

Unidad 3

ESTRUCTURA DE LOS MATERIALES

1 PRESENTACION

En los ensayos de tracción, fluencia, etc. descritos, podemos obtener unos índices de comportamiento del material que pueden ser aplicados tanto a:

- a) La selección del material.
- b) El cálculo de la pieza.
- c) El diagnóstico del comportamiento en servicio.

Sin embargo, aquellos ensayos macroestructurales no permiten justificar las causas del comportamiento del material, profundizar en las causas del deterioro o fallo. Se requieren herramientas de análisis de la constitución del material a niveles que requieren la observación a mayores resoluciones permitidas por el ojo humano, con el objetivo de encontrar las causas que justifican el comportamiento resistente de las piezas.

Los métodos de laboratorio para el análisis microestructural que se disponen, son:

- a) Análisis químico general del material.
- b) Análisis metalográfico, con observación por microscopio óptico o, alternativamente, por microscopio electrónico de barrido (MEB).
- c) Análisis químico de componentes microestructurales, bien por métodos químicos de fluorescencia de rayos X, o bien por energías dispersivas (EDS).
- d) Dureza y microdureza.
- e) Análisis de las estructuras cristalinas e identificación de fases por métodos de difracción de rayos X.

El objetivo principal es, por tanto, **identificar la microestructura de los materiales** y conocer las técnicas que lo facilitan, recordando **los fundamentos de la estructura cristalina metálica, naturaleza y propiedades**. Esta identificación comprenderá, de una parte, la de las propias redes cristalográficas, característica biunívoca de cada compuesto o fase simple, por las **técnicas de difracción de rayos X** y de otra parte, la identificación de las características resistentes intrínsecas de cada fase o compuesto a través de los **ensayos de microdureza**.

2 FUNDAMENTOS DE LA METALOGRAFIA Y MATERIALOGRAFIA

Un material metálico examinado a nivel de microscopía óptica o electrónica, menor de 5000 aumentos, no es un medio continuo sino un ensamblado de compuestos químicos, de tipo iónico, y fases, soluciones sólidas metálicas, que se asemeja a un empedrado rústico de sillería. *Puede definirse la Metalografía como la técnica que revela la organización espacial de fases y compuestos que conforman un material metálico.*

A partir de su propia definición, la Metalografía puede resolver:

- a) Los diversos compuestos y fases.
- b) Las diferentes formas y tamaños que adoptan en la estructura.
- c) Las diversas configuraciones entre las fases y compuestos.

2.1 ANALISIS DE LA TECNICA METALOGRAFICA

Los ensayos metalográficos requieren la ejecución de las etapas siguientes:

- a) Selección de la muestra.
- b) Preparación de las probetas.
- c) Observación de las probetas.
- d) Tratamiento de la información.

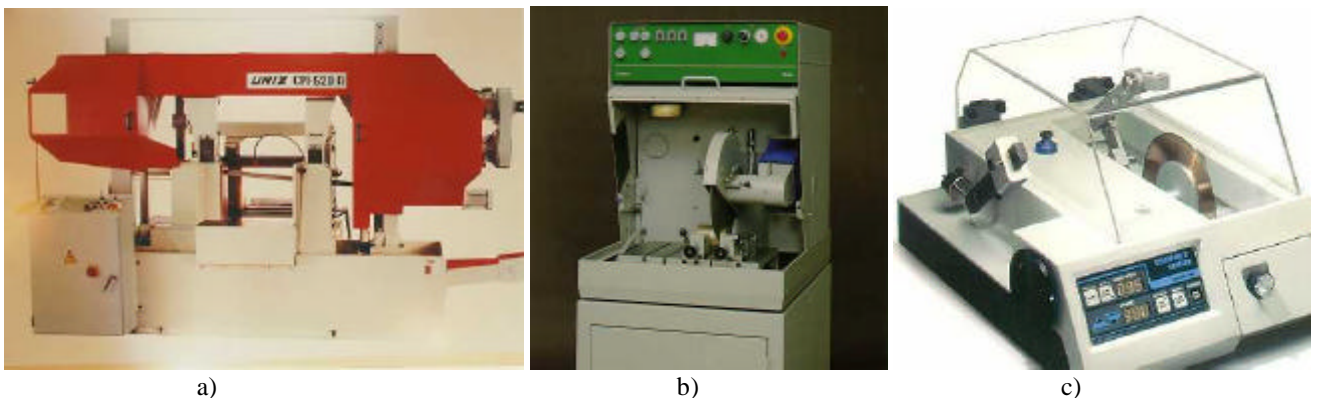


Figura 3.1. Equipos de corte: a) sierra alternativa, b) tronzadora, y c) equipo de corte de precisión con disco.

La **SELECCION DE LA MUESTRA** reúne tanto su dimensionamiento como la ubicación de las probetas y es función del objetivo de la investigación o control de calidad. La muestra escogida debe satisfacer las condiciones de amplitud y representatividad estadística si corresponde a un control rutinario, la selección es por métodos aleatorios. Si, por el contrario, se

investiga la causa de un fallo, la probeta debe ser tan próxima como se pueda a su hipotético origen. La probeta puede tener cualquier forma y dimensiones aunque tendrá que adecuarse con medios técnicos para facilitar su manipulación posterior.



Figura 3.2. Cortadoras de precisión de hilo diamantado.

La **EXTRACCION DE LA PROBETA** desde la pieza, o producto a ensayar, se realiza mediante corte, manual o con equipo especializado, tronzadora. En cualquier caso debe evitarse cualquier posible calentamiento pues podría modificar el estado del material a ensayar.

La etapa de **PREPARACION DE LA PROBETA** corresponde a un proceso de trabajo ejecutado sobre la misma, que ha de permitir la observación de las peculiaridades de la estructura investigada,

por medio del microscopio.

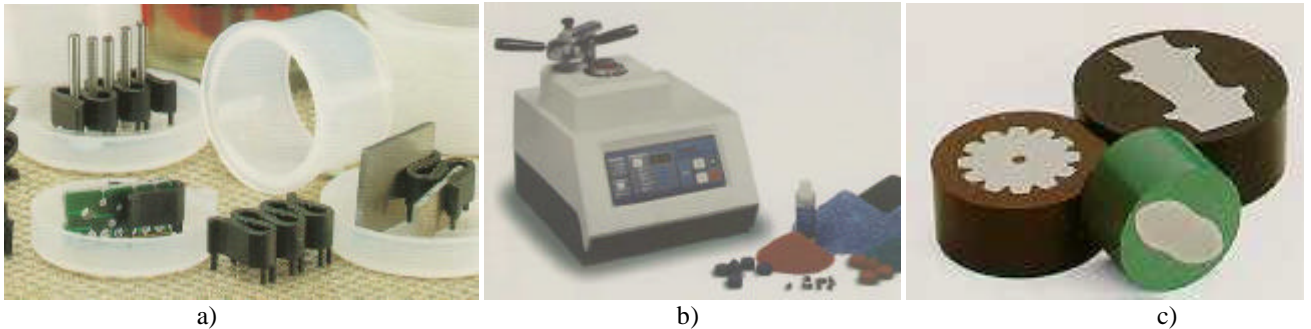


Figura 3.3 Preparación de probetas metalográficas. a) fijación de muestras, b) equipo de embutición en caliente, y c) muestras embutidas.

