

Preparación metalográfica de acero inoxidable

Los aceros resistentes a la corrosión contienen al menos 11% de cromo y se denominan colectivamente “aceros inoxidables”. Dentro de este grupo de aceros de alta aleación, se identifican cuatro categorías principales: ferríticos, martensíticos, austeníticos y austeníticos-ferríticos (combinados). Estas categorías describen la microestructura de la aleación a temperatura ambiente, la cual se ve afectada en gran medida por la composición de la aleación.

La característica principal del acero inoxidable es su resistencia a la corrosión. Dicha propiedad se puede mejorar al añadir elementos de aleación específicos, los cuales tienen un efecto beneficioso en otras características del material, como su dureza y resistencia a la oxidación.

Por ejemplo, el niobio y el titanio aumentan la resistencia frente a la corrosión intergranular ya que absorben el carbono para formar carburos. El nitrógeno aumenta la fuerza y el azufre mejora la maquinabilidad ya que forma inclusiones de sulfuro de manganeso que producen pequeñas virutas que se rompen con facilidad. Debido a la resistencia a la corrosión y a su acabado superficial óptimo, los aceros inoxidables juegan un papel destacado en la industria aeronáutica,



Alto rendimiento de las piezas de acero inoxidable en la industria aeronáutica

química, médica y alimentaria, en cocinas profesionales, así como en arquitectura y joyería.

La metalografía de los aceros inoxidables es una parte importante del proceso de control de calidad general en numerosos entornos de producción. Los principales ensayos metalográficos incluyen la medición del tamaño del grano, la identificación de ferrita delta y fase sigma o la evaluación y distribución de los carburos. Además, la metalografía se utiliza en el análisis de errores para investigar los mecanismos de corrosión/oxidación.

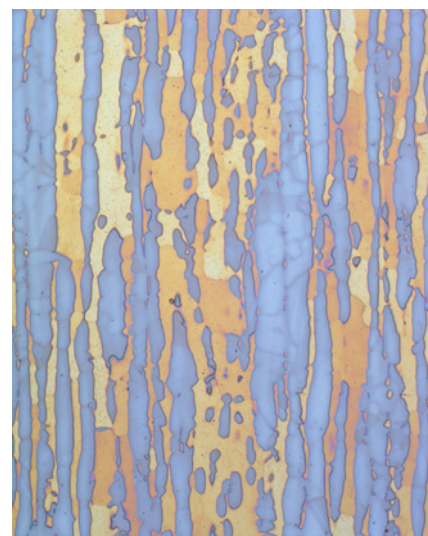


Fig. 1: Acero combinado sometido a ataque electrolítico con 40 % de solución acuosa de hidróxido de sodio; se muestra austenita azul y ferrita amarilla. 150x

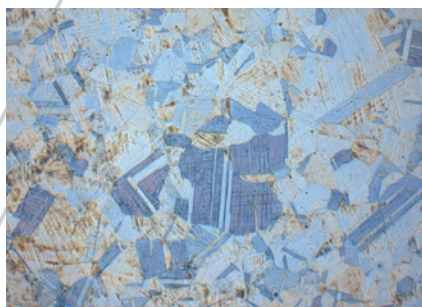
Dificultades durante la preparación metalográfica

Esmerilado y pulido: Deformación y rayado en aceros inoxidables ferríticos y austeníticos. Retención de carburos e inclusiones.



Superficie del acero inoxidable tras pulido final de 3 µm, con deformación del esmerilado

DIC 25x



Pulido insuficiente del acero inoxidable tras ataque con reactivo de color (Beraha II); se muestra cierta deformación

100x

Solución:

Utilizar un exhaustivo pulido de diamante y completar el pulido final con sílice coloidal o alúmina.



Producción y aplicación del acero inoxidable

El proceso de producción de aceros inoxidables de alta aleación implica una técnica sofisticada de fusión y refusión. En primer lugar, se funde en un horno de arco eléctrico una mezcla de hierro y restos debidamente seleccionados que después se transforma en un lingote o similar. Para numerosas aplicaciones estos productos primarios se pueden seguir procesando para obtener barras, varillas o láminas. En los aceros que demandan mayor calidad, el producto primario se puede utilizar como materia prima para un segundo proceso de elaboración de acero. Este proceso secundario puede implicar una refundición doble, e incluso triple, mediante fusión por inducción al vacío además de refusión por arco al vacío, lo cual se puede realizar bajo presión y con gases de protección.

