

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

J. Encarnación V.⁽¹⁾, J. Peña E.⁽²⁾

Facultad de Ingeniería Mecánica y Ciencias de la Producción⁽¹⁾⁽²⁾

Escuela Superior Politécnica del Litoral (ESPOL)⁽¹⁾⁽²⁾

Campus Gustavo Galindo, Km 30.5 vía Perimetral⁽¹⁾⁽²⁾

Apartado 09-01-5863. Guayaquil, Ecuador⁽¹⁾⁽²⁾

jencarna@espol.edu.ec⁽¹⁾, jpena@espol.edu.ec⁽²⁾,

Resumen

El presente trabajo trata sobre la construcción de una infraestructura básica para el Laboratorio de Materiales de la Facultad de Ingeniería Mecánica, que permita a los estudiantes poder realizar prácticas metalográficas sobre metalografía de campo mediante el uso de réplicas, en base a un manual que se elaboró siguiendo ciertos estándares internacionales. La técnica de réplica se basa en la utilización de ciertos polímeros (acetatos de celulosa), los cuales tienen excelentes propiedades: Alta resolución, alta reproducibilidad, tiempo corto de replicado, etc, capaces de reproducir copias (réplicas) de la microestructura de un material metálico. Los resultados obtenidos de la aplicación de la técnica de metalografía mediante réplicas en comparación con las técnicas de microscopio portátil y microscopio metalográfico de laboratorio (instrumento patrón), mostraron que con las réplicas se obtienen buenas resoluciones y reproducciones de las microestructuras a bajas magnificaciones hasta 200X, se minimiza el tiempo de trabajo entre un 60% y un 56% del tiempo del ensayo que con un microscopio portátil, se requiere menos personal humano y económicamente a largo plazo es una técnica que genera gastos en comparación con el microscopio portátil.

Palabras claves: Metalografía de campo, réplicas, resolución, reproducibilidad, microestructura.

Abstract

This paper deals with the construction of a basic infrastructure for Mechanical Engineering Faculty Materials Laboratory, which allows students to perform metallographic practices on field metallography using replicas, based on a manual was developed following certain international standards. Replica technique is based on the use of certain polymers (cellulose acetates), which have excellent properties: High resolution, high reproducibility, replicated short time, etc., and capable of reproducing copies (replicas) of the microstructure of a metallic material. The results obtained applying the replica technique compared using portable microscope and laboratory metallographic microscope techniques, showed replicas produce good resolutions and reproductions of microstructures at low magnifications up to 200X, minimize the working time between 60% and 56% the trial time than a portable microscope, require less human personnel and at long-term replicas are a technique that generates expenses compared to portable microscope economically.

Key words: Field metallography, replicas, resolution, reproducibility, microstructure.

1. Introducción

En la actualidad existe la necesidad de poder llevar a cabo un mantenimiento predictivo, evaluando a nivel microestructural el estado de las instalaciones mecánicas en las industrias, en especial cuando están cercanas a cumplir su vida útil. Con mucha más razón aún, cuando se han producido fallas en los componentes mecánicos y existe la necesidad de realizar un estudio de análisis de fallas. Es por este motivo, la importancia de realizar réplicas metalográficas mediante láminas de acetato ya que es un material que tiene excelentes propiedades: Alta resolución, alta reproducibilidad, tiempo corto de replicado y buenas propiedades físicas y mecánicas para poder ser preparadas (metalizadas) por deposición en vacío de sustratos [9].

La optimización del tiempo de trabajo en aplicaciones donde se puede realizar pulido y ataque electrolítico, la disminución de los tiempos de exposición en ambientes peligrosos y desagradables y buenas resoluciones y reproducciones de las microestructuras, entre otras características son las ventajas que se pueden obtener mediante el uso de las réplicas [2].

1.1. Objetivo

Objetivo general, la construcción de una infraestructura básica para realizar metalografía de campo mediante réplicas. Objetivos específicos son: Permitir que los estudiantes de Ingeniería Mecánica puedan tener una preparación académica más profunda en el área de metalurgia en el análisis a nivel microestructural, realizando prácticas metalográficas y haciendo uso de cada una de las normas necesarias para la realización de metalografía de campo. Permitir a los estudiantes desarrollar destrezas, habilidades en técnicas de pulido, ataque electrolítico y en manipulación de réplicas metalográficas.