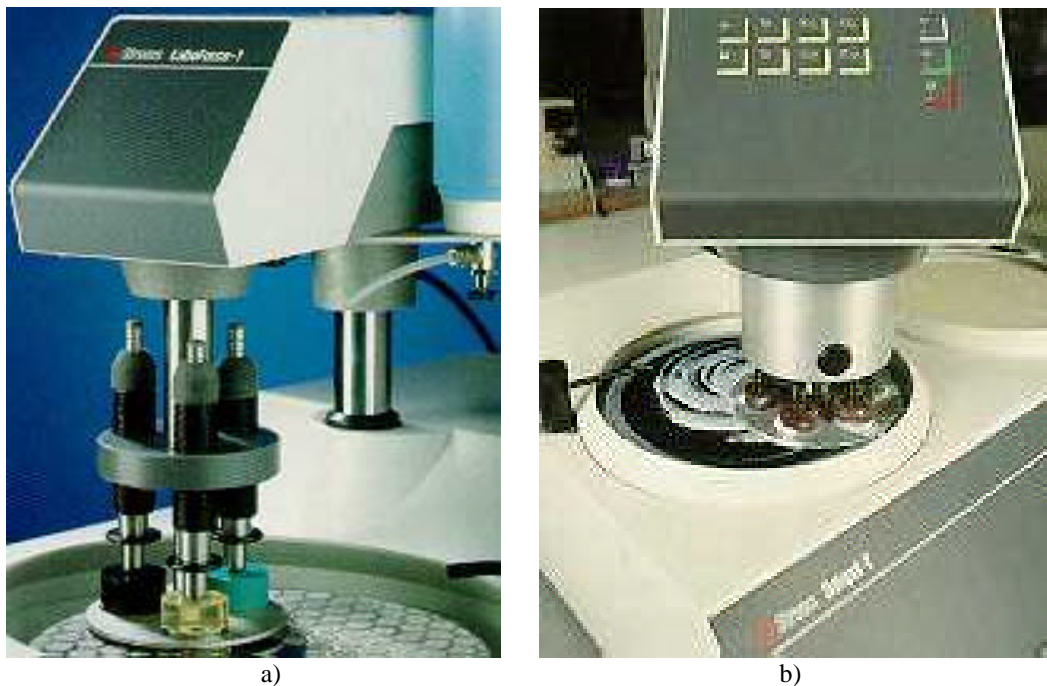


Figura 3.4. a) Equipo de desbaste mediante disco abrasivo, y b) Equipo de pulido semiautomático con pasta de alúmina.

Existen dos modos principales de preparación: a) por vía química y b) por vía electrolítica. Ambos métodos serán desarrollados minuciosamente en las experiencias de esta unidad. En ambos casos puede requerirse el montaje de la probeta metálica sobre un soporte plástico, conseguido por proceso de embutición a baja temperatura en una prensa hidráulica.

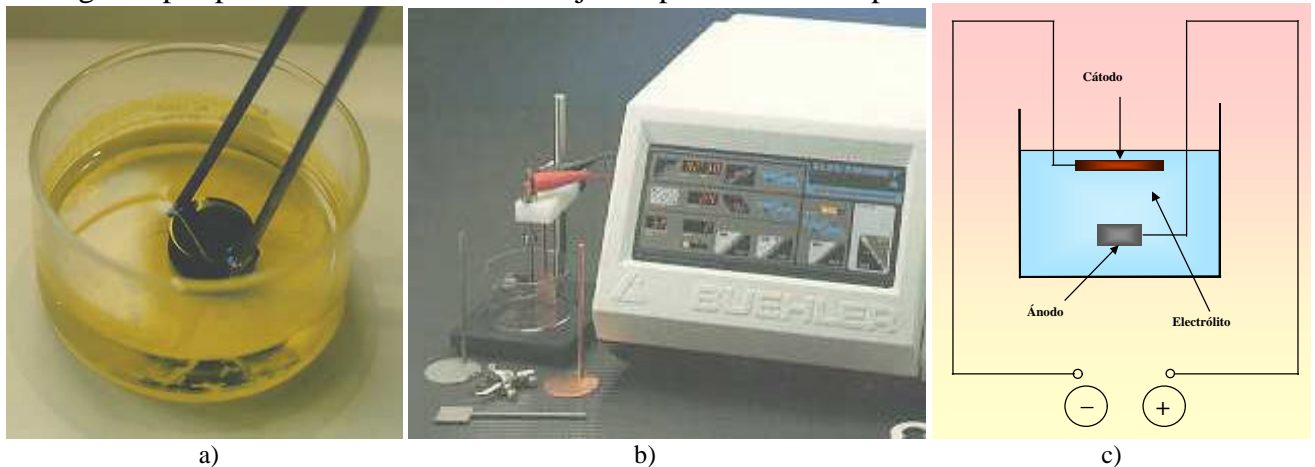


Figura 3.5. a) Ataque químico por inmersión. b) Equipo de pulido y ataque electrolítico, y c) esquema de funcionamiento del ataque electrolítico.

La etapa de **OBSERVACION MICROSCOPICA** corresponde al análisis propiamente dicho de la imagen resuelta bien en el microscopio óptico metalúrgico o bien en el electrónico de barrido.

2.2 EL MICROSCOPIO OPTICO METALURGICO

En comparación con uno de tipo biológico, el microscopio metalúrgico difiere en la manera en que la muestra es iluminada. Como una muestra metalográfica es opaca a la luz, la misma debe ser iluminada por luz reflejada. Como se observa en la figura 3.6, un haz de luz horizontal, de alguna fuente de luz, es reflejado por medio de un reflector de vidrio plano, hacia abajo a través del objetivo del microscopio sobre la superficie de la muestra.

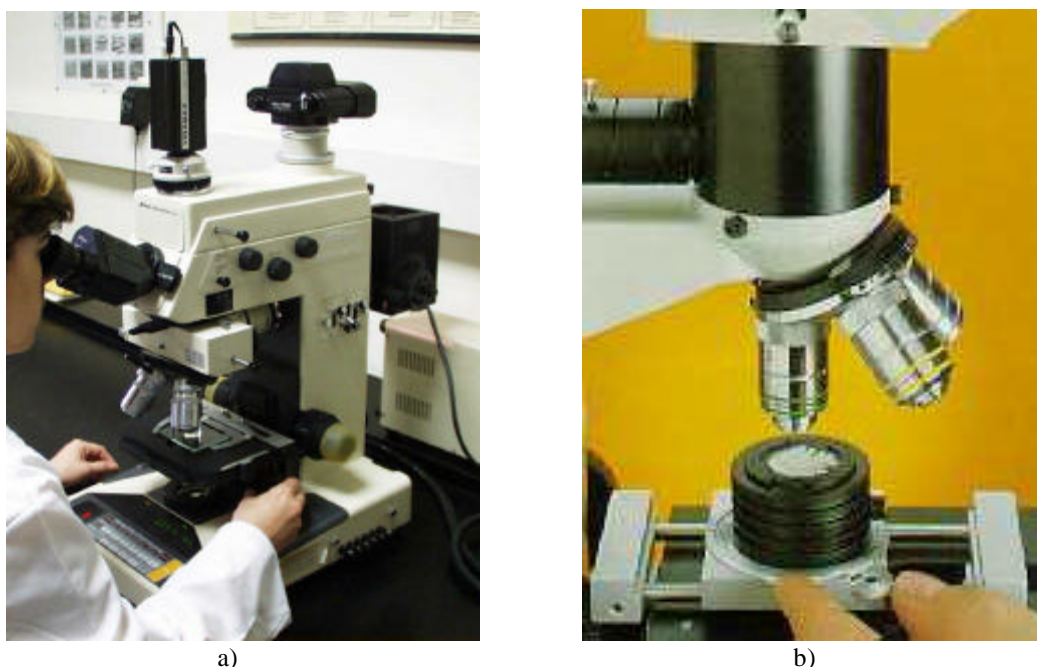


Figura 3.6. a) Fotomicroscopio metalúrgico, y b) detalle de la colocación de la muestra en el portamuestras.

Un poco de esta luz incidente reflejada desde la superficie de la muestra se amplificará al pasar a través del sistema inferior de lentes, el objetivo, y continuará hacia arriba a través del reflector de vidrio plano; luego, una vez más lo amplificará el sistema superior de lentes, el ocular.

- a) **AUMENTOS.** Se denomina aumento del microscopio (A_m) a la relación sobre el tamaño de la imagen y el del objetivo.

$$A_m = (D_1/D_2) M_1 M_2 \quad (3.1)$$

en donde:

D_1 = distancia entre el ocular y la pantalla de protección,

D_2 = distancia entre el ocular y objetivo,

M_1 = aumento propio del ocular,

M_2 = aumento propio del objetivo,

- b) **PODER DE RESOLUCION.** Se define como *la capacidad de un objetivo para producir imágenes separadas y distintas de dos detalles del objeto muy próximos*. Es función directa de la longitud de onda, λ , de la luz incidente e inversa del índice de refracción del medio, n , y del ángulo de semiapertura de la lente objetivo, u . Para el caso de haz incidente ancho paralelo en el objeto, se cumple la expresión:

$$d = \frac{\lambda}{2 n u} \quad (3.2)$$

en donde las unidades de d son las mismas que las de λ .

