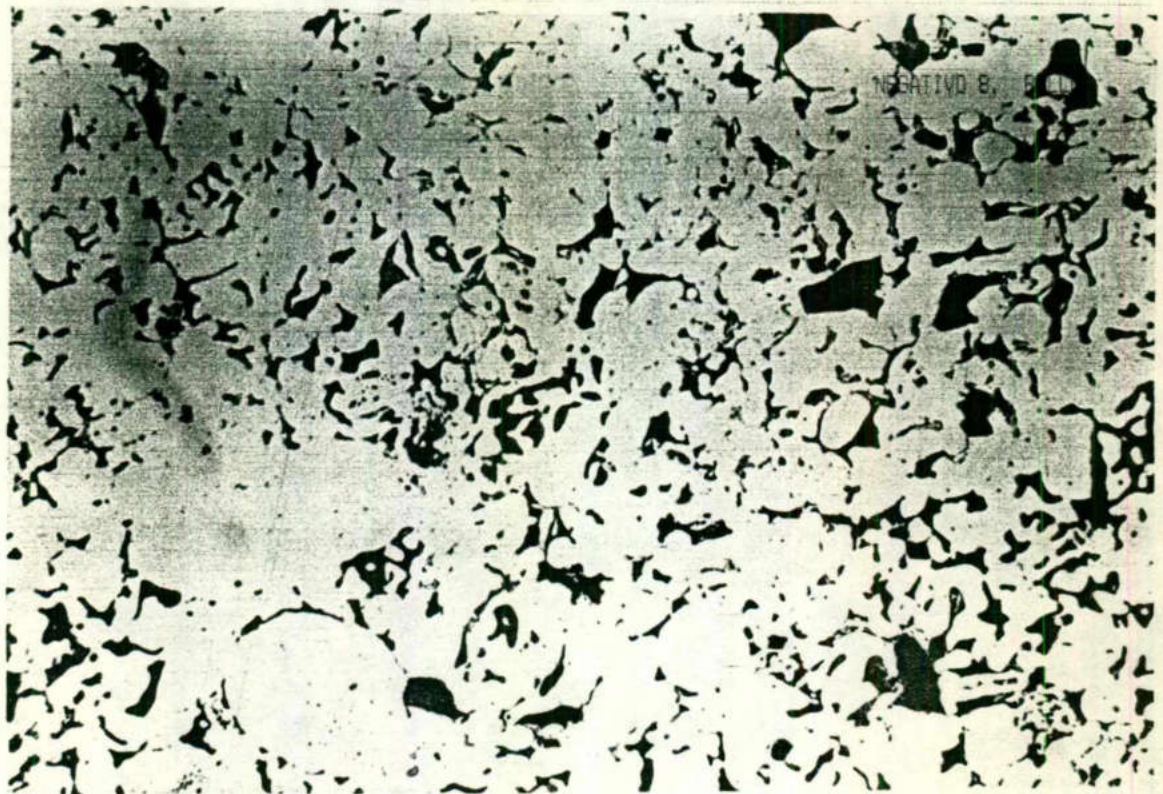


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 21	
14	AUMENTOS: 500X	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>

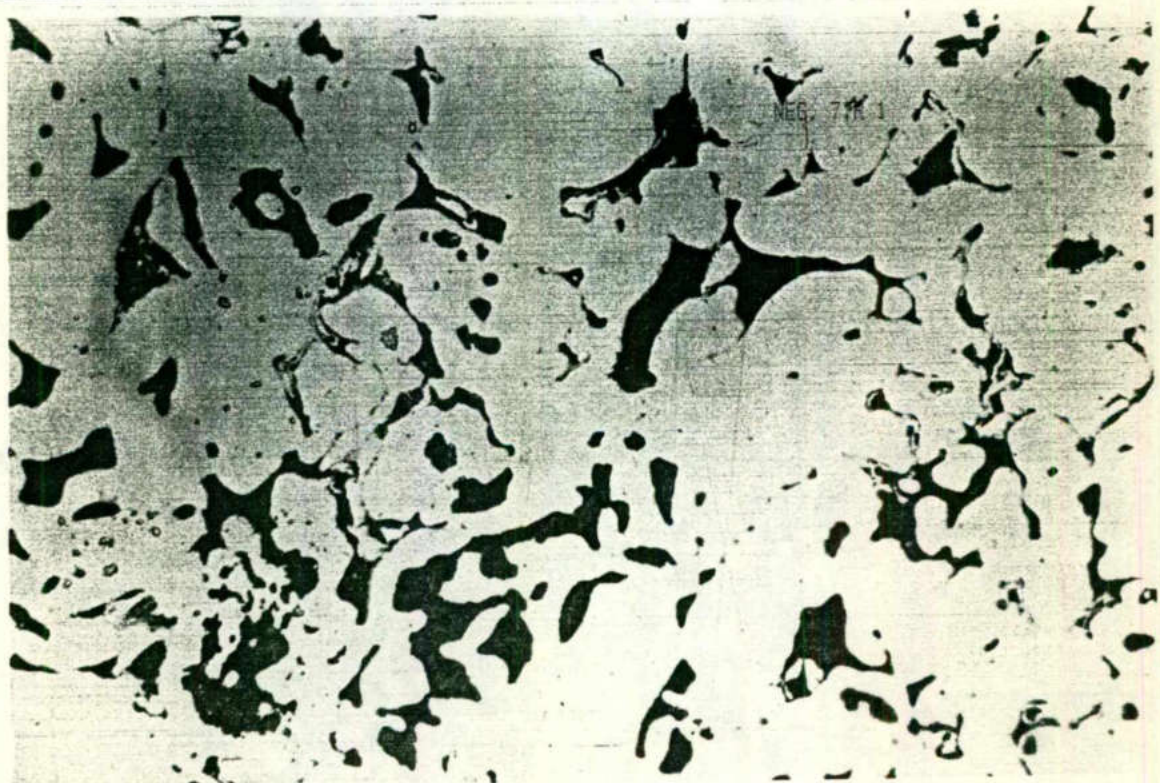


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPOR
#	PREPARACION: 11 MIN	
15	AUMENTOS: 100X	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>

