

APLICACIÓN EN TUBOS DE CALDERA DE LA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA MEDIANTE RÉPLICAS METALGRÁFICAS

APPLICATION IN BOILER TUBES OF ELECTRONIC MICROSCOPY USING METALLOGRAPHIC REPLICAS

Raúl O. Cozzarin¹, Alfredo Gonzalez², Damián Gennoso³

tecnoroc@hotmail.com, agonzalez@fi.unlp.edu.ar, damiangennoso@hotmail.com

¹Director de Ingeniería Industrial UTN – FRLP. Residencia La Plata (1900) Pcia. Buenos Aires,
Argentina

²Docente Investigador (CIC) Facultad de Ingeniería UNLP y FRLP -UTN. Residencia Ringuelet (1901)
Pcia. Buenos Aires, Argentina

³Docente encargado de Laboratorio Materiales UTN FRLP. Residencia La Plata (Sicardi) (1900) Pcia.
Buenos Aires, Argentina.

Recibido 08/07/2018; Aceptado: 30/11/2018

Resumen: Este trabajo permitió evaluar, mediante la aplicación de técnicas de microscopía óptica y microscopía electrónica (SEM), las réplicas metalográficas obtenidas en trozos de tubos de calderas. Para ello, se realizaron metalografías tradicionales de diversos trozos de sobrecalentador y pared de agua de caldera, a los cuales se le aplicaron distintos reactivos de ataque, de diversas concentraciones y de uso metalográfico, para posteriormente obtener de ellos las réplicas metalográficas mediante el sistema Transcopy y luego compararlas tanto en su aspecto general como en la identificación de sus microconstituyentes. Del análisis sobre más de 60 muestras realizadas se concluyeron los resultados obtenidos que se indican en este artículo.

Palabras-clave: réplicas; microscopía; SEM; tubos; reactivos

Abstract: This work allow to evaluate, by means of optical microscopy and scanning electronic microscopy (SEM), the metallographic replicates got from pieces of boiler tubes. There were carried out traditional metallographies to several pieces of the overheater and water wall of the boiler. To these parts were applied different reactivos, of different concentrations and of metallographic use, so as to further obtain the metallographic replicates through Transcopy system. Then, they were compared not only in their general aspect but in the identification of their microconstituents. The results presented in this paper were obtained from the analysis of more than 60 samples.

Keywords: replicates; microscopy; SEM; tubes; reactivos

El presente trabajo, fue realizado entre docentes investigadores de la FRLP (UTN) y la Facultad de Ingeniería de la UNLP.

1. Introducción

En la realización de probetas metalográficas para observación microscópica, cuando se alcanza la etapa de ataque químico, los detalles estructurales se ponen de manifiesto principalmente por una destrucción selectiva de la superficie a observar. Esto se debe a que en los materiales polifásicos las diferentes fases que conforman los constituyentes tienen una formación de orientación distinta en sus granos lo que les otorga diferentes velocidades de disolución. Por otra parte, existen reactivos que colorean o manchan de diferente forma las distintas fases (por ejemplo, ácido pícrico), otros reactivos actúan para su observación porque depositan productos de reacción en zonas de determinada composición (2).

En el caso de aleaciones polifásicas, el ataque es en su mayoría un proceso electroquímico consecuencia de la diferencia de potencial entre los distintos constituyentes al estar en presencia del reactivo aplicado. Las fases catódicas con un potencial bajo (electronegativo) no se verán alteradas en un ataque “normal” mientras que las fases anódicas (mayor potencial) quedarán más rugosas y profundas con relación al plano de la zona pulida de la probeta apareciendo microscópicamente como más oscuras en su observación.

El análisis no destructivo mediante réplicas metalográficas para el caso de los tubos de caldera, permite evaluar el grado de transformación que tiene lugar en las colonias de perlita y la esferoidización de los carburos. En los aceros sometidos a condiciones de Creep, como puede ocurrir en este caso de equipos, es de suma importancia conocer la secuencia con que ocurren estas transformaciones para tratar de establecer una relación entre éstas respecto del estado original y la magnitud del futuro daño en un componente de caldera.