El principal objetivo de este proceso secundario es reducir impurezas como óxidos, sulfuros o silicatos de modo que con nuevas fusiones sucesivas el grado de limpieza aumente y se obtengan lingotes con unas propiedades mecánicas y físicas excelentes.

Aplicación

La resistencia a la corrosión de los aceros inoxidables se basa en la aleación de cromo con hierro, y depende de la formación de una capa pasiva de óxido superficial, que se restablece espontáneamente ante daños mecánicos.

Existen diferentes tipos de corrosión, como la producida por picaduras, tensiones, vibración, e incluso la corrosión intercrystalina. Se puede mejorar la resistencia frente a formas concretas de ataque al añadir elementos de aleación diferentes al cromo. Es el caso del molibdeno, que mejora la resistencia a la corrosión por picaduras. A continuación, se describen las principales aleaciones, propiedades y ejemplos de aplicación de los cuatro tipos de aceros inoxidables:

Aceros inoxidables ferríticos: son aleaciones sin tratamiento térmico con un bajo contenido en carbono y 11-17% de cromo.

Propiedades: magnéticas, resistentes a la corrosión atmosférica, de fuerza y resistencia moderada.

Aplicaciones: válvulas magnéticas, cuchillas de afeitar, piezas de automóvil.

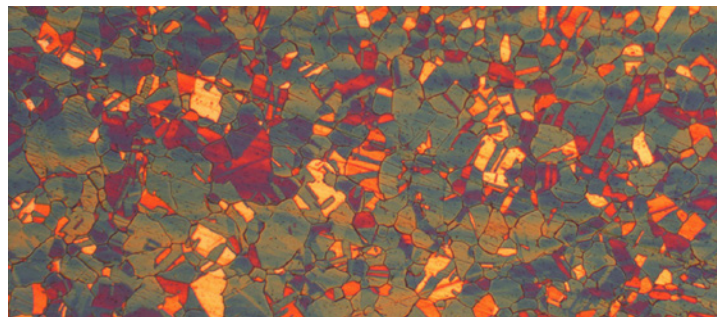
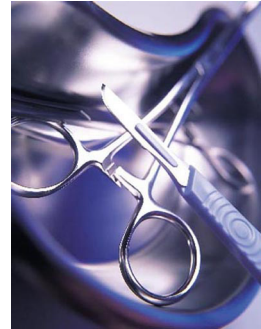
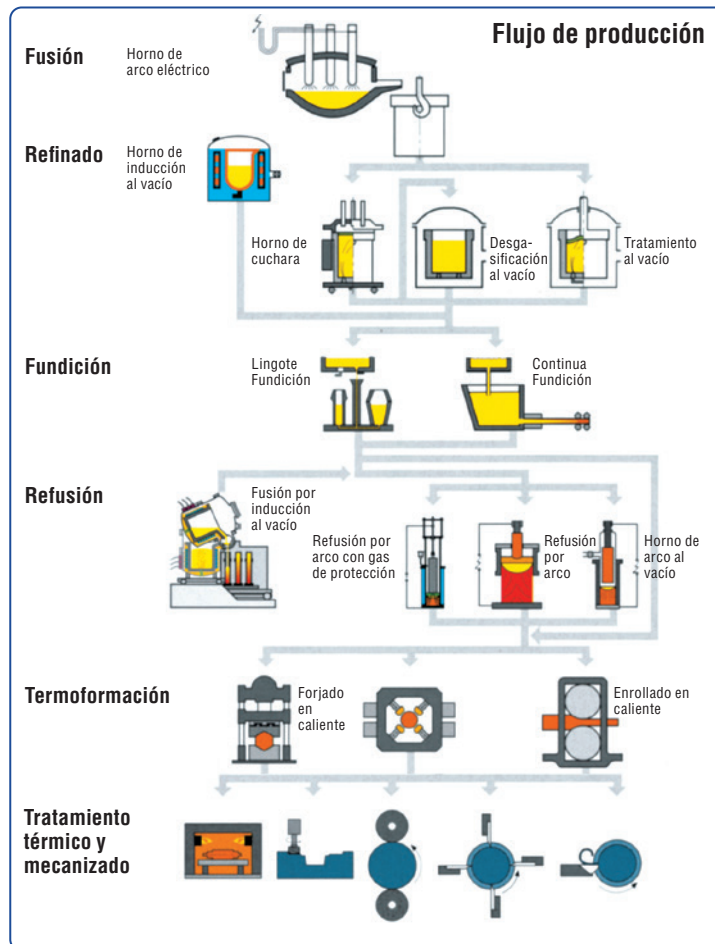