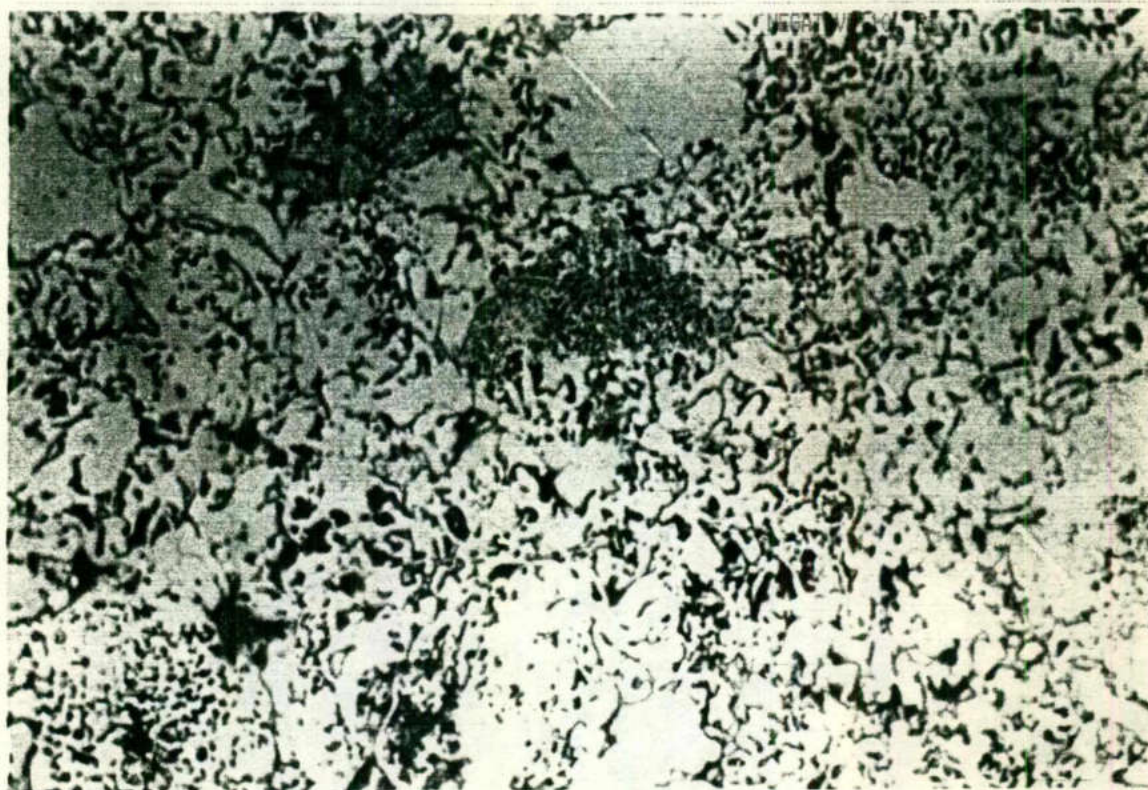


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPOR
#	PREPARACION: 11 MIN	
16	AUMENTOS: 200x	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>



FOTO # 17	TIPO DE MEZCLA: 1 PREPARACION: 11 MIN AUMENTOS: 500 X	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPOR SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
-----------	---	--



FOTO # 18	TIPO DE MEZCLA: 1 PREPARACION: 11 AUMENTOS: 500X	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPOR CON ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/> NITAL 2%: 5 SEG
-----------	--	--

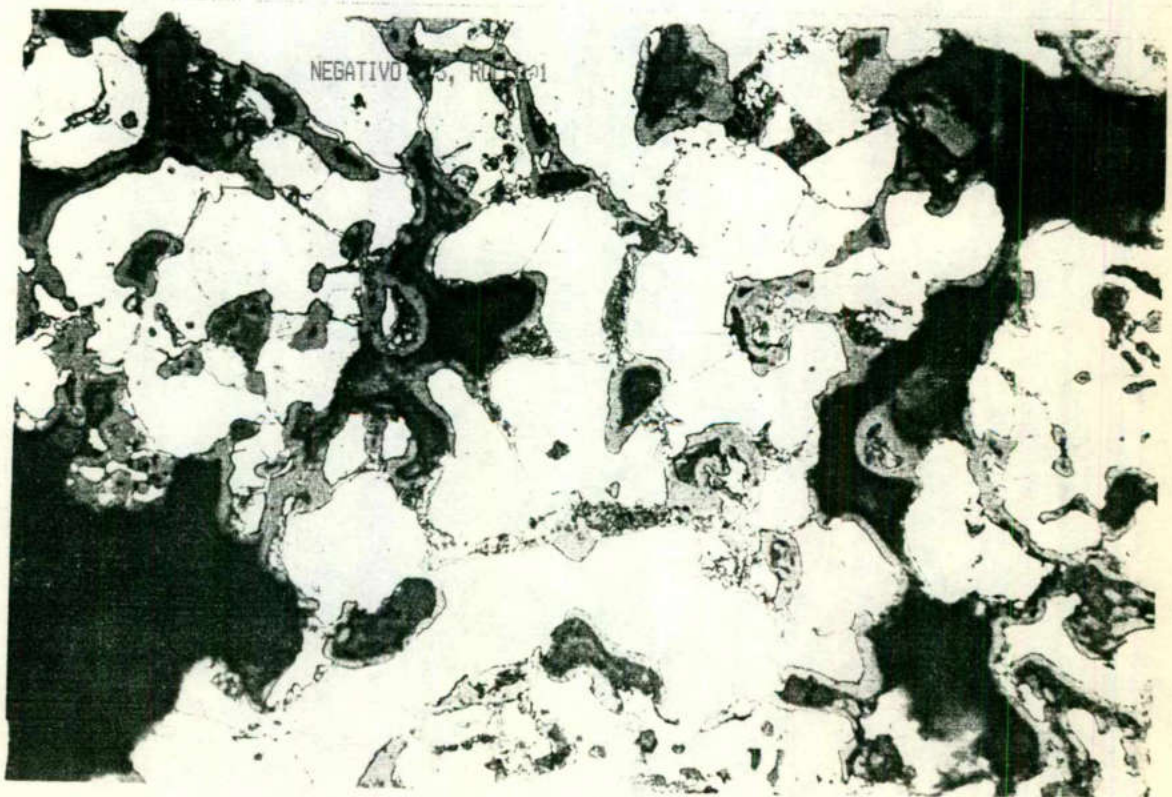


FOTO # 19	TIPO DE MEZCLA: 1 PREPARACION: 11 MIN AUMENTOS: 500X	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPOR SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
-----------	--	--