2. Metodología

La metodología utilizada consistió en la preparación de muestras metalográficas sobre material de tubos de caldera, de pared de agua y de sobrecalentador, sin modificar las distintas variables de preparación de una muestra y aplicando distintas concentraciones de los reactivos de ataque y tiempos con el fin de identificar, para cada uno de ellos, los diferentes microconstituyentes presentes utilizando microscopía óptica y electrónica mediante la metalografía convencional y réplicas metalográficas por el sistema Transcopy.

Para obtener muestras con variaciones en la cementita de la perlita se realizaron diferentes tratamientos térmicos tratando de alcanzar el efecto de difusión que genere variantes estructurales y/o hasta la globulización de la misma. Por cada probeta a analizar se realizó una metalografía siguiendo los lineamientos convencionales de laboratorio y se obtuvieron posteriormente las réplicas metalográficas mediante el sistema Transcopy. Se procedió a comparar dichas probetas mediante microscopía óptica y electrónica de barrido buscando las diferencias entre ellas por el método comparativo.

Cabe destacar que la globulización de la cementita de la perlita genera variaciones en las propiedades mecánicas del acero que, en función del espesor y separación de las placas de cementita sobre matriz ferrítica, puede resultar muy significativa, por lo que resulta importante realizar su seguimiento en tubos de caldera a través de un proceso no destructivo como es el de réplicas metalográficas. La dureza, la resistencia y el alargamiento en un acero de bajo carbono son valores que están en función de la temperatura de transformación, su tiempo de exposición y la velocidad de enfriamiento a la que es sometido el material. (1)

Se realizó la aplicación del método para obtener réplicas en tubos de caldera y revelando las estructuras metalográficas con una serie de reactivos seleccionados para tal función.

Se utilizaron diversos trozos de tubos de caldera, con y sin uso que contaban con composiciones químicas que se podrían clasificar *como aceros de bajo carbono*. Posteriormente se obtuvieron muestras de tubos de sobrecalentadores, aleados con cromo. Algunos de ellos fueron entregados sin uso por personal de la Central Termoeléctrica “**Central Puerto**”, de la Ciudad Autónoma de Buenos Aires. Una vez obtenidas las mencionadas muestras, identificadas como “**TC 3**”, los esfuerzos se centraron en ellas. Cabe aclarar que se tomó dicha iniciativa ya que se consideró que para el estudio estar en presencia de un acero aleado sería el caso más desfavorable, en cuanto a la complejidad de las microestructuras comúnmente halladas en un tubo de caldera sometido a temperatura. Por tal motivo, al determinar un cierto alcance en calidad y definición del método para este material, se podría hacer extensible al resto de los aceros utilizados en calderería.

Debe resaltarse que en las primeras instancias de la investigación se contaba con las muestras de pared de agua, por lo que en un principio se les realizaron diversos estudios. Como fue anteriormente mencionado, una vez obtenida la muestra de Tubo de Sobrecalentador (TC3), se procedió a centrar allí los esfuerzos, siendo este el caso más desfavorable de los que frecuentemente se encuentran en la industria.

El análisis químico y su identificación según Normas realizado sobre los tubos dio como resultado:

Muestra N°	C%	Si%	Mn%	P%	S%	Fe%
TC1	0.19	0.2	0.41	0.03	0.02	98.9
TC2	0.15	0.15	0.5	0.03	0.07	98.1

El N° TC1 corresponde a ASTM A192

El N° TC2 corresponde a ASTM A192

Muestra N°	C%	Si%	Mn%	P%	S%	Fe%	Cr%	Mo%	Ni%
TC3	0.23	0.29	0.45	0.03	0.03	94.8	2.25	1.22	0.38
TC4	0.14	0.11	0.34	0.02	0.01	99.0	0	0	0

El N° TC3 se corresponde a ASTM A213 T22

El N° TC4 se corresponde a ASTM A192

A partir de las muestras tomadas de los mencionados tubos usados en pared de agua de caldera y de sobrecalentador se realizaron cortes en frío y se generaron diversas probetas. En todos los casos fueron debidamente cortadas, desbastadas y pulidas en condiciones de laboratorio, es decir, a temperatura controlada y en un ambiente libre de polvo, situación poco reproducible en los equipos instalados en fábricas.