En la microscopía óptica suele emplearse tipos de iluminación distintos de la luz blanca, y aunque no aportan mayor resolución si permiten facilitar la separación de los incidentes observables. Citamos entre ellos:

- Campo oscuro.
 - Luz polarizada.
 - Técnica de Nomarsky.
- c) **PROFUNDIDAD DE CAMPO, e ,** también denominada penetración o resolución vertical del objetivo, es la capacidad de dar imágenes nítidamente enfocadas, cuando la superficie del objeto no es completamente plana. La profundidad de campo es inversamente proporcional a los aumentos propios del objetivo, M_2 , al índice de refracción, n , del medio y al ángulo de semiapertura del objetivo, u , es decir:

$$e = f \left(\frac{\lambda}{M_2 n u} \right) \quad (3.3)$$

2.3 MICROSCOPIO ELECTRONICO DE BARRIDO (MEB)

El microscopio electrónico puede aumentar el poder de resolución utilizando la onda asociada al haz corpuscular homocinético producido por los electrones acelerados en un campo eléctrico, cuya longitud de onda viene expresada por $\lambda = h/m v$, siendo h la constante de

Planck, m la masa del electrón, y , v la velocidad del mismo.

El valor de λ varía con la tensión de aceleración electrónica aplicada. Para una tensión de 50 KV, este valor es de 0.055 Å; para una tensión de 100 KV es de 0.0387 Å, y cuando la tensión es de 10^6 voltios, caso excepcional, $\lambda = 0.0123$ Å.

Para casos extremos de la microscopía óptica, donde $n = 1.9$, $\lambda = 4000$ Å y $u = 72^\circ$, llegamos a un poder de resolución máximo del orden de 0.15 micras. En microscopía electrónica, el poder de resolución puede alcanzar actualmente 5 e incluso 3 Å, aunque viene limitado por el pequeño valor de la abertura del microscopio. Esta débil abertura proporciona al microscopio electrónico una gran profundidad de campo, que es otra de sus ventajas frente al óptico.

Existen diferentes tipos de microscopios electrónicos, entre los que destacamos el de transmisión, TEM, y el de barrido o scanning, MEB, SEM. En el microscopio de transmisión, el haz electrónico debe atravesar la probeta a examen, lo que no es posible en las probetas metálicas normales. Por contra, en el microscopio de barrido, usado en metalografía, la imagen es reconstruida, punto por punto, sobre la pantalla de un oscilógrafo catódico, mientras el objeto es barrido sincrónicamente por una sonda electrónica fina, con un diámetro entre los 1000 y 100 Å.

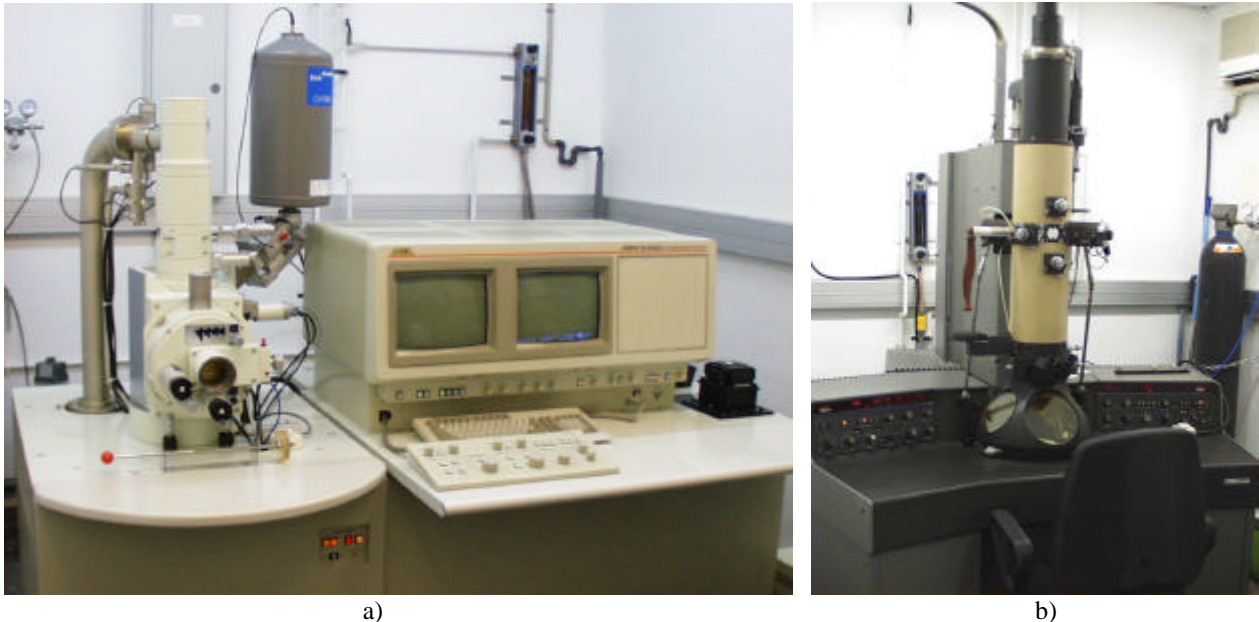


Figura 3.7. Microscopios electrónicos: a) de barrido, y b) de transmisión.

2.4 EXPERIENCIA SOBRE LA PREPARACION MATERIALOGRAFICA

2.4.1 Objetivo de la experiencia

Conocer y aprender la técnica y medios necesarios para la preparación de muestras de material, de forma que su estructura sea observable al microscopio.

2.4.2 Descripción del proceso operatorio

- 1 - Realizar la embutición de cada probeta metálica en resina de polimetilmetacrilato, mediante la prensa de embutición metalográfica, y por calentamiento hasta temperaturas de 150°C .

2 - Efectuar el pulido mecánico mediante hojas de esmeril y polvo abrasivo cerámico, alúmina o pasta de diamante, observando las indicaciones siguientes:

- Aplicar los sucesivos grados de esmeril en orden a disminuir el grado de rayado.
- Aplicar las diferentes pasadas en dirección normal a las anteriores, lo que facilitará la disminución del rayado.
- Aplicar agua en el lijado, a fin de evitar elevaciones de temperaturas puntuales.
- Controlar la presión aplicada a fin de no incidir en elevaciones de temperaturas que modifiquen el estado de acritud de la aleación o metal.
- Ultimar la preparación mediante pulido con pasta de diamante o alúmina, de fina granulometría, hasta conseguir el pulido espejo.

3 - Observar detenidamente las probetas por microscopía óptica y fotografiar los aspectos más sobresalientes.

4 - Atacar cada probeta con los reactivos y tiempos indicados en el anexo A.

5 - Observar detenidamente las probetas ensayadas por microscopía óptica. Efectuar fotografías de las partes más representativas, empleando las siguientes técnicas de iluminación:

- a) Campo claro.
- b) Campo oscuro.
- c) Luz polarizada.
- d) Contraste interferencial de Nomarsky.

6 - Observar estas mismas muestras mediante microscopía electrónica de barrido, obteniendo igualmente el registro gráfico de las mismas.

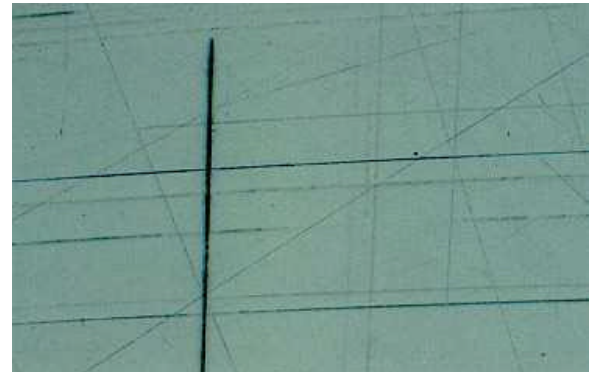


Figura 3.8. Aspecto superficial antes del pulido final.