Fig. 2:
Acero austenítico,
sometido a ataque
con reactivo de color
(Beraha II).
100x



Aceros inoxidables martensíticos son aleaciones con tratamiento térmico, contenido medio de carbono, 12-18% de cromo y 2-4% de níquel.

Propiedades: alta resistencia a la corrosión, y resistencia a temperaturas altas y a la fluencia. Aplicaciones: bisturíes, cuchillos, ganchos y pinzas en aplicaciones médicas, sistemas de accionamiento y piezas de alto rendimiento en aeronáutica.

Aceros inoxidables austeníticos: son aleaciones sin tratamiento térmico con un contenido en carbono de 0,03-0,05%. Los principales elementos de la aleación son: cromo (17-24%), níquel (8-25%) y molibdeno (2-4%); el titanio y el niobio se añaden para la formación de carburo. Propiedades: alta ductilidad, gran resistencia a la corrosión, resistencia a ácidos oxidantes y alcalinos, excelentes propiedades de formación en frío, fácil de manejar y mecanizar.

Aplicaciones: tornillos, penos e implantes, aplicaciones a baja temperatura, depósitos y tuberías en el sector químico, farmacéutico y de alimentación, así como utensilios de cocina.

Aceros austeníticos-ferríticos, (combinados): su contenido en carbono es bajo, mientras que generalmente presentan un porcentaje de cromo mayor (21-24%) y de níquel menor (4-6%) que en los aceros austeníticos, y 2-3% de molibdeno.

Propiedades: resistencia a la fatiga en medios corrosivos, buena resistencia a la corrosión por tensión.

Aplicaciones: equipos para el sector químico, ambiental y mar adentro, así como en arquitectura.



Dificultades en la preparación de los aceros inoxidables

Los aceros inoxidables ferríticos son blandos mientras que los aceros austeníticos son dúctiles. Ambos son propensos a la deformación mecánica. Normalmente el pulido final hace que estos aceros sean muy reflectantes; no obstante, si no se someten a dicho pulido previo, la deformación reaparecerá después del ataque químico (Fig. 3).

Debido a su dureza, los aceros martensíticos son relativamente fáciles de pulir. En general, se debe tener cuidado para preservar los carburos.

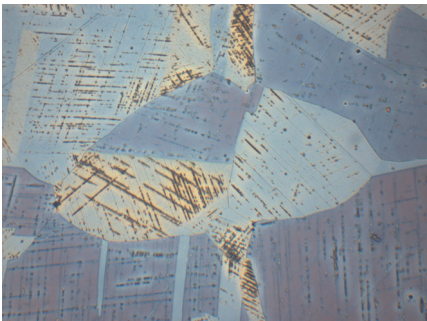


Fig. 3: Acero austenítico con pulido insuficiente 500x con deformación tras ataque químico (Beraha II)

Recomendaciones para la preparación del acero inoxidable

Si la eliminación no es suficiente según lo requerido, se recomienda aumentar la fuerza durante el esmerilado en MD-Alto. Dicho aumento de fuerza limpiará y afilará la superficie de MD-Alto. En el caso de aceros inoxidables blandos y dúctiles, también se recomienda encarecidamente el uso de superficies de esmerilado de grano muy tosco y no ejercer presiones elevadas. Como regla general, en el esmerilado plano se ejercerá más fuerza, en línea con el área de la muestra. El esmerilado fino deberá realizarse con diamante en un disco rígido (MD-Largo) o, como alternativa en algún tipo de acero inoxidable, con un paño MD-Plan. Después del esmerilado fino se realizará un exhaustivo pulido de diamante con un paño de dureza media, antes de proceder al pulido final con sílice coloidal (OP-S), o alúmina (OP-A) para eliminar cualquier pequeño arañazo. Este último paso deberá ser exhaustivo y requerirá varios minutos. Un buen pulido final aumenta las posibilidades de mejorar el contraste (ver "Ataque químico").