Por otro lado, y con el fin de establecer posibles ocurrencias dentro de una caldera, se deformaron controladamente en frío y en distintos grados, una serie de probetas tomadas de las muestras de tubos. Posteriormente se les realizaron recocidos de recristalización a diversas temperaturas a fin de detectar los efectos que esto generaría y la capacidad de la réplica para captar y mostrar dichos cambios frente a diferentes reactivos de ataque.

Todo lo indicado fue realizado en el marco de la utilización de diferentes reactivos de ataque a diferentes temperaturas, haciendo siempre énfasis en los cambios micro-estructurales revelados y la facilidad de captarlos de la réplica. Algunos reactivos fueron utilizados en forma conjunta y superpuestos lo cual fue incluido en esta investigación.

El presente análisis se llevó a cabo en el marco de la norma **ASTM E 1351 “Standard Practice for Production and Evaluation of Field Metallographic Replicas”** que describe el método y su aplicación tanto para Light Microscope (LM) como para Scanning Electron Microscope (SEM), acotando a la microscopía óptica (LM) entre 50 y 1000x y a la microscopía de barrido (SEM) entre 500 y 5000x.

3. Deformaciones Ejercidas

Se realizaron cortes del tubo de sobrecalentador (TC3) y se realizó un control dimensional y perfiles de dureza de las muestras. Posteriormente se deformaron mediante laminado, generando deformaciones de 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 y 80% y se aplicaron los siguientes ciclos térmicos:

Permanencia en horno 3 hs a 725°C y Normalizado-

Permanencia en horno 3:45 hs a 725°C y Recocido-

Permanencia en horno 3:30 hs a 725°C y Temple en Agua -

Permanencia en horno 4 hs a 500°C y Recocido-

Permanencia en horno 4 hs a 500°C Temple en Agua -

Se seleccionaron y utilizaron diferentes reactivos, en particular se dio preferencia al Nital en las concentraciones de Nital 2, Nital 4 y Nital 6, al Picral y al reactivo de Murakami. Cabe destacar que los reactivos mencionados actúan, por sus características, de diferente manera ya que el Nital genera corrosión y el Picral y Murakami colorean las diferentes fases. Si bien las técnicas indican que nunca debe atacarse una probeta metalográfica por segunda vez sin repulirse su superficie, se procedió a experimentar con ataques de diferentes reactivos en forma superpuestas y a observar sus resultados.

Características de los reactivos utilizados

Siendo el objetivo del trabajo estudiar el comportamiento en tubos de calderas de distintos reactivos de ataque se utilizaron los siguientes reactivos para el estudio del alcance del método de END Réplica Metalográfica

Los reactivos utilizados fueron (2):

Reactivo Nital 2: ácido nítrico al 2% en alcohol etílico o metílico

Reactivo Nital 4: ácido nítrico al 4% en alcohol etílico o metílico

Reactivo Nital 6: ácido nítrico al 6% en alcohol etílico o metílico

Reactivo Picral: ácido pícrico al 4% en alcohol etílico o metílico (a temperatura ambiente y de ebullición)

Reactivo Vilella: Ácido clorhídrico y pícrico en alcohol etílico o metílico

Reactivo Murakami

Según lo mencionado, también fue objeto de este estudio detectar la posibilidad de utilizar diferentes reactivos en forma superpuesta para determinar su impacto, tanto en las metalografías ordinarias, como en sus réplicas desprendidas. Entre las combinaciones utilizadas se destacan:

- Reactivo Nital2 + Picral en ebullición
- Reactivo Nital 4 + Vilella
- Reactivo Nital 4 + Picral
- Reactivo Nital 4 + Murakami

Utilización de microscopía electrónica de barrido, ScanningElectronMicroscope (SEM)

Con el fin de lograr una buena resolución en la comparación de las estructuras obtenidas por el sistema tradicional y por las réplicas, se utilizó el microscopio electrónico en diversos aumentos.

El microscopio electrónico de barrido (SEM) utiliza un haz enfocado de electrones de alta energía para generar una variedad de señales en la superficie de las muestras sólidas.