Figura 3.9. Defectos de colas de cometa, típicos del pulido.

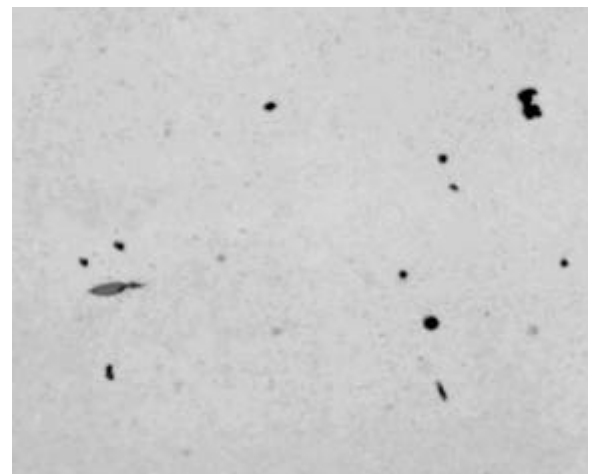
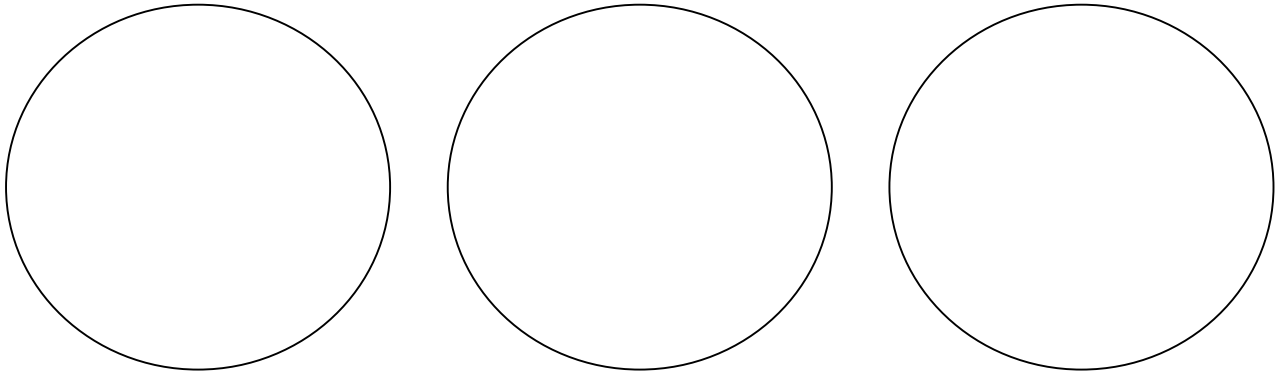


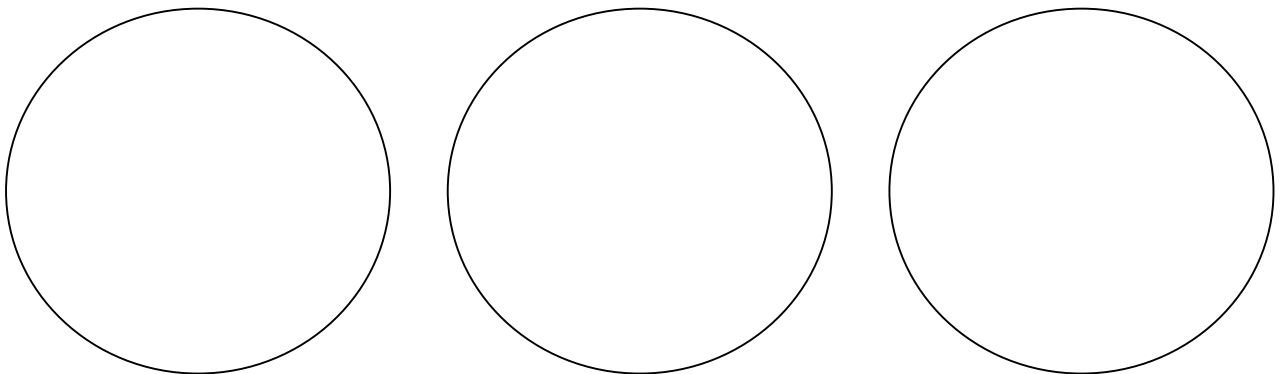
Figura 3.10. Imagen donde se observan inclusiones.

2.4.3 Materiales empleados y equipos utilizados

2.4.4 Dibujar el aspecto de las muestras en estado de pulido, indicando la forma y distribución de las inclusiones no metálicas (véase patrones de inclusiones tipo sulfuros y tipo alúmina, en el anexo B)



2.4.5 Dibujar el aspecto de las muestras tras el ataque químico, indicando las distintas fases o tipos de granos observados. (véase distintos reactivos químicos de ataque en los anexos A1 y A2)



2.5 EXPERIENCIA SOBRE LA DETERMINACION DEL TAMAÑO DE GRANO

2.5.1 Objetivo de la experiencia

Conocer y aplicar la técnica de comparación con patrones para la determinación del tamaño de grano según la norma española. (véase los croquis de los patrones normalizados en el anexo C)

2.5.2 Descripción del proceso y equipos

2.5.3 Resultados obtenidos

3 DETERMINACION DE LAS ESTRUCTURAS CRISTALINAS

Las estructuras cristalinas pueden identificarse por medio de la aplicación de las técnicas de difracción de rayos X. Estas se fundamentan en los fenómenos que aparecen cuando un haz de rayos X de una determinada longitud de onda λ inciden en una estructura cristalina. La difracción debida a la dispersión de Thomson producirá una fuerte reflexión en un ángulo θ que debe satisfacer la ley de Bragg, es decir:

$$\text{sen}\theta = \frac{n \lambda}{2 d_{hkl}} \quad (3.4)$$

3.1 METODO OPERATORIO. DIFRACTOMETRO DE RAYOS X

El difractómetro de rayos X es el instrumento que permite la identificación de las estructuras cristalinas, fundamentado en la difracción según Bragg.

En esencia consta de una fuente de radiación $K\alpha$ monocromática, frecuentemente $\text{Cu } K\alpha$ cuya longitud de onda es $\lambda = 1.541 \text{ \AA}$, un portaprobetas móvil con ángulo variable, 2θ , y un contador de radiación X, Geiger, asociado al portamuestras que contabiliza la intensidad del haz difractado, en cuentas por segundo, cuando forma un ángulo 2θ con la muestra y cumple con las condiciones de reflexión. El mecanismo de desplazamiento del contador está conectado al de desplazamiento de la muestra a doble velocidad. La figura 3.11 muestra esta disposición básica.

La técnica de difracción de rayos X es útil para determinar las estructuras cristalinas características usando diversas radiaciones monocromáticas λ_i , o para resolver el problema inverso, es decir, la identificación de sólidos cristalinos. Esto es fácil cuando se dispone de una colección de los espectros característicos de cada fase monocristalina, pues existe una relación biunívoca entre espectros característicos y fases.

Los diagramas característicos están recogidos por la Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS). En las

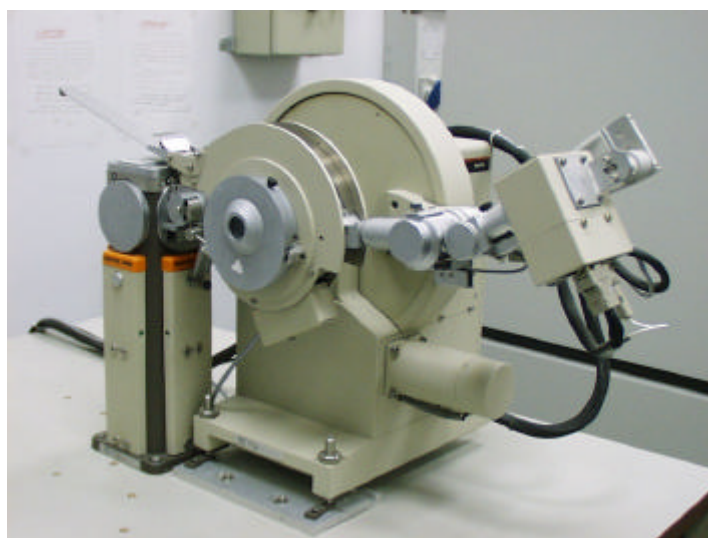


Figura 3.11. Equipo de difracción de rayos X.

fichas siguientes, correspondientes al cobre α , hierro α , níquel y aluminio.