2. Montaje de la infraestructura

2.1. Materiales

Desbaste grueso. En esta operación se utilizarán la amoladora con disco para desbaste y los papeles abrasivos de carburo de silicio #60, #80, #120 [4].

Desbaste fino. Para esta operación se utilizarán los papeles abrasivos de carburo de silicio #220, #320, #400, #600 [4].



Figura 1. Lijas acopladas al equipo transpol-2 para desbaste fino



Figura 2. Equipo portátil transpol-2 para desbaste y pulido

Pulido fino electrolítico. En esta operación se utilizará una celda electrolítica compuesta por los siguientes componentes: Una fuente de energía portátil con voltaje continuo regulable hasta 30 voltios y capacidad hasta 5 A de corriente continua, un electrodo con punta semiesférica de cobre, de radio 16 mm, que es el cátodo, la pieza de trabajo (tubería) que es el ánodo y un electrolito, que según el material (especificación ASTM A106 Grado B) que se desea electropulir, se empleará la siguiente fórmula química según la norma ASTM E1558: Ácido perclórico al 60%, 6 ml diluido en ácido acético glacial 94 ml, total 100 ml de electrolito [5].



Figura 3. Celda electrolítica para realizar electropulido

Revelado de la microestructura. En esta operación se prepararán una variedad de atacantes según el estándar ASTM E407, a los cuales según lo que establezca el estándar se les aplicará o no, un potencial eléctrico por medio de una fuente de alimentación de corriente continua; que permitirán realizar el revelado de la microestructura general del material que es un acero ASTM A106 Grado B; el cual es un acero de baja aleación, bajo contenido de carbono y resistente a altas temperaturas [6].

Tabla 1. Atacantes para el revelado de la microestructura de acero astm a106 grado b

METAL	Nº ATACANTE	COMPOSICIÓN	USO	PROCEDIMIENTO
Alación de Fe: Fe + <1C + <4% elementos aleantes	74a	1-5 ml HNO ₃ , 100 ml etanol 95% o metanol 95%	Revela estructura general	La velocidad de ataque aumenta, la sensibilidad disminuye con alto porcentaje de HNO ₃ . Sumergir pocos segundos hasta 1 min.
Aceros de alta temperatura	97	45 gr NaOH, 60 ml agua	Revela estructura general	Para ataque electroquímico, mantener tensión a 2.5 V por pocos segundos. Tíñe las fases α y γ de amarillo a café rojizo, la ferrita de gris a gris azulado.

Obtención de la metalografía. En esta etapa se utilizará un kit para realizar transcopias. Se tomarán réplicas metalográficas en láminas de acetato con soporte de aluminio [14].



Figura 4. Réplicas metalográficas^(*)

2.2. Metodología

Se realizó ensayos de metalografía de campo (ensayos no destructivos) a una muestra de tubería de GLP con especificación ASTM A106 Grado B mediante el uso de las dos técnicas siguientes: Por réplicas metalográficas y por microscopio portátil. Se procedió de la siguiente manera:

Preparación de la muestra metalográfica. Se procedió a realizar un desbaste grueso a la muestra. Para lo cual se utilizó una herramienta eléctrica: Una amoladora con un disco de desbaste. Se hizo una remoción de material de la

superficie de la muestra de aproximadamente 1 mm para poder llegar a la microestructura real del material. Luego, se utilizó un equipo portátil (TRANSPOL-2) para realizar desbaste con papel abrasivo de carburo de silicio de malla 120 unido a un disco de caucho por medio de un adhesivo: Cemento de contacto. La velocidad de rotación del equipo se la reguló a 300 RPM. Durante esta operación con este equipo se tuvo el cuidado de ejercer una leve presión, para no introducir rayas o nuevos defectos a la microestructura de tal manera que los defectos mínimos que se pudieran introducir, pudieran ser eliminados en la siguiente etapa de desbaste fino [8].

Se realizó un desbaste fino, con lo cual se eliminó una parte de la deformación introducida a la microestructura durante la operación de desbaste grueso. Aquí se utilizó el equipo portátil (TRANSPOL-2) de desbaste con papeles abrasivos de carburo de silicio de mallas: 220, 320, 400 y 600; unidos de igual manera a unos discos de caucho por medio de un adhesivo. La velocidad de rotación del equipo se la mantuvo a 300 RPM y se aplicó una presión leve, tratándose de eliminar las rayas y defectos producidos en la operación de desbaste grueso [8].