Cualquier deformación resultante del primer paso del esmerilado, que no se elimine con

esmerilado fino, dejará restos y no se podrá eliminar con el pulido final. La Tabla 1 muestra un método de preparación de muestras de acero inoxidable de 30 mm de diámetro sobre Tegramin semiautomático de 300 mm de diámetro. La Tabla 2 muestra un método de preparación de 6 muestras de acero inoxidable de 65 x 30 mm con embutición en frío o embutidas con MAPS de Struers o AbraPlan/AbraPol, de 350 mm de diámetro.

Pulido electrolítico

En trabajos de investigación o en una comprobación rápida y general de la estructura del acero inoxidable, el pulido y el ataque electrolítico pueden ser una alternativa al pulido mecánico, ya que no conlleva ninguna deformación mecánica.

El pulido electrolítico ofrece resultados excelentes al comprobar la microestructura (Fig. 4), aunque no es adecuado para identificar carburos. Ya que estos desaparecen o se alargan.

Antes del pulido electrolítico, las muestras deben someterse a un esmerilado con lámina/papel de carburo de silicio #1000. Cuanto más fina sea la superficie inicial, mejores resultados se obtendrán en el pulido electrolítico (ver el método de preparación a continuación).

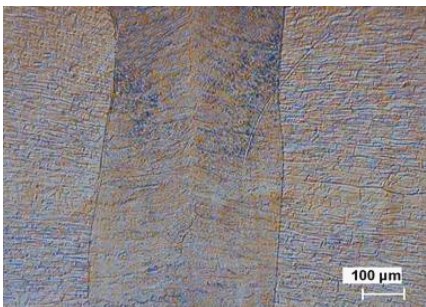


Fig. 4: Soldadura de acero inoxidable, pulida y sometida a ataque electrolítico, DIC

Electrolito:	A3
Área:	1 cm²
Tensión:	35 V
Caudal:	13
Tiempo:	25 segundos
Ataque químico externo con disco para acero inoxidable:	
10 % de ácido oxálico en agua	
Tensión:	15 V
Tiempo:	60 segundos

Método de preparación para pulido electrolítico y ataque químico de acero inoxidable. Esmerilado con lámina/papel SiC #320, #500 y #1000.

Esmerilado

Paso		PG	FG
	Superficie	MD-Alto	MD-Largo
	Abra-sivo	Tipo	Al ₂ O ₃
		Tamaño	#180/220
	Suspensión/Lubricante	Agua pura	DiaPro Allegro/Largo 9
	rpm	300	150
	Fuerza [N]/muestra de trabajo	25	40
	Tiempo (min)	Según se necesite	5

Pulido

Paso		DP	OP
	Superficie	MD-Dac	MD-Chem
	Abra-sivo	Tipo	Diamante
		Tamaño	3 µm
	Suspensión/Lubricante	DiaPro Dac 3	OP-S NonDryOP-A
	rpm	150	150
	Fuerza [N]/muestra de trabajo	20	15
	Tiempo (min)	4	2-3

Tabla 1: Método de preparación para muestras de acero inoxidable de 30 mm de diámetro sobre Tegramin semiautomático de 300 mm de diámetro.

Como alternativa a DiaPro se puede utilizar suspensión de diamante policristalino P junto con lubricante verde/azul.

Ataque químico

El ataque químico de aceros inoxidables requiere experiencia y paciencia. Existen numerosos estudios sobre los reactivos, y le recomendamos que utilice diferentes productos hasta establecer varias soluciones que se adapten a los materiales concretos que prepara con más frecuencia en su laboratorio.