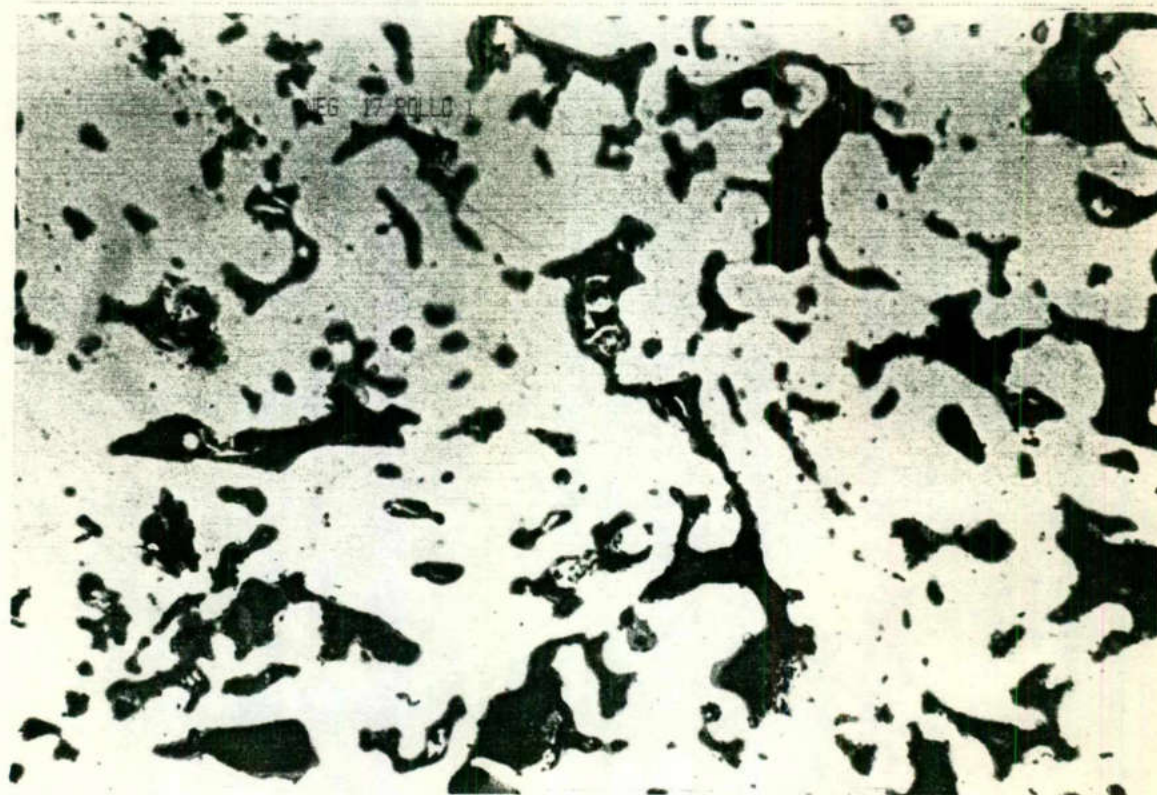


FOTO # 20	TIPO DE MEZCLA: 1 PREPARACION: 11 AUMENTOS: 500X	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPOR CON ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/> NITAL 2%: 5 SEG
-----------	--	--



FOTO	TIPO DE MEZCLA: 1	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 11	CON ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
21	AUMENTOS: 200X	NITAL 2%: 5 SEG

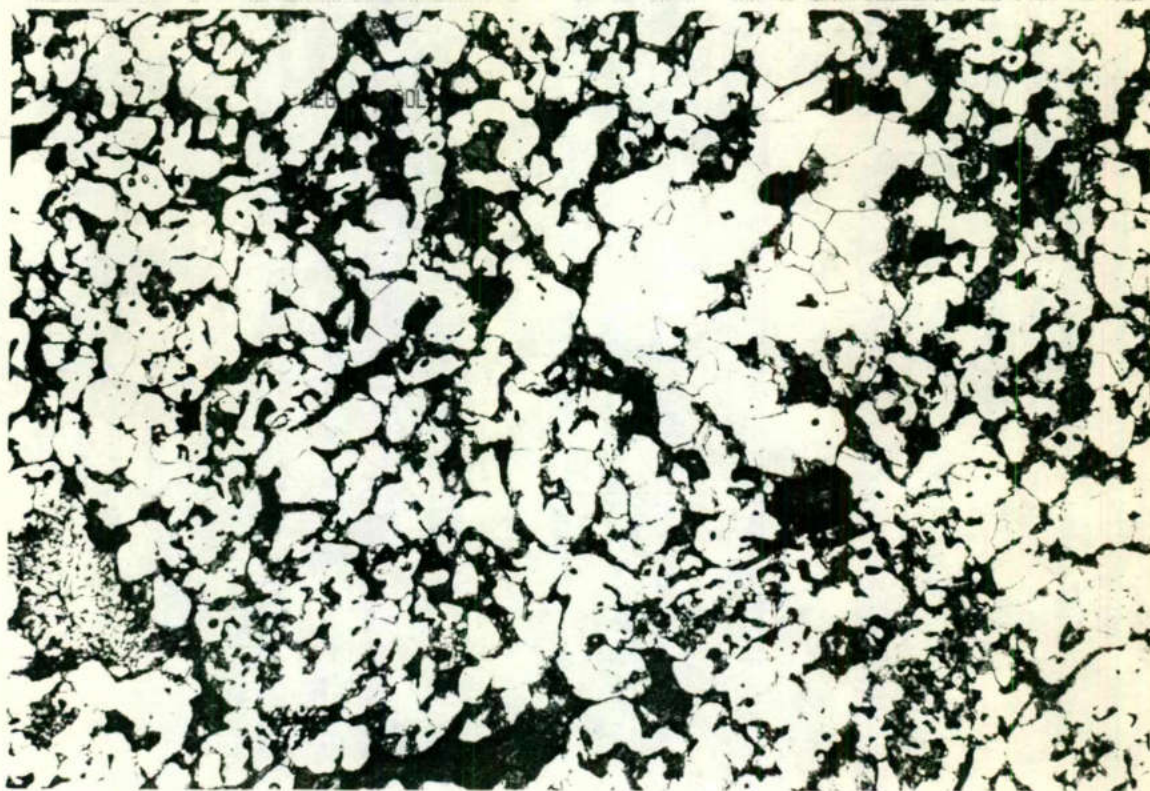


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 2	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPOR
#	PREPARACION: 14 MIN	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
22	AUMENTOS: 500X	