Figura 5. Desbaste fino con equipo portátil

Para la operación de electropulido, se preparó una solución de electrolito de 100 ml: 6 ml de ácido perclórico al 60% diluido en 94 ml de ácido acético glacial. Se procedió a la preparación del tampón: Se adhirió al tampón (punta semiesférica de cobre) una envoltura absorbente compuesta por una capa de esponja del orden de algunos milímetros de espesor y por una capa de paño de mesa de billar. Teniendo los materiales y el equipo puesto a punto, se procedió a armar la celda electrolítica. El ánodo de la fuente de poder se conectó a la muestra (tubería), teniendo en cuenta de realizar

^(*) Struers Transcopy Kit

un buen contacto. Para esto, se limó una parte de la tubería para remover el óxido y ya libre de óxidos, se agarró con el terminal lagarto a la tubería. El electrodo (tampón) se conectó al cátodo de la fuente de poder. Se procedió a regular la tensión para electropulido en la fuente de poder a 20 voltios y se realizó la operación de electropulido, haciendo remojar el tampón en la solución de electrolito y luego haciendo contacto con la muestra, cerrándose así el circuito. Se controló el tiempo de electropulido por 5 minutos, éste valor fue obtenido de las tablas de pulido electrolítico para un material acero al carbono según el estándar ASTM E1558 [5].



Figura 6. Pulido electrolítico a tubería de glp

Ataque electrolítico. En esta operación no se requirió bajar el potencial eléctrico de electropulido al 10% para realizar ataque electrolítico, puesto que el electrolito con el que se trabajó, produjo los dos efectos (pulido y ataque electrolítico) simultáneamente durante la operación de electropulido.

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

Obtención de la microestructura por réplicas metalográficas. Para la toma de las réplicas, se procedió a la ejecución de los pasos establecidos en las instrucciones del kit de réplicas Struers:

Una vez que se obtuvo la superficie de la muestra pulida y atacada, con la pipeta se procedió a aplicar 2 gotas de líquido transcopy sobre la laminilla de réplica y se dejó que el líquido fluyera alrededor sobre la laminilla de tal modo que se distribuyera uniformemente; evitando humedecer el auto adhesivo de atrás.

Se esperó un tiempo de unos 4 a 5 segundos para lograr una reacción entre el líquido transcopy y la laminilla de acetato; evitando la evaporación completa del líquido transcopy.

Se presionó la laminilla duro con el dedo pulgar por 30 segundos contra el área de la muestra atacada.

Se esperó entre 4 a 5 minutos y se procedió a quitar cuidadosamente la laminilla con la réplica de la muestra.

Se quitó el adhesivo de atrás de la laminilla y se procedió a adherir la laminilla con la réplica a un portamuestra para poder ser observada en el microscopio metalográfico de laboratorio [14].



Figura 7. Obtención de microestructuras con láminas de acetato struers

Obtención de la microestructura por microscopio metalográfico portátil. Una vez que se obtuvo la superficie de la muestra pulida y atacada, se procedió a hacer la observación de la microestructura con un microscopio metalográfico portátil de marca ALLRING. La observación se la realizó a diferentes magnificaciones: A 100X, 200X y 400X.

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



Figura 8. Obtención de imagen digital de la microestructura

3. Análisis de resultados.

A continuación se muestran las metalografías obtenidas al utilizar las técnicas de análisis metalográfico (ensayo destructivo) y metalografía de campo (ensayo no destructivo):

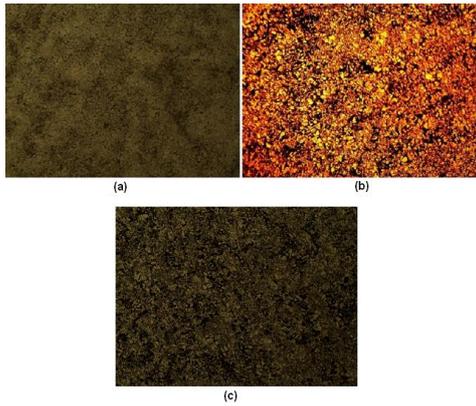


Figura 9. Metalografías a 100x: (a) réplica en acetato struers; (b) microscopio portátil; (c) microscopio metalográfico en laboratorio