4-0836 Ficha JCPDS correspondiente al cobre α (c.c.c.)

d	2.09	1.81	1.26	2.088	Cu					
I/I ₁	100	46	20	100	Cobre					
Rad. Cu K α_1 $\lambda = 1.5405$ Filtro Ni					d Å	I/I ₁	Hkl	d Å	I/I ₁	hkl
Ref. Swanson et Tatge, JC Fel. Reports NBS (1949)					2.088	100	111			
Sistema Cúbico Centrado en las Caras					1.808	46	200			
a ₀ = 3.6150					1.278	20	220			
					1.0900	17	311			
Jhonson and Matthey-Spec. Muestra, recocida a 700°C en vacío					1.0436	5	222			
Reemplaza a 1-1241, 1-1242, 2-1225, 3-1005, 3-1015, 3-1018					0.9038	3	400			
					0.8293	9	331			
					0.8083	8	420			

6-0696 Ficha JCPDS correspondiente al hierro α (c.c.)

d	2.03	1.17	1.43	2.03	Fe					
I/I ₁	100	46	20	100	Hierro (fase α)					
Rad. Cu K α_1 $\lambda = 1.5405$ Filtro Ni					d Å	I/I ₁	hkl	d Å	I/I ₁	hkl
Ref. Swanson et all, NBS circular 539 Vol. IV, p3 (1955)					2.0268	100	110			
Sistema Cúbico Centrado en el Cuerpo					1.4332	20	200			
a ₀ = 2.6664					1.1702	30	211			
					1.0134	10	220			
					0.9064	12	310			
Total de impurezas de la muestra menor de 0,0013% de metales y no metales					0.6275	6	222			
Espectro obtenido a 25°C, tipo de estructura del W.										

4-0850 Ficha JCPDS correspondiente al níquel α (c.c.c.)

d	2.03	1.76	1.25	2.034	Ni					
I/I ₁	100	42	21	100	Níquel					
Rad. Cu K α_1 $\lambda = 1.5405$ Filtro Ni					d Å	I/I ₁	hkl	d Å	I/I ₁	hkl
Ref. Swanson et Tatge, JC Fel. Reports NBS (1951)					2.034	100	111			
Sistema Cúbico Centrado en las Caras					1.762	42	200			
a ₀ = 3.5238					1.246	21	220			
					1.0624	20	311			
Análisis espectrográfico < 0.01% de Mg, Si y Ca.					1.0172	7	222			
Atmósfera 26°C					0.8810	4	400			
Reemplaza a 1-1258, 1-1260, 1-1266, 1-1272, 3-1043, 3-1051					0.8084	14	331			
					0.7880	15	420			

4-0787 Ficha JCPDS correspondiente al aluminio α (c.c.c.)

d	2.34	2.02	1.22	2.34	Al					
I/I ₁	100	47	24	100	Aluminio					
Rad. Cu K α_1 $\lambda = 1.5405$ Filtro Ni					d Å	I/I ₁	hkl	d Å	I/I ₁	hkl
Ref. Swanson et Tatge, JC Fel. Reports NBS (1950)					2.338	100	111	0.8266	8	422
Sistema Cúbico Centrado en las Caras					2.024	47	200			
a ₀ = 4.0491					1.431	22	220			
					1.221	24	311			
					1.1690	7	222			
99.9% de Al. Atmósfera 23°C					1.0124	2	400			
Reemplaza a 1-1176, 1-1179, 1-1180, 2-1109, 3-0932.					0.9289	8	331			
					0.9055	8	420			

Tal como se observa, las fichas describen:

- a) Radiación monocromática de ensayo, (Rad).

- b) Distancias interplanares (d_{hkl}) correspondientes a los ángulos de difracción registrados, por la ley de Bragg (d Å).
- c) Intensidades relativas de cada distancia, d_{hkl} (I/I_1).
- d) Índices de Miller de los planos que provocan la difracción (h, k, l).

A partir del reconocimiento del ángulo 2θ en el que se produce la difracción de los rayos X incidentes puede calcularse la distancia interplanar d_{hkl} de los planos que difractan la radiación monocromática λ por medio de la expresión de Bragg:

$$d_{hkl} = \frac{n \cdot l}{2 \cdot \sin \theta} \quad (3.5)$$

3.2 EXPERIENCIA SOBRE LA DIFRACCION DE RAYOS X

3.2.1 Objetivo de la experiencia

Conocer la técnica y aplicaciones para la determinación e identificación de estructuras cristalinas.

3.2.2 Material y equipo de ensayo

3.2.3 Resultados obtenidos

3.2.4 Determinación de las distancias interplanares

3.2.5 Determinación del parámetro reticular de la red cristalina

4

CARACTERIZACION RESISTENTE DE LAS ESTRUCTURAS CRISTALINAS

Con el fin de caracterizar el comportamiento de las estructuras cristalinas, debemos recurrir, de forma similar a como se realizaba en la Unidad anterior, al ensayo de microdureza. Este ensayo se diferencia de todos los estudiados en la unidad anterior en la magnitud de la superficie afectada por el ensayo. En efecto los ensayos de dureza Brinell, Vickers, Rockwell o Shore afectan usualmente a la superficie ocupada por varios granos o compuestos. Por contra, el ensayo de microdureza puede afectar sólo a un grano monofásico, o compuesto homogéneo. En cualquier caso, si la huella ha afectado a uno o varios granos es una cuestión que queda despejada en el proceso de medición de la huella y comprobación de su ubicación.

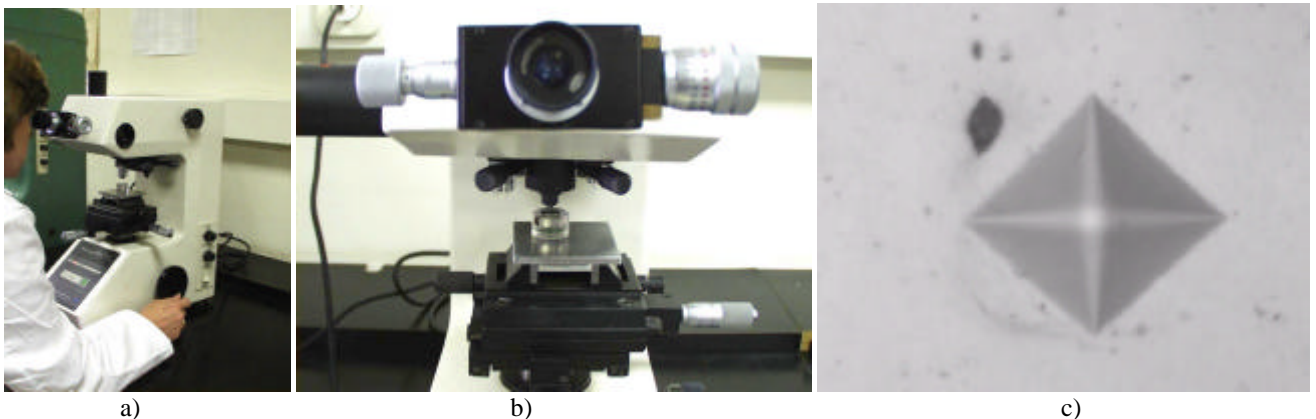


Figura 3.12. a) Microdurómetro. b) Detalle de la aplicación de la carga. c) Huella Vickers

El ensayo se inicia, localizando con el objetivo del microscopio la zona donde se desea aplicar la carga y medir la microdureza. Una vez seleccionada esta zona, se sustituye el objetivo por una pieza que sostiene el penetrador, coincidiendo el eje de la pirámide del mismo con el eje óptico del microscopio. La carga se aplica durante un tiempo dado, eliminándose a continuación y sustituyendo de nuevo el penetrador por el objetivo micrométrico para poder medir las diagonales de la huella piramidal marcada sobre el metal.