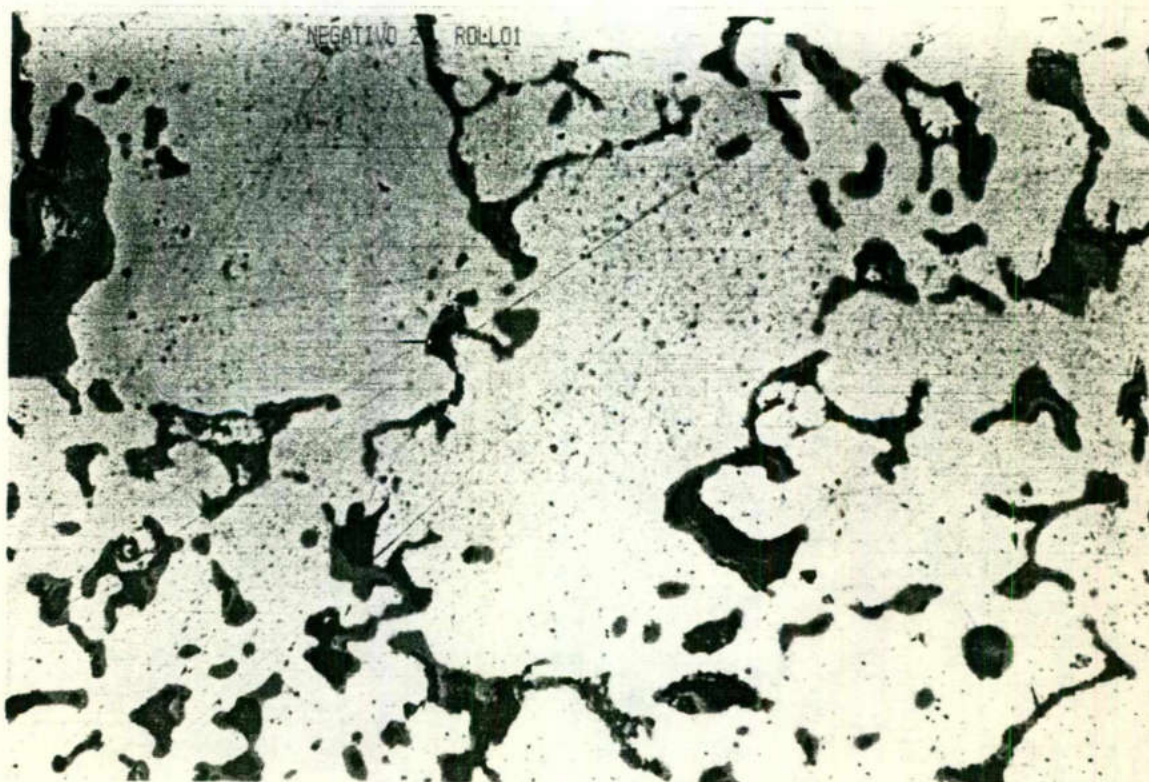


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 2	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPOR
#	PREPARACION: 14 MIN	
23	AUMENTOS: 500X	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>

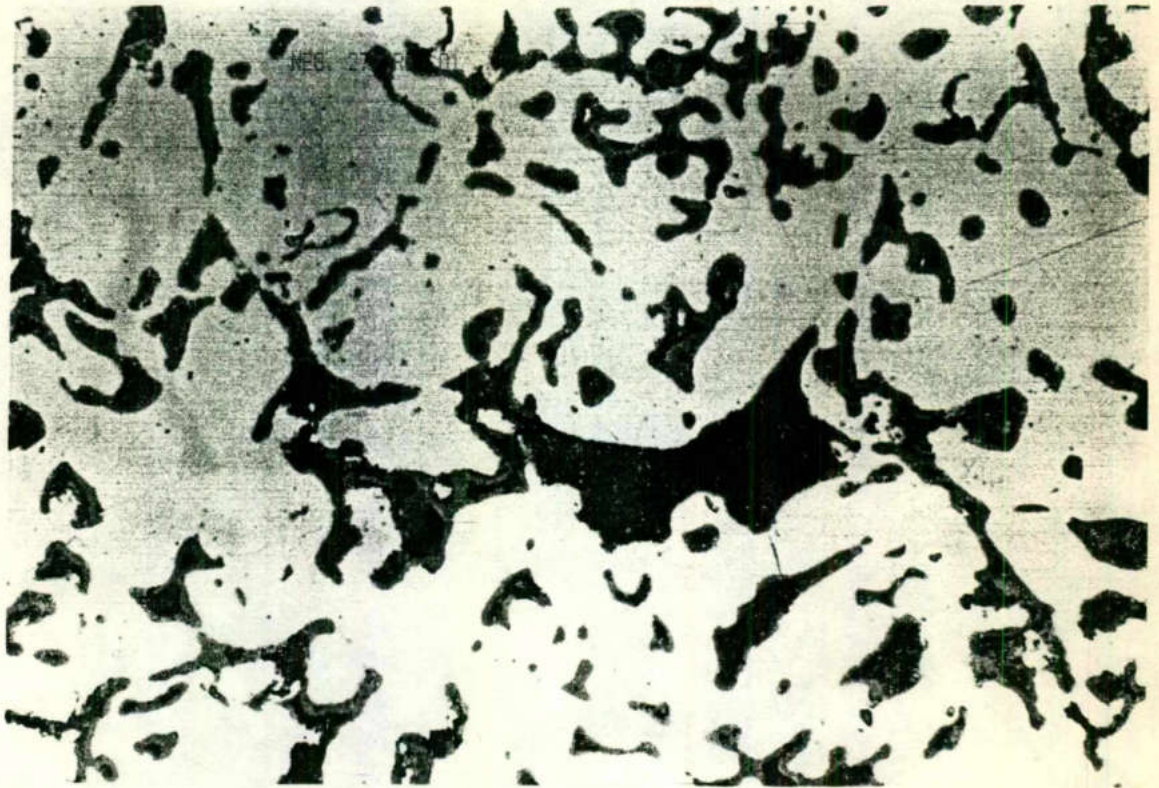


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 2	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPOR
#	PREPARACION: 14 MIN	
24	AUMENTOS: 500X	CON ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/> NITAL 2%: 5 SEG



FOTO # 25	TIPO DE MEZCLA: 2 PREPARACION: 14 MIN AUMENTOS: 500X	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPORES CON ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/> NITAL 2%: 5 SEG
-----------	--	--



FOTO # 26	TIPO DE MEZCLA: 3 PREPARACION: 11 MIN AUMENTOS: 200X	CONDICION: SINTERIZADO SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
-----------	--	---





FOTO	TIPO DE MEZCLA: 3	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 10 MIN	
27	AUMENTOS: 200X	CON ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/> NITAL 2%: 5 SEG