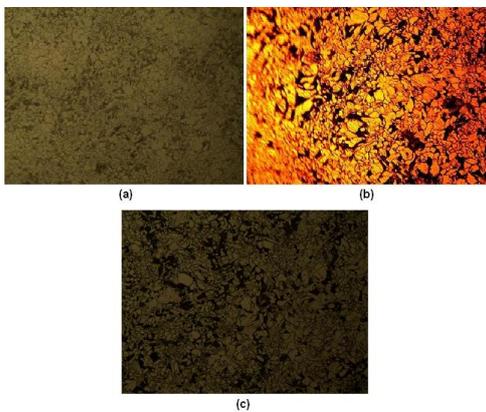


Figura 10. Metalografías a 200x: (a) réplica en acetato struers; (b) microscopio portátil; (c) microscopio metalográfico en laboratorio

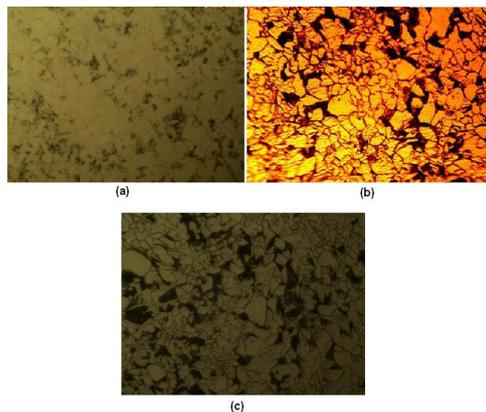


Figura 11. Metalografías: (a) réplica en acetato struers 500x; (b) microscopio portátil 400x; (c) microscopio metalográfico en laboratorio 500x

Los resultados obtenidos se resumen en la tabla 2, en donde las variables que se analizaron fueron: El tiempo de trabajo empleado en cada técnica y la resolución y reproducibilidad de la microestructura obtenida en cada técnica.

Tabla 2. Tabla de resultados de las técnicas de metalografía

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

4. Conclusiones y recomendaciones

Conclusiones. Acorde al objetivo planteado en este trabajo, se deja montada una infraestructura básica para realizar metalografía de campo que posibilitará a los estudiantes de Ingeniería Mecánica desarrollar destrezas, habilidades en técnicas de pulido, ataque electrolítico y otras técnicas de metalografía de campo.

Si bien es cierto las réplicas son técnicas desarrolladas hace algún tiempo atrás, no dejan de ser útiles si las comparamos con otras técnicas de campo. Siendo una de sus bondades que captura una imagen, que por otros métodos no puede ser obtenida; siendo su ventaja que esta imagen se la puede observar y analizar cuantas veces sea necesario en un microscopio de laboratorio.

Otro beneficio de esta técnica, es que el acetato de la muestra viene metalizado en Aluminio de fábrica, lo que permite al usuario hacer la observación directamente en el microscopio, sin pasos preliminares. En el evento de tener un acetato diferente implicará un proceso posterior de metalización a nivel de laboratorio lo que no todos los usuarios lo pueden hacer. Y esto es una gran desventaja al usuario.

En sitios de difícil acceso y en condiciones adversas y de peligro: Trabajo en altura y áreas confinadas, las réplicas tienen una gran ventaja en cuanto al tiempo de utilización. Se minimiza el tiempo de trabajo entre un 60% y un 56% del tiempo del ensayo que con un microscopio portátil.

Económicamente, las réplicas a largo plazo generan gastos si se lo compara con los costos de tener una infraestructura con microscopio portátil, cámara y laptop; pero en compensación, su uso genera otros beneficios, por ejemplo: Se requiere menos personal humano, se ahorra tiempos de trabajo.

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

Recomendaciones. Para futuros trabajos de tesis de grado y de investigación, sería interesante construir un equipo de metalización en vacío para crear técnicas alternativas que permitan realizar observaciones metalográficas

en campo y prescindir de estas réplicas que fueron empleadas en este proyecto.

Adquirir acetatos de celulosa de diversos espesores para realizar ensayos de replicado, utilizando técnicas de contraste por metalizado (sublimación en vacío) ó de aplicación de pinturas negras, tal como se especifica en el estándar ASTM E1351, literal 8.1. Esto permitirá realizar un análisis comparativo de los resultados que se obtengan y determinar cuál es la mejor técnica de contraste.