El cálculo de la microdureza se realiza de manera similar a la dureza Vickers, mediante la expresión:

$$HV = 1854.4 P/d^2 \quad (3.6)$$

estando P expresado en gramos y d en micras. La selección de la carga a aplicar se realiza con los mismos criterios apuntados para la dureza. Las cargas varían desde 15 g a 1000 g y se aplican con

una velocidad mínima, manteniéndose durante unos 30 segundos.

El ensayo de microdureza es muy útil para caracterizar, por resistencia, las distintas fases o compuestos que aparecen en la microestructura. **El campo de aplicación es idéntico al asignado a los ensayos de dureza Brinell, Rockwell o Vickers: materiales metálicos de durezas diversas.**

4.1 METODOLOGIA DEL ENSAYO DE MICRODUREZA

La metodología para el análisis y caracterización resistente de las diversas estructuras cristalinas, es el siguiente:

- 1 - Aplicar el ensayo de microdureza sobre una superficie pulida y tratada en la que se observa la microestructura.
- 2 - Seleccionar sólo las huellas que queden en el interior de los granos. *Cada grano corresponde a una estructura cristalina determinada. Huellas que incluyan un borde de grano pueden estar midiendo la resistencia ponderada de dos estructuras cristalinas diferentes.*
- 3 - Determinar la media de las durezas con niveles similares. Esto muestra la diferencia de resistencia entre las diferentes estructuras cristalinas existentes en el material. *Los granos monofásicos, monocristales, pueden diferenciarse por medio de su respuesta en microdureza.*

4.2 DISCRIMINACION DE FASES MEDIANTE MEDIDAS DE MICRODUREZA

4.2.1 Objetivo de la experiencia

Conocer las aplicaciones del microdurómetro para la caracterización de propiedades mecánicas en pequeñas regiones del material.

4.2.2 Material, probetas y equipo empleado

4.2.3 Descripción del proceso

4.2.4 Resultados obtenidos

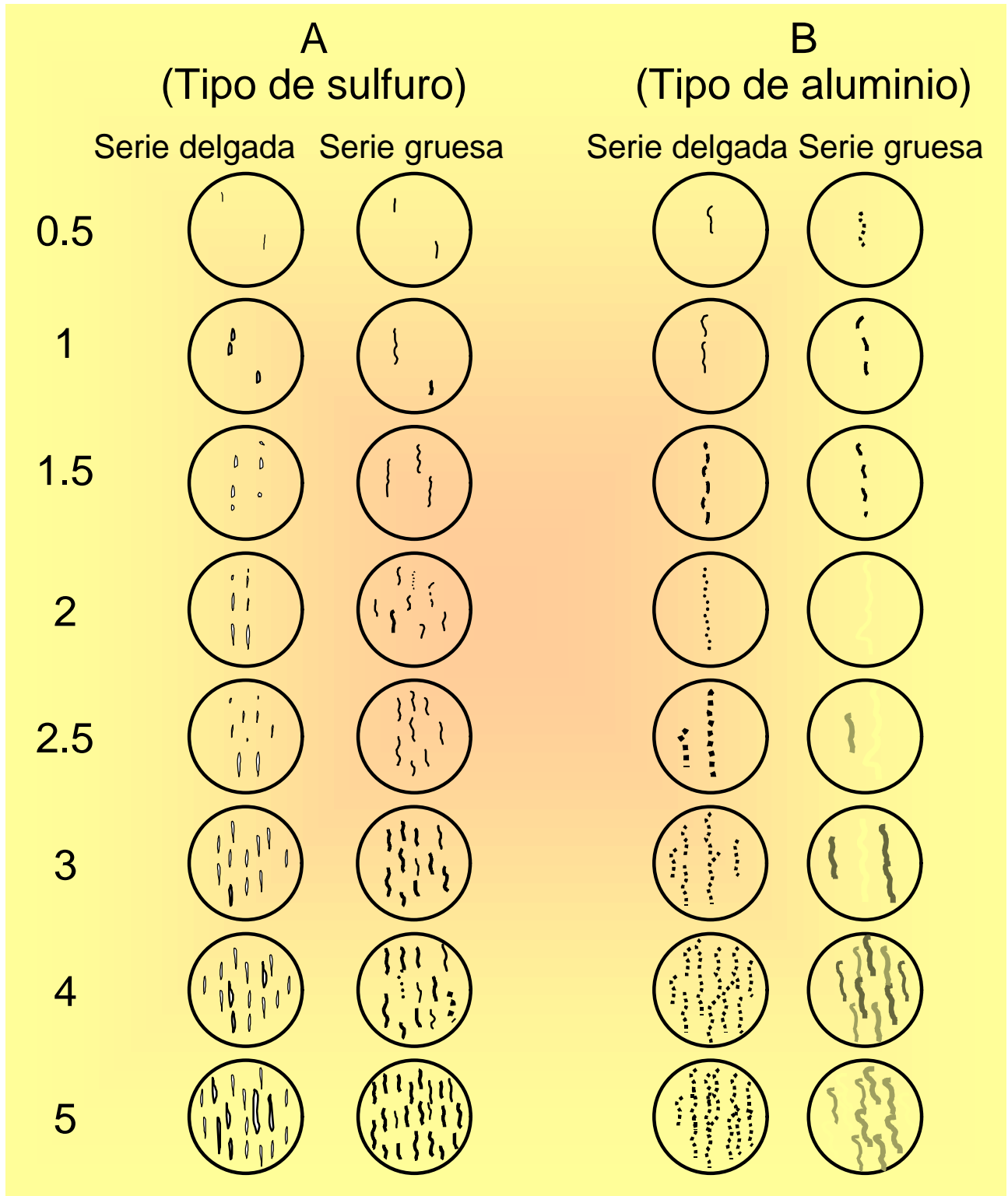
ANEXO A.1 **Reactivos de ataque micrográfico.**

ALEACION	REACTIVO	CONDICIONES	CARACTERISTICAS
ACEROS	100 ml Alcohol etílico 96% 1-10 ml Acido nítrico NITAL	Segundos a minutos	Utilizable para aceros al carbono, aceros aleados y fundición gris. Las segregaciones pueden producir un ataque irregular.
	100 ml Alcohol etílico 96% 2-4 G Acido pícrico PICRAL	Segundos a minutos PRECAUCION!	Reactivo para todo tipo de aceros, con o sin tratamiento térmico. Perlita, martensita y bainita.
	100 ml Alcohol etílico 96% 20 ml Acido clorhídrico	5 a 10 minutos	Distinguir entre martensita cúbica y tetragonal. Aceros al Ni.
	45 ML Glicerol 15 ml Acido nítrico 30 ml Acido clorhídrico VILELLA	Segundos a minutos PRECAUCION!	Aceros inoxidable con alto contenido en Cr. Aceros moldeados al Cr-Ni.
COBRE	100-200 ml Alcohol etílico 20-50 ml Acido clorhídrico 5-10 g Cloruro férrico	Segundos a minutos	Cobre y todos los tipos de cuproaleaciones. Contrasta el grano.
	80 ml Agua destilada 5 ml Acido sulfúrico 10 g Dicromato potásico	3 a 30 segundos Inmediatamente antes de su uso añadir dos gotas de ácido clorhídrico	Cobre y todos los tipos de cuproaleaciones. Se puede usar después del reactivo anterior.
ALUMINIO	190 ml Agua destilada 5-10 ml Acido nítrico 3-6 ml Acido clorhídrico 2-4 ml Acido fluorhídrico	10 a 30 segundos. Usar recién hecho.	Para la mayoría de las aleaciones de aluminio. Excepto las que tengan alto contenido en silicio.
	100 ml Agua destilada 1-2 g Hidróxido sódico	5 a 10 segundos a 50°C	Aluminio puro y Cu-Al, Mg-Si-Al, Mg-Al y Zn-Al.
ZINC	100 ml Agua destilada 20 ml Oxido de cromo (VI) 1.5 g Sulfato sódico	2 a 3 minutos	Uso general en aleaciones de zinc.
NIQUEL	20-100ml Agua destilada 2-25 ml Acido clorhídrico 5-8 g Cloruro férrico	5 a 6 segundos	Aleaciones Ni-Fe, Ni-Cu y Ni-Ag. Superaleaciones base Ni. Monel
CADMIO	98 ml Alcohol etílico 96% 2 ml Acido nítrico	Segundos a minutos	Uso general en aleaciones de cadmio.
MAGNESIO	100 ml Alcohol etílico 96% 1-8 ml Acido nítrico	Segundos a minutos	Uso general en aleaciones de magnesio.