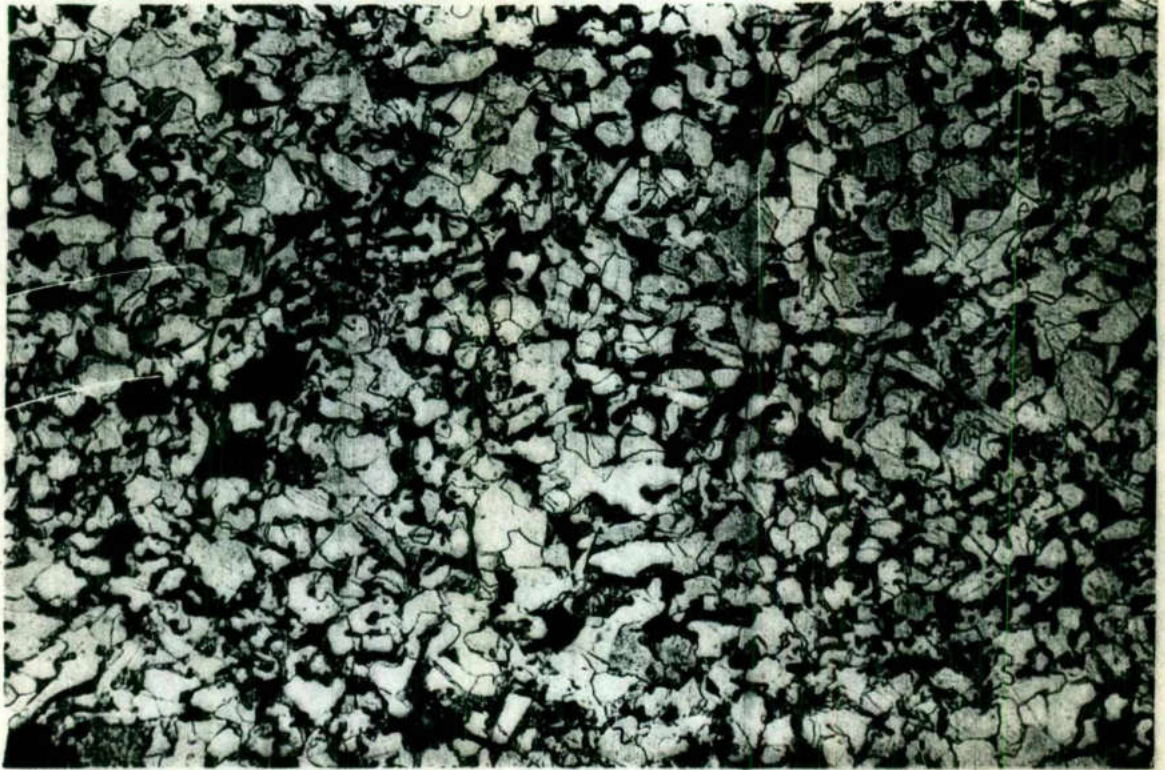


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 3	CONDICION: SINTERIZADO Y TRAT. DE VAPOR
#	PREPARACION: 9 MIN	
28	AUMENTOS: 500X	CON ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/> NITAL 2%: 5 SEG

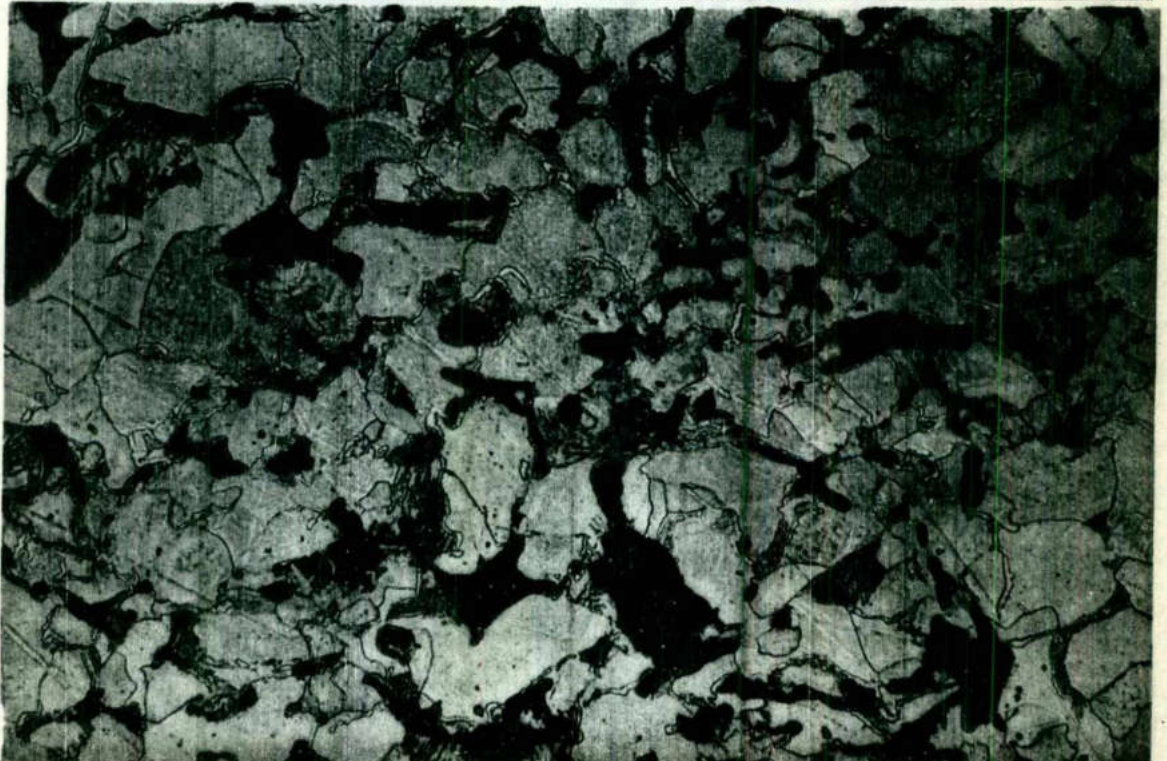


FOTO # 29	TIPO DE MEZCLA: 3 PREPARACION: 11 MIN AUMENTOS: 500X	CONDICION: SINTERIZADO  SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
-----------------	--	---



FOTO # 30	TIPO DE MEZCLA: 5 PREPARACION: 11 MIN AUMENTOS: 200X	CONDICION: SINTERIZADO  SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
-----------------	--	---