Las señales que se derivan de las interacciones electrón-muestra revelan información acerca de la muestra incluyendo la morfología externa (textura), composición química, la estructura cristalina y la orientación de los materiales que componen la muestra. En la mayoría de las aplicaciones, los datos se recogen en un área seleccionada de la superficie de puntos seleccionados de la muestra; este enfoque es especialmente útil en la determinación cualitativa, estructura cristalina, y orientaciones de cristal.

Por lo expuesto, se entendió que era de importancia su utilización para realizar una excelente comparación entre las réplicas y las metalografías tradicionales de laboratorio.

4. Conclusiones obtenidas

Los resultados del método fueron muy satisfactorios en los casos en que se atacó con los reactivos Nital 2; 4 y/o 6%. Los mismos, según la bibliografía y la experiencia, son los ampliamente recomendados para el revelado de las microestructuras de aceros al carbono. Una vez logrado dicho revelamiento microestructural, se pudieron obtener réplicas que, aún constatadas a 7000 aumentos, eran fidedignas con las metalografías originales.

De manera correspondiente con lo antedicho, se pudieron constatar buenos resultados con el reactivo Vilella. Se introdujeron las mismas variables microestructurales, es decir, ciclos térmicos para globulizar la cementita de la perlita y laminados para generar progresivas deformaciones plásticas de los granos. Se compararon utilizando tanto microscopio óptico como SEM, yendo desde 100 hasta más de 7000x. En estos casos se pudo observar una total concordancia entre lo observado en original y la réplica metalográfica.

En el Anexo adjunto se incorpora un ejemplo de las metalografías obtenidas por sistema tradicional y réplicas utilizando microscopio óptico y SEM.

Para el reactivo Nital 4, en ellas se destaca:

Muestra tubo estándar: original y réplica presentan buena resolución siendo analizados tanto con microscopía óptica como SEM.

Para el reactivo Picral se destaca:

Muestra tubo estándar: original y réplica presenta buena resolución siendo analizados con microscopía óptica. En cuanto a la observación por SEM se verificó que, en algunas muestras, la definición de los carburos resultó deficiente.

Asimismo, se realizaron pruebas con Picral a temperatura. Se observó mediante microscopía SEM una pobre definición tanto en la probeta original como en su respectiva réplica.

Para los reactivos Nital 2 + Picral:

Muestra tubo estándar: original y réplica presentan buena resolución óptica. En cuanto a la aplicación SEM, la réplica resulta sumamente deficitaria en cuanto a la definición de los carburos presentes.

Para los reactivos de Murakami y Vilella se destaca:

La aplicación de estos reactivos produjo una importante corrosión en las muestras que desvirtuó el análisis de formación de carburos que se pretendía definir con la presente técnica de estudio.

Realizadas las comparaciones entre las metalografías obtenidas por el sistema tradicional de laboratorio y las réplicas metalográficas según los resultados de la metodología utilizada, cuyo ejemplo de microfotografías se exponen en el Anexo, los resultados del método fueron muy satisfactorios en los casos en que se atacó con **Reactivos Nital2; 4 y 6%**. Dichos reactivos son, según la bibliografía y la experiencia, ampliamente recomendados para el revelado de las estructuras de aceros al carbono. Esto se debe a su capacidad de generar crestas y valles. Como es ya sabido, a mayor topografía o relieve generada sobre la superficie del metal base, mayor será la definición de la metalografía y será más susceptible a ser copiado por las características de este tipo de réplica.

En los casos en los que se atacó con los reactivos de **Murakami y Vilella** se hizo presente un grado de corrosión que evitaba la observación de los carburos de interés. Para el reactivo de Murakami, observable en todos los casos, mientras que con Vilella, la nombrada corrosión, sólo visible con microscopía SEM. En el caso del reactivo PICRAL se observaron discrepancias entre la definición y conteo de carburos en el interior de los granos.