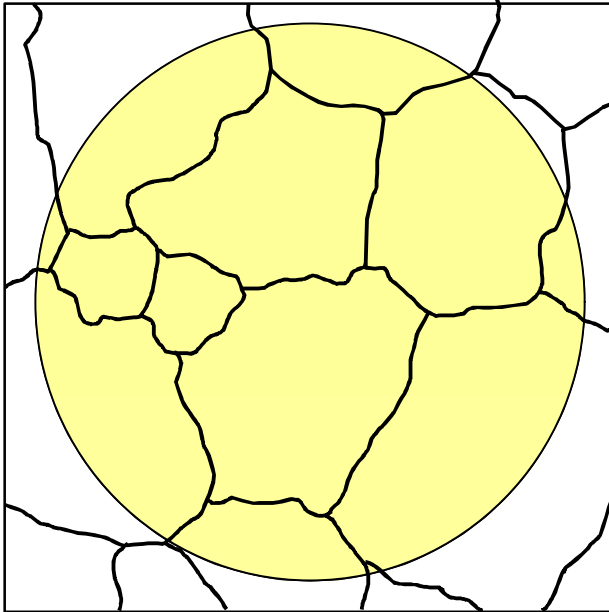
ANEXO A.2 Reactivos de pulido electrolítico.

ALEACION	REACTIVO	CONDICIONES	CARACTERISTICAS
ACEROS	100 ml Agua destilada 10 g Persulfato amónico	Segundos a minutos 6 V c.c. Cátodo de níquel	Aceros con alto contenido de Cr-Ni. Aceros endurecidos con martensita
	100 ml Agua destilada 10 ml Acetato de plomo	Segundos. 2 V c.c. Cátodo de acero inoxidable	Fundición aleada de Fe-Cr-Ni. Fase sigma (azul-rojo), ferrita (azul oscuro), austenita (azul claro), y carburos (amarillo) en aceros inoxidables.
	100 ml Agua destilada 10 ml Acido oxálico	5 a 20 segundos. 6 V c.c. Cátodo de acero inoxidable	Para aceros inoxidables austeníticos y aleaciones con alto contenido en Ni. Distingue entre la fase sigma y los carburos.
COBRE	Solución acuosa de óxido de cromo (VI) al 1%.	3 a 6 segundos. 6 V c.c. Cátodo de cobre	Bronces al aluminio. Cuproberilios.
	950 ml Agua destilada 50 ml Acido sulfúrico 2 g Hidróxido sódico 15 g Sulfato ferroso	Más de 15 segundos. 8 a 10 V c.c. Cátodo de cobre	Latones beta. Bronces. Monel. Aleaciones cobre-níquel.
	90 ml Agua destilada 10 ml Acido sulfúrico	5 a 10 segundos. 1 a 8 V c.c. Cátodo de cobre	Para todos los tipos de aleaciones de cobre. Latones de fácil mecanización.
ALUMINIO	200 ml Agua destilada 10 ml Acido fluorobórico	1 a 2 minutos. 20 a 40 V c.c. Cátodo de aluminio, plomo o acero inoxidable	Aluminio puro y aleaciones Al-Zn. Al-Mn, Al-Mg-Si, Al-Mg-Zn, Al-Mg-Mn. Se recomienda luz polarizada.
	90 ml Agua destilada 10 ml Acido fosfórico	Más de 15 segundos. 1 a 8 V c.c. Cátodo de cobre	Aluminio puro y aleaciones Al-Cu, Al-Mn, Al-Mg y Al-Mg-Si.
ZINC	100 ml Agua destilada 25 g Hidróxido sódico	15 minutos. 6 V c.c. Cátodo de cobre	Uso general en aleaciones de zinc.
NIQUEL	100 ml Agua destilada 10 g Persulfato amónico o 6 g óxido de cromo (VI)	Segundos a minutos. 6 V c.c. Cátodo de níquel.	Aleaciones de base Ni, Ni-Fe, Ni-Cr. Superalaciones base Ni.
CADMIO	100 ml Agua destilada 200 ml Glicerol 200 ml Acido fosfórico	5 a 10 minutos. 8 a 9 V c.c. Cátodo de cadmio.	Uso general en aleaciones de cadmio.
MAGNESIO	20 ml Agua destilada 20 ml Alcohol etílico 96% 20 ml Acido fosfórico	1 a 10 minutos. 10 a 35 V c.c. Cátodo de magnesio	Uso general en aleaciones de magnesio.

ANEXO B Patrones de inclusiones.

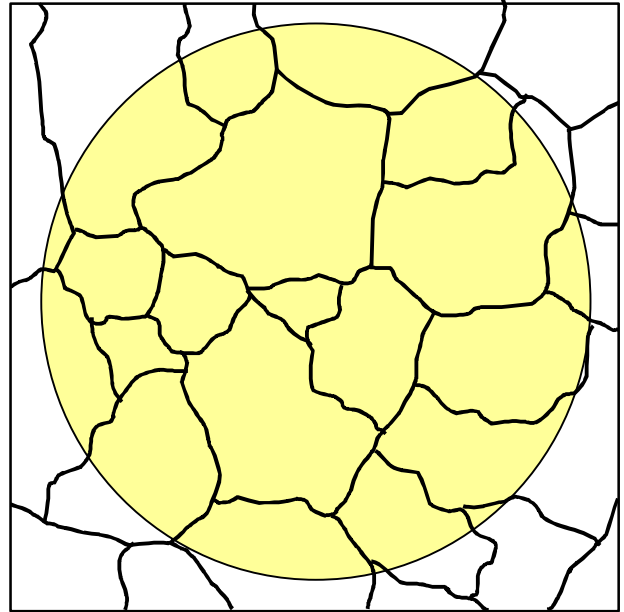


ANEXO C Patrones de tamaño de grano.



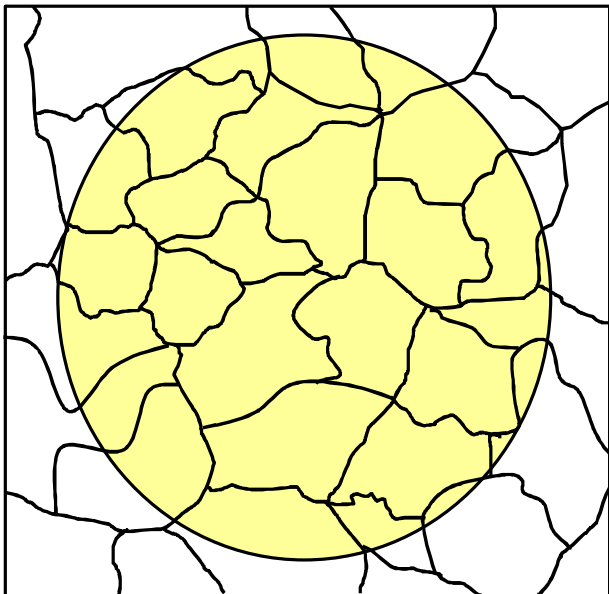
Índice de grano	-3	-1	1	3	5	7
Aumento lineal	25	50	100	200	400	800

Grano tipo I



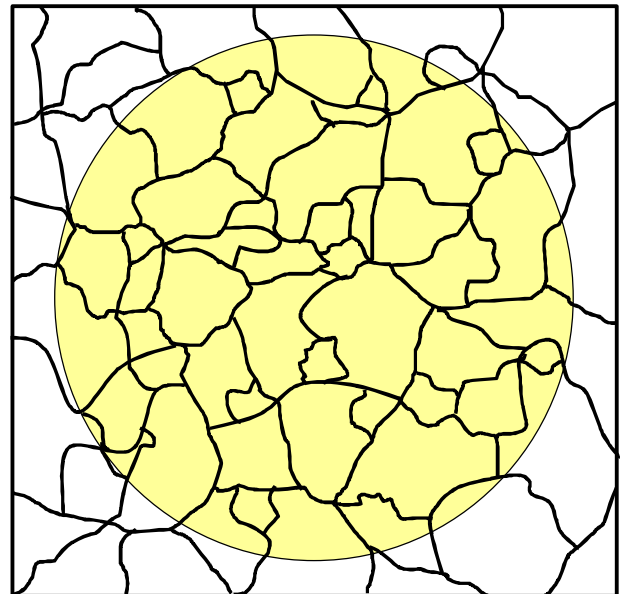
Índice de grano	-2	-0	2	4	6	8
Aumento lineal	25	50	100	200	400	800