Debido a que el acero inoxidable ofrece una alta resistencia a la corrosión, se necesitan ácidos muy fuertes para revelar su estructura. Se deben seguir medidas de seguridad estándares durante la manipulación de estos reactivos. En numerosos laboratorios, los reactivos mencionados en la literatura se modificarán según el material sometido al ataque químico e incluso, en base a preferencias personales. Para obtener un ataque con buenos resultados, es importante realizar un correcto pulido de óxido final. A continuación, se detallan algunos reactivos de éxito en aplicaciones rutinarias, diarias.

Esmerilado

Paso		PG 	FG 
	Superficie	Piedra de esmerilado 3A36	MD-Largo
	Abra-sivo	Tipo	Diamante
		Tamaño	9 µm
	Suspensión/Lubricante	Agua	DiaPro Allegro/Largo 9
	rpm	1450	150
	Fuerza [N]/muestra de trabajo	50	50
	Tiempo (min)	Según se necesite	9

Pulido

Paso		DP 1 	DP 2 	OP 
	Superficie	MD-Mol APS	MD-Nap	MD-Chem
	Abra-sivo	Tipo	Diamante	Diamante
		Tamaño	3 µm	1 µm
	Suspensión/Lubricante	DiaPro Mol B 3	DiaPro Nap B 1	OP-S NonDryOP-A
	rpm	150	150	150
	Fuerza [N]/muestra de trabajo	50	25	25
	Tiempo (min)	6	4	2-3

Tabla 2: Método de preparación para muestras de acero inoxidable de 65x30 mm con embutición en frío o embutidas con [MAPS](#) de Struers o [AbraPlan/AbraPol](#), de 350 mm de diámetro.

Como alternativa a [DiaPro](#) se puede utilizar suspensión de diamante policristalino P junto con lubricante verde/azul.

Ataque químico

Advertencia: Al trabajar con reactivos químicos, se deben seguir siempre las medidas de seguridad recomendadas.

Para aceros martensíticos

- 925 ml de etanol
- 25 g de ácido pícrico
- 50 ml de ácido clorhídrico

Para aceros austeníticos

- Ataque químico con hisopo:
 - 500 ml de agua destilada
 - 300 ml de ácido clorhídrico
 - 200 ml de ácido nítrico
 - 50 ml de solución saturada de cloruro de hierro III
 - 2,5 g de cloruro de cobre II
- 100 ml de agua
 - 300 ml de ácido clorhídrico
 - 15 ml de agua oxigenada (30 %)

- Reactivo V2A:
 - 100 ml de agua
 - 100 ml de ácido clorhídrico
 - 10 ml de ácido nítrico
 - Reactivo a temperatura ambiente o hasta 50 °C

Reactivo de color Beraha II:

- Solución estándar
- 800 ml de agua destilada
- 400 ml de ácido clorhídrico
- 48 g de bifluoruro de amonio

Para 100 ml de esta solución estándar, añadir 1-2 g de metabisulfito de potasio para el ataque químico.

Ataque electrolítico

Para aceros austeníticos-ferríticos (combinados)

- 40 % de solución acuosa de hidróxido de sodio

Todos los aceros inoxidables:

- 10% de ácido oxálico acuoso



Interpretación de la estructura

Los aceros inoxidables ferríticos no responden al tratamiento térmico. No obstante, sus propiedades se pueden ver afectadas al trabajar en frío. Destaca su magnetismo a temperatura ambiente. La microestructura en estado recocido consta de granos de ferrita que incluyen finos carburos. Los aceros ferríticos utilizados en el mecanizado contienen una gran cantidad de sulfuro de manganeso para facilitar el corte libre (Fig. 5).

Los aceros inoxidables martensíticos

responden al tratamiento térmico. La martensita se forma tras un enfriamiento rápido y sus propiedades se pueden optimizar con un tratamiento posterior de templado. Se trata de aleaciones magnéticas. Dependiendo del tratamiento térmico, la microestructura puede oscilar entre una estructura martensítica pura y una templada fina. Según las aleaciones y las dimensiones de los productos semiacabados se requerirán temperaturas y tiempos de tratamiento térmico más o menos complejos.