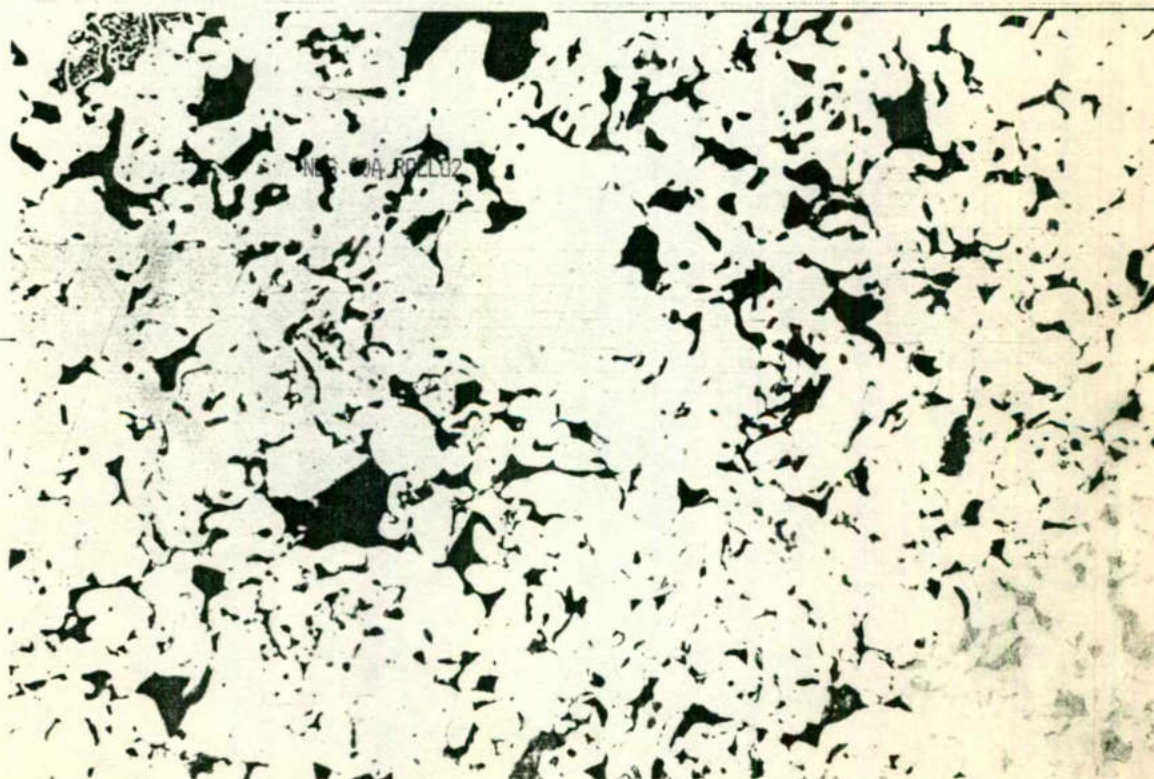


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 5	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 11.5 MIN	
31	AUMENTOS: 200X	SIN ATAQUE: <input type="checkbox"/>

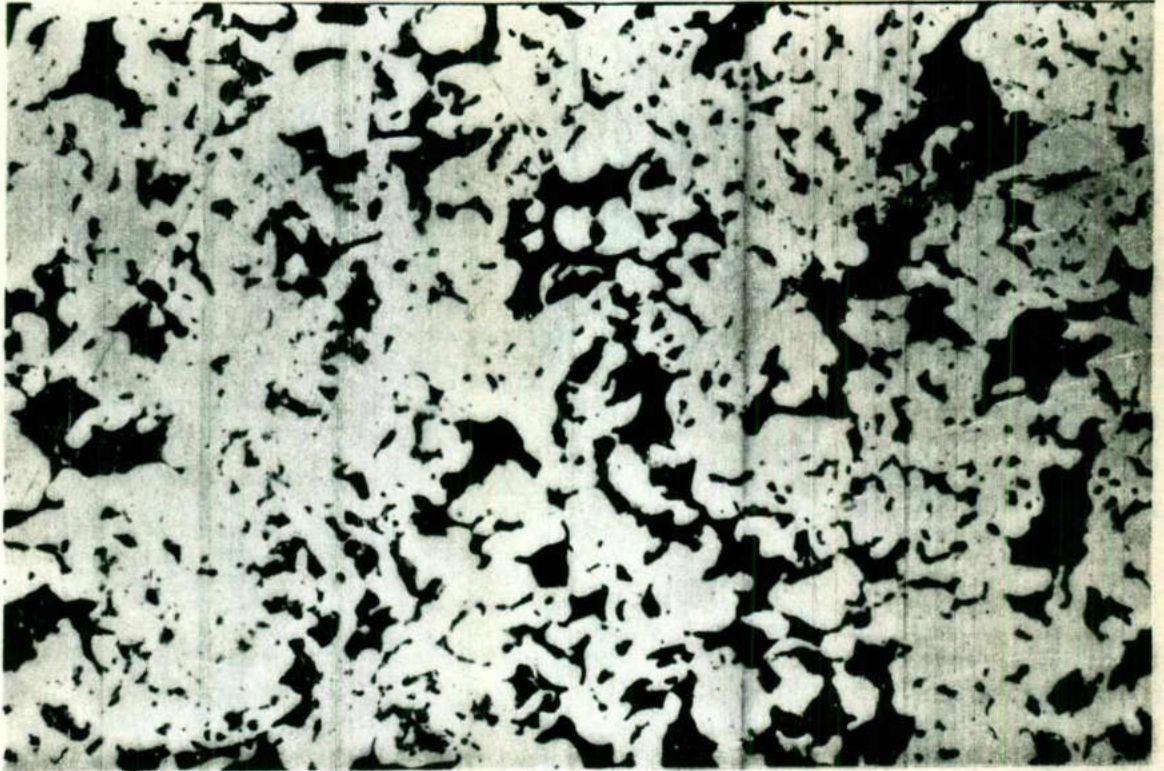


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 5	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 11	
32	AUMENTOS: 200X	CON ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/> NITAL 2%: 5 SEG



FOTO	TIPO DE MEZCLA: 5	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 11.5 MIN	
33	AUMENTOS: 200X	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>



FOTO	TIPO DE MEZCLA: 4	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 11	
34	AUMENTOS: 200X	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>