En caso de requerirse realizar estudios más profundos de los detalles de las microestructuras, se sugiere analizar las réplicas utilizando técnicas de microscopía electrónica de barrido ya que se logra obtener altas magnificaciones de la imagen hasta 5000X. Habrá que cumplir con lo establecido en el estándar ASTM E 1351, literal 5.3, que la microestructura tomada en la réplica deberá ser mayor a 0.1 μm y el metalizado deberá realizarse con Oro preferentemente.

En caso de requerirse disminuir el tiempo de trabajo de electropulido, rediseñar la fuente de alimentación rectificadora al doble de potencia de la actual a 300 Watt. Se sugiere una fuente rectificadora trifásica, de onda completa con puente rectificador.

Realizar de ser posible, cursos de capacitación para conocer más acerca del uso y las ventajas de las réplicas metalográficas.

5. Agradecimientos

Al Ing. Julián Peña Estrella. Por su valiosa colaboración en este proyecto de investigación. Al Sr. Marco Rojano perteneciente al Área de Materiales de la FIMCP – ESPOL por su valiosa ayuda. Y al Dr. David Choez encargado de Laboratorio del Instituto de Ciencias Químicas I.C.Q - ESPOL por su ayuda y colaboración en este trabajo.

6. Referencias

- [1] ASM Metals Handbook, “Metallography and Microstructures”, Volume 9, (1992), pp. 53-55, 72-75, 85.
- [2] ASM Metals Handbook, “Nondestructive Evaluation and Quality Control”, Volume 17, (1989), pp. 52-56.
- [3] ASM Metals Handbook, “Fatigue and Fracture”, Volume 19, (1991), pp. 453-456.
- [4] USA, ASTM International, “Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens”, E 3, (2001), pp. 5-7.
- [5] USA, ASTM International, “Standard Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens”, E 1558, (1999), pp. 1-9.

- [6] USA, ASTM International, “Standard Practice for Microetching Metals and Alloys”, E 407, (1999), pp. 1-14.
- [7] USA, ASTM International, “Standard Practice for Production and Evaluation of Field Metallographic replicas”, E 1351, (2001), pp. 2-4.
- [8] Montero Ricardo, “Curso de Réplicas Metalográficas”, el 15 de 01 de 2013, disponible en <http://www.emagister.com>
- [9] Ecuador, Salazar Rodriguez William Vidal. “Estudio de Factibilidad en Técnicas No Destructivas para realizar Metalografía en Campo de Componentes Estructurales: Réplicas Metalográficas y Microscopio Portátil”, Tesis de Ingeniería, ESPOL, Facultad de Ingeniería Mecánica, (2010).
- [10] Raúl Coltters, “Fatiga con Corrosión”, el 03 de 01 de 2013, disponible en <http://www.analisisdefractura.com>
- [11] CNEA, “Consideraciones a tener presente en la Estimación de Vida Residual de Componentes de Aceros de Altos Requerimientos Tecnológicos”, el 04 de 01 de 2013, disponible en <http://www.aaende.org>
- [12] Ernesto Germán Porras, Sara Rodríguez Pulecio y John Jairo Coronado, “Análisis de la Fractura de una Biela de Compresor de Refrigeración”, Ingeniería e Investigación, Volumen 30, (2010), el 03 de 01 de 2013, disponible en <http://www.scielo.org>
- [13] Scielo Nucleus, “Tendencias Actuales para determinar la Degradación de los Materiales Metálicos de Componentes Industriales”, el 03 de 01 de 2013, disponible en <http://scielo.sld.cu>
- [14] Struers, “Repliset/Replifix Brochure”, el 15 de 01 de 2013, disponible en <http://www.struers.dk>
- [15] TUV Industrie Service GmbH, “Metallographic Replicas and Creep Strain Measurement for Lifetime Assessment at High Temperature Components”, el 04 de 01 de 2013, disponible en <http://www.sme-gtz.org>
- [16] Universidad Nacional de Jujuy, “Trabajo Práctico Análisis de Fallas e Integridad de Equipos Industriales”, el 04 de 01 de 2013, disponible en <http://www.campus.fi.unju.edu>