No obstante, la ferrita delta (Fig. 6) suele ser una fase no deseada ya que los largos

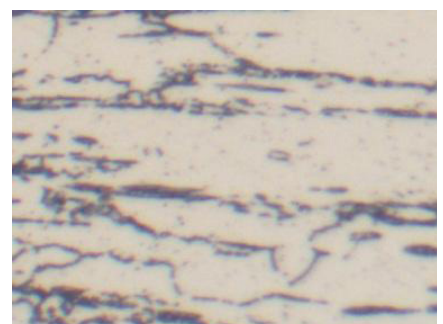


Fig. 5: Acero inoxidable ferrítico con sulfuro de manganeso y cordones de pequeños carburos, sometido a ataque químico con 10 % de ácido oxálico



Fig. 6: Acero martensítico templado acero con ferrita delta, sometido a ataque con ácido pícrico

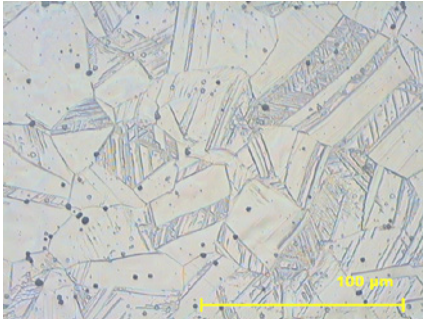


Fig. 7: Acero austenítico laminado en frío con agrupaciones simétricas, sometido a ataque químico con reactivo V2A.

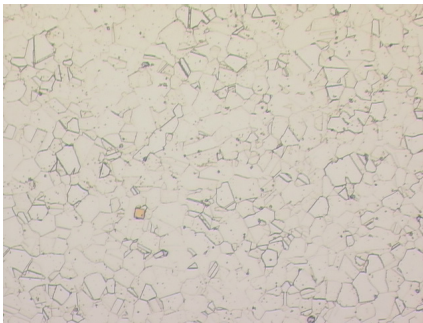


Fig. 8: Austenita con carburos y algunos nitruros de carbono de titanio 200x

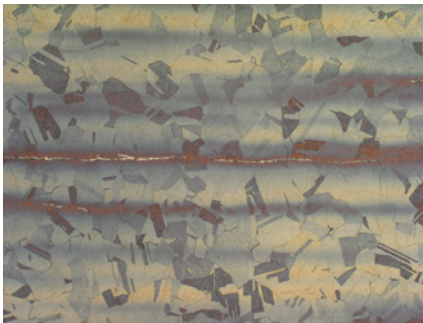


Fig. 9: Acero austenítico con cordones de ferrita delta, y microsegregaciones. Áreas azules: disminución de elementos aleados. 125x

períodos de recocido del acero con un alto contenido en cromo, a temperaturas entre 700 y 950 °C, pueden hacer que la ferrita delta se transforme en fase sigma intermetálica dando lugar a una combinación de hierro-cromo dura y quebradiza.

El calentamiento a una temperatura máxima de 1050 °C y el posterior atemperado elimina dicha fase sigma y con ello, la fragilidad.

Los aceros inoxidable austeníticos no responden al tratamiento térmico, en su lugar, el enfriamiento rápido da paso a su estado más blando. En este estado, carecen de magnetismo y sus propiedades se ven afectadas por el tratamiento en frío. La microestructura de estos aceros consta de granos austeníticos, que pueden mostrar agrupaciones simétricas (Fig. 7). La exposición de estos aceros a temperaturas elevadas de 600 a 700 °C puede generar carburos complejos en los granos austeníticos. Esto reduce la cantidad de cromo en la solución sólida austenítica, lo que aumenta la susceptibilidad a una corrosión u oxidación intergranular.

Al reducir el carbono a un valor inferior a 0,015% y tras añadir pequeñas cantidades de titanio o niobio se redujo el riesgo de corrosión intergranular, ya que estos elementos forman carburos en ausencia del cromo (Fig. 8).

La ferrita delta puede aparecer debido a las condiciones críticas del tratamiento térmico en aceros martensíticos o al trabajar en frío con aceros austeníticos (Fig. 9).