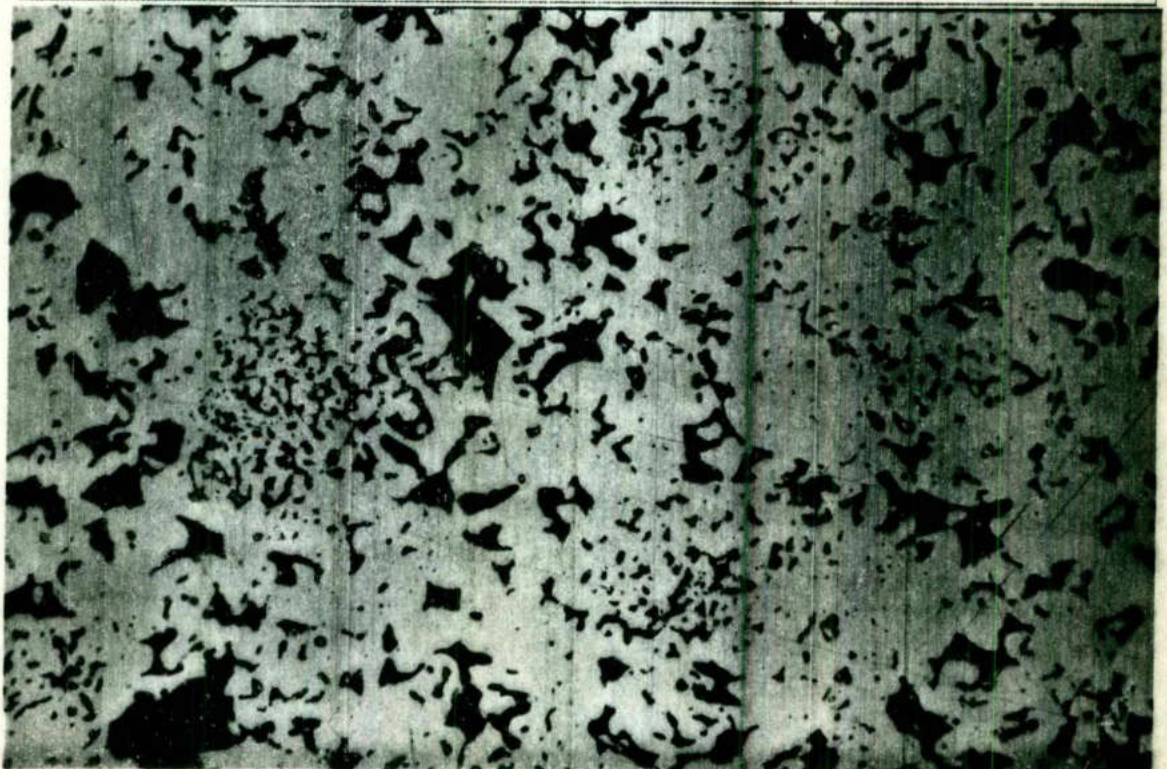


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 4	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 11 MIN	SIN ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
35	AUMENTOS: 500X	

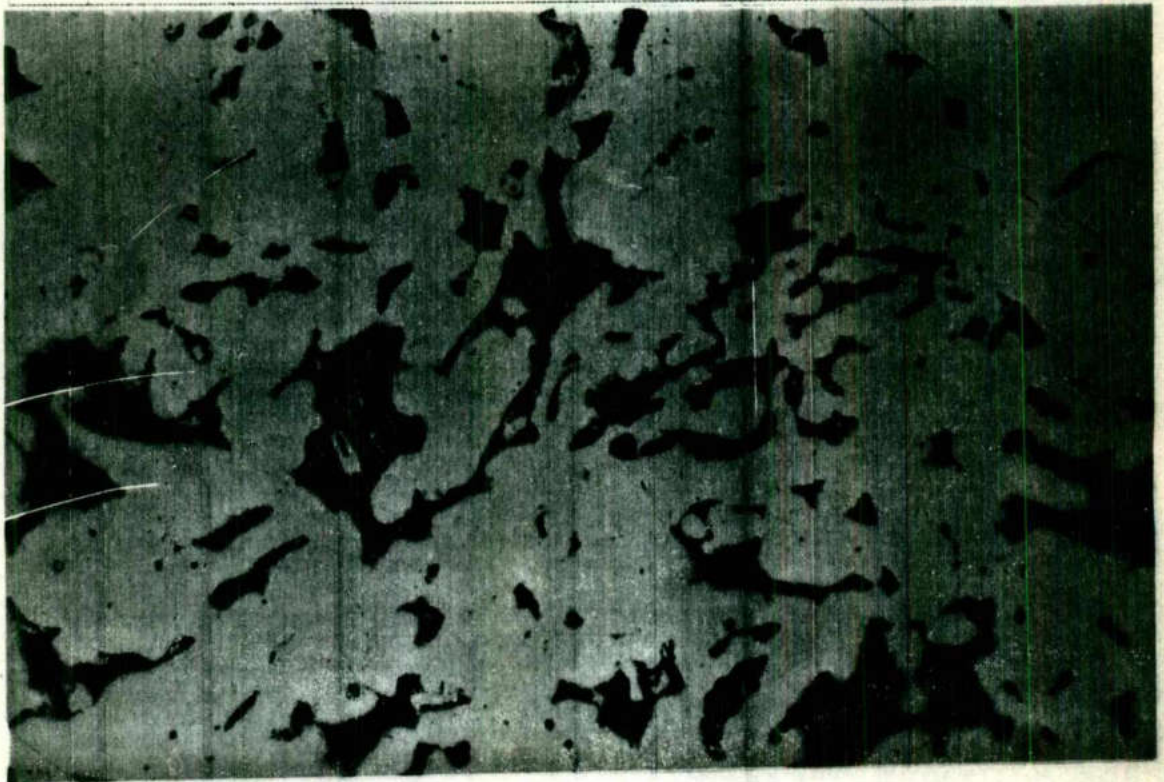


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 4	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 10 MIN	CON ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
36	AUMENTOS: 200X	NITAL 2%: 5 SEG



FOTO	TIPO DE MEZCLA: 4	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 10	
37	AUMENTOS: 500X	CON ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/> NITAL 2%: 5 SEG

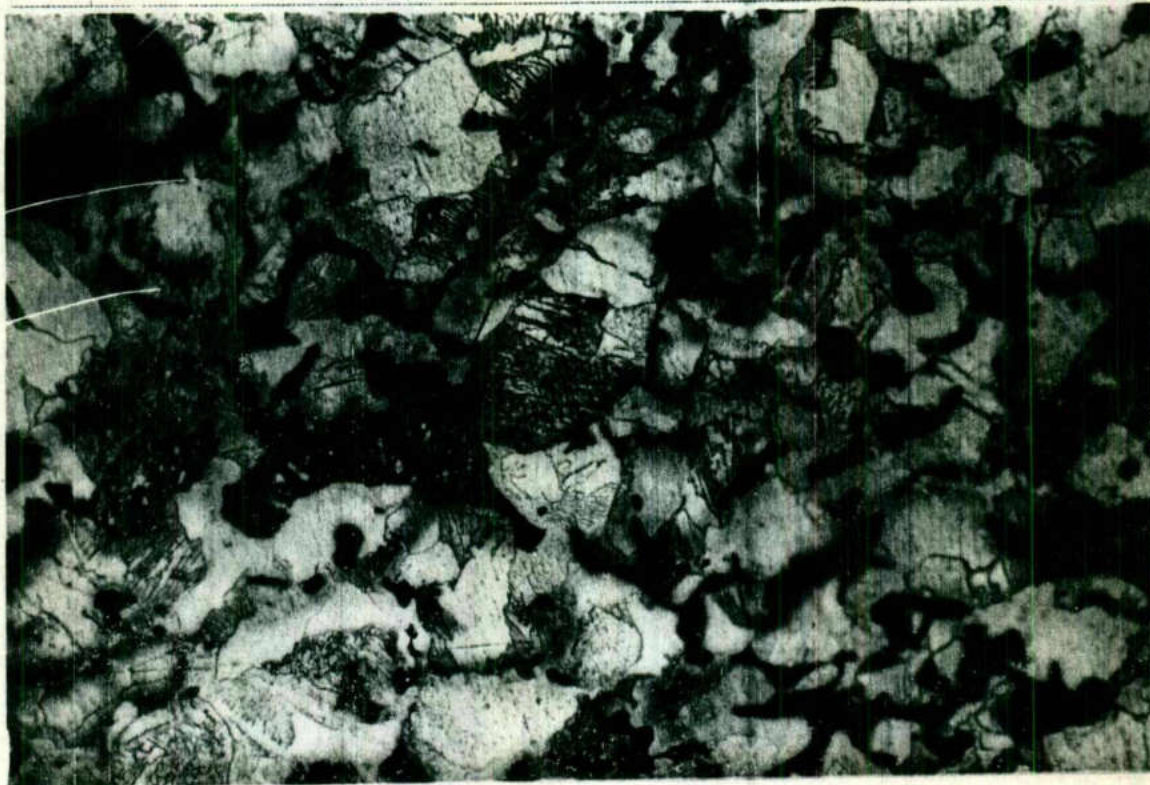


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 4	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 11	
38	AUMENTOS: 200X	CON ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/> NITAL 2%: 5 SEG