Grano tipo II



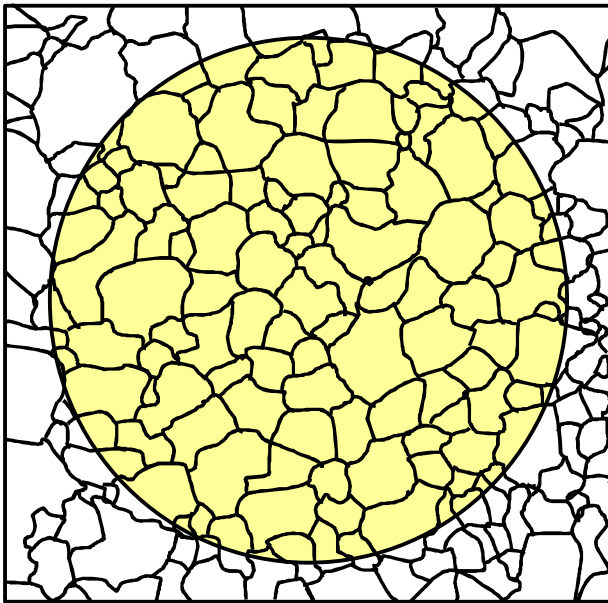
Índice de grano	-1	-1	3	5	7	9
Aumento lineal	25	50	100	200	400	800

Grano tipo III



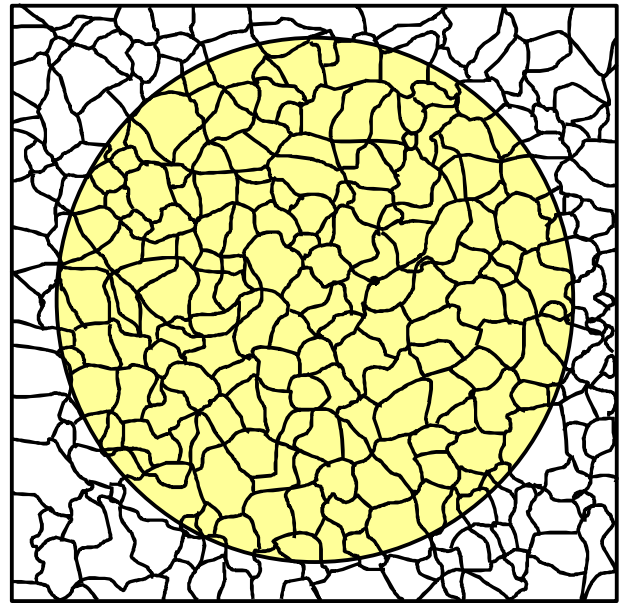
Índice de grano	0	2	4	6	8	10
Aumento lineal	25	50	100	200	400	800

Grano tipo IV



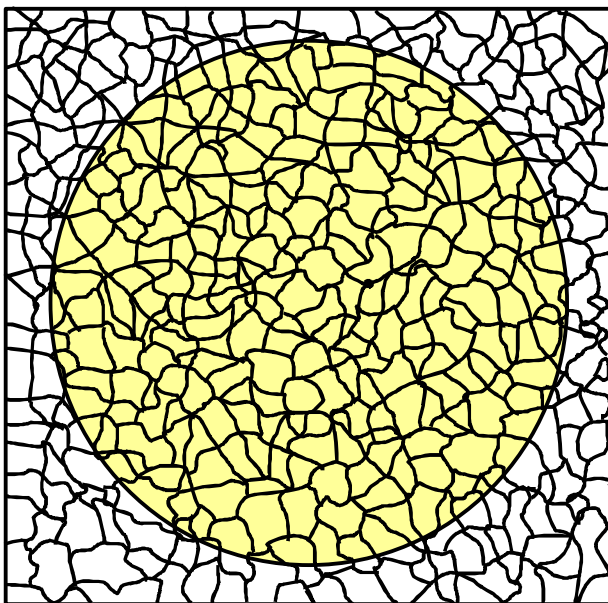
Índice de grano	1	3	5	7	9	11
Aumento lineal	25	50	100	200	400	800

Grano tipo V



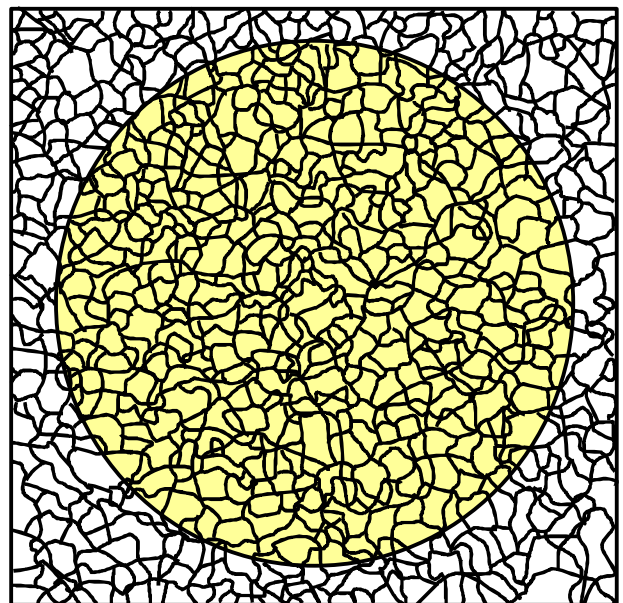
Índice de grano	2	4	6	8	10	12
Aumento lineal	25	50	100	200	400	800

Grano tipo VI



Índice de grano	3	5	7	9	11	13
Aumento lineal	25	50	100	200	400	800

Grano tipo VII



Índice de grano	4	6	8	10	12	14
Aumento lineal	25	50	100	200	400	800

Grano tipo VIII

5

CUESTIONES PROPUESTAS POR LAS EXPERIENCIAS

- 1 - ¿Por qué debe girarse la muestra 90° cada vez que se pasa de una lija a otra de menor granulometría?
- 2 - ¿Qué debe hacerse cuando una probeta atacada con un reactivo, se desea atacar con otro distinto?
- 3 - Indica cual es la información que podemos obtener por la observación metalográfica de una muestra en estado de pulido.
- 4 - Enumera las etapas sucesivas del proceso a seguir para determinar el tamaño de grano de una aleación.
- 5 - ¿Qué relación existe entre la longitud de onda de la luz empleada para observar el material y el poder de resolución? Compara los microscopios ópticos con los electrónicos.
- 6 - ¿Qué condiciones deben cumplir las huellas de microdureza para que el valor obtenido pueda considerarse atribuible a una sola fase? ¿Es conveniente la realización de varios ensayos?
- 7 - Describe el proceso operatorio en el que se combinen los ensayos de difracción de rayos X y microdureza para diferenciar distintas fases.
- 8 - En una estructura c.c.c., con parámetro reticular $a = 8,92 \text{ \AA}$, calcula todos los planos posibles que podrían dar difracción para $d_{hkl} = 2,11 \text{ \AA}$.
- 9 - ¿En qué ángulo 2θ aparecerá el pico correspondiente a los planos anteriores empleando radiaciones de Cu $K\alpha$ con $\lambda = 1,5405 \text{ \AA}$.
- 10 - ¿Pueden utilizarse los difractogramas para dar un análisis cuantitativo de la proporción de cada fase presente en una muestra?

ALUMNO

APELLIDOS:

NOMBRE:

GRUPO DE PRÁCTICAS:

FECHA DE ENTREGA:

RESPUESTAS DE LAS CUESTIONES A RESOLVER