Los aceros inoxidable austeníticos-ferro-riticos (combinados) constan de ferrita y austenita. El ataque electrolítico con una solución de soda cáustica al 40% revela la estructura,



permitiendo estimar el porcentaje correcto de cada fase (ver Fig. 1 y Fig. 10 a continuación). Estos aceros son dúctiles y se utilizan sobre todo en las industrias de alimentos, papel y petróleo.

Resumen

El acero inoxidable es un material resistente a la corrosión con un alto contenido en cromo y níquel. Los aceros ferríticos e inoxidables son blandos, además de dúctiles, y tienden a la deformación mecánica y al rayado durante la preparación metalográfica. Además, los carburos no siempre pueden retenerse.

Para un pulido mecánico exitoso, se sugiere lo siguiente:

- evitar los abrasivos toscos en el esmerilado plano.
- realizar un esmerilado fino y pulido con diamante exhaustivo y que garantice la eliminación de toda deformación del esmerilado plano.
- realizar un pulido de óxido final con sílice coloidal o alúmina que permita obtener una superficie sin deformación.

Un procedimiento de cuatro pasos, realizado en un equipo de preparación automática, produce unos resultados buenos y reproducibles. Los aceros inoxidables son difíciles de someter a ataques químicos; por lo tanto, los reactivos recomendados son muy corrosivos y requieren una manipulación cuidadosa.

En su lugar, se recomienda un pulido y ataque electrolítico ya que esto ofrece una superficie sin deformación, aunque no siempre retiene los carburos.

Fig. 10: Acero combinado forjado que muestra ferrita azul, austenita blanca y finas agujas de fase sigma, sometido a ataque electrolítico con 40 % de solución acuosa de hidróxido de sodio. 150x

Struers ApS

Pederstrupvej 84
DK-2750 Ballerup,
Dinamarca
Teléfono +45 44 600 800
Fax: +45 44 600 801
struers@struers.dk
www.struers.com

Notas de aplicación

Preparación metalográfica del acero inoxidable

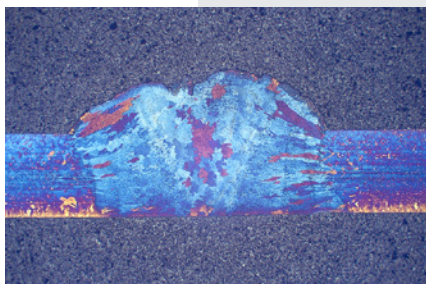
Elisabeth Weidmann, Struers A/S, Copenhagen
Anne Guesnier, Struers A/S, Copenhagen
Bill Taylor, Struers, Ltd., Glasgow, Reino Unido.

Agradecimientos

Queremos agradecer a Böhler Edelstahl GmbH, Kapfenberg, en Austria, por su generoso suministro de datos, material para muestras, y por el permiso para reproducir las fotografías de las piezas en la página 1, así como el diagrama del flujo de producción en la página 2. Nuestro especial agradecimiento a J. Hofstätter por su colaboración y a A. Dreindl por facilitar las micrografías de las Figuras 1, 2, 6, 9 y 10. También agradecemos al Dr. H. Schnarr, Struers GmbH, Willich, en Alemania, por las micrografías de las Figuras 4 y 7.

Bibliografía

Schumann, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig 1968
Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung, W. Domke, Verlag W. Giradet, Essen, 1977
Metals Handbook, Desk Edition, ASM, Metals Park, Ohio, 44073, 1985
Color Metallography, E. Beraha, B. Shpigler, ASM, Metals Park, Ohio, 44073, 1977
Handbuch der metallographischen Ätzverfahren, M. Beckert, H. Klemm, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1976
Metallography, Principles and Practice, George F. VanderVoort, McGraw-Hill Book Company, 1984
Merkblatt 821, Edelstahl Rostfrei-Eigenschaften Informationsstelle Edelstahl Rostfrei, Düsseldorf, BRD
Metallographic instructions for color etching by immersion, E. Weck, E. Leistner, Deutscher Verlag für Schweisstechnik (DVS), Düsseldorf, 1983



Soldadura de acero inoxidable sometida a ataque químico según Beraha II.

20x