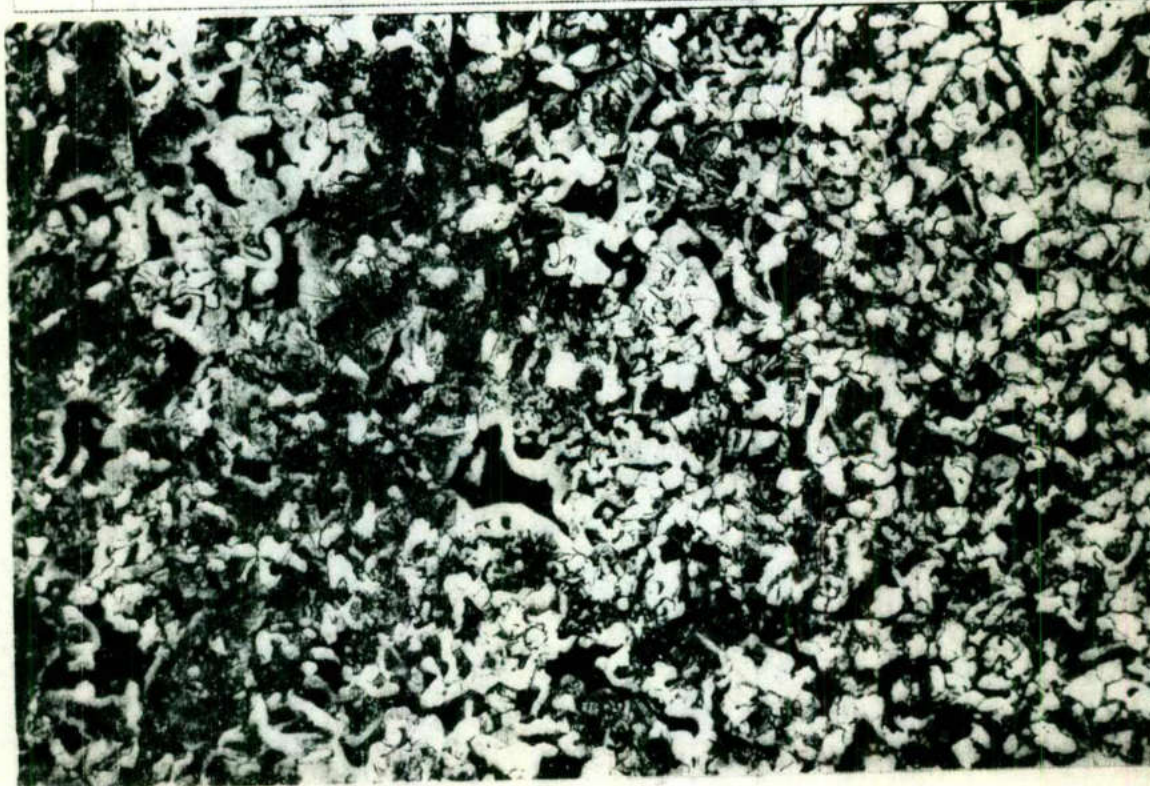


FOTO	TIPO DE MEZCLA: 4	CONDICION: SINTERIZADO
#	PREPARACION: 11	CON ATAQUE: <input checked="" type="checkbox"/>
39	AUMENTOS: 500X	NITAL 2%: 5 SEG



## B I B L I O G R A F I A

- 1.- BERAHA E. AND SHFIGLE B., COLOR METALLOGRAPHY, METALS PARK AMERICAN SOCIETY FOR METALS. U.S.A. 1977.
- 2.- SAMUELS L.E. METALLOGRAPHIC POLISHING BY MECHANICAL METHODS. METALLOGRAPHIC SERIES, STANDARS LABORATORIES, ISAAC PITMAN & SONS LTD., MELBOURNE 1967.
- 3.- BRANDON D.G., MODERN TECHNIQUES IN METALLOGRAPHY. SENIOR SCIENTIST BATELLE MEMORIAL INSTITUTE GENEVA. D. VAN NOSTRAND COMPANY INC.
- 4.- ASM. HANDBOOK COMMITTEE OF METALLURGICAL TERMS AND ENGINEERING TABLES., AMERICAN SOCIETY FOR METALS.
- 5.- PETZOW GUNTER. METALLOGRAPHIC ETCHING. METALLOGRAPHIC AND CERAMOGRAPHIN METHODS FOR REVEALING MICROSTRUCTURE. MAX PLANCK INSTITUTE FOR METALS RESEARCH, INSTITUTE FOR MATERIALS SCIENCE. AMERICAN SOCIETY FOR METALS. STUTTGART, WEST GERMANY, 1978.
- 6.- ASTM E-3, PARTE 31: PHYSICAL AND MECHANICAL TESTING OF METALS. METALLOGRAPHY NONDESTRUCTIVE TESTING FATIGUE, EFFECT OF TEMPERATURE. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS.
- 7.- JOHNSON A. CORNELIUS, METALLOGRAPHY PRINCIPLES AND PROCEDURES, LECO CORPORATION. ST. JOSEPH, MI. U. S. A., 1977.
- 8.- METALS HANDBOOK 8TH EDITION VOLUMEN 8 : METALLOGRAPHY, STRUCTURES AND PHASE DIAGRAMS, ASM HANDBOOK COMMITTEE.
- 9.- METALLOGRAPHY PRINCIPLES AND PRACTICE. VANDER VOORT.
- 10.- MARSDEN JAMES, METALLOGRAPHER HOEGANAES CORPORATION. TECHNICAL BULLETIN, SELECTION AND PREPARATION OF METALLOGRAPHIC SPECIMENS, RIVERTON N.J. U.S.A.
- 11.- KEHL L. GEORGE, THE PRINCIPLES OF METALLOGRAPHIC. LABORATORY PRACTICE. MCGRAW-HILL BOOK COMPANY.
- 12.- CATALOGO DE CONSUMIBLES, BUEHLER ANALYST SECTION 7. MICROSTRUCTURAL ANALYSIS DIVISION. ILLINOIS, U.S.A. 1989.