5. Bibliografía

(1) Determinación del efecto de la globulización de la perlita en las propiedades físicas de ϵ y γ en aceros utilizados en productos planos

J. O. Tormo, S.A. Schwartz.

(2) Fundamento de Prácticas Metalográficas – Khel.-

(3) Norma ASTM E 351-01

MetalsHandbook vol. varios 2000 –

Estudio de factibilidad en técnicas no destructivas para realizar metalografía en campo de componentes estructurales: Réplicas Metalográficas y Estudio de factibilidad en técnicas no destructivas para realizar metalografía en campo de componentes estructurales: Réplicas Metalográficas y Microscopio Portátil
W.Rodríguez- J.Estrella (CICYT)

Control of microstructural degradation by means of the non destructive technique of metalograficreplica .E.Gonzalez; P.Raffo; E. Pascuali;H.Sbuttoni

José Apraiz. Tratamientos Térmicos de los Aceros. Ed Dossat. 2000.

Albert Guy. Physical Metallurgy. Ed Addison-Wesley. Massachusetts. 1965.

Causas de fallas en calderas. 1Wilson Chávez B.; 2Cecilia Paredes V.; 3José Pacheco Edición Especial ESPOLCiencia 2003

Análisis de fallas metalúrgicas en calderas. HectorHernandez A: Universidad de Colombia

NALCO, Guía Nalco para el análisis de fallas en calderas., Ed. Mc Graw Hill, 1997, pp. 1-45.

5. Anexo

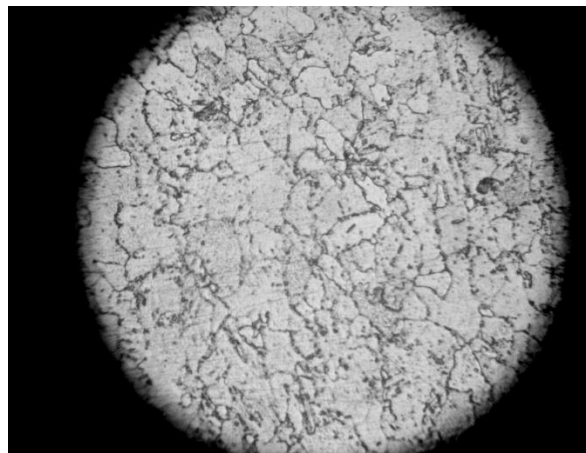


Figura 1-Microfotografía óptica tradicional x300

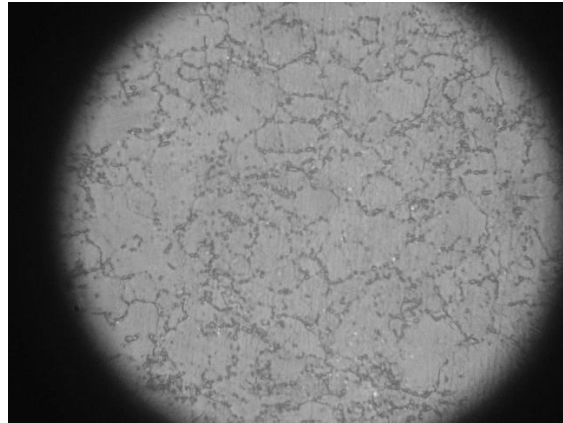


Figura 2 - Microfotografía óptica por réplica x300

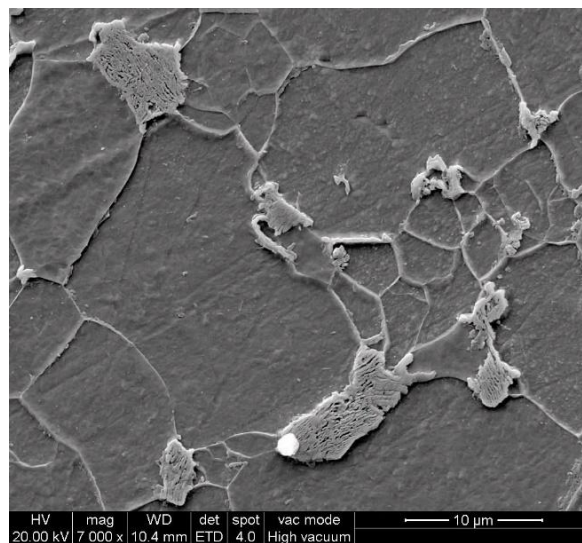


Figura 3 - Microscopía SEM x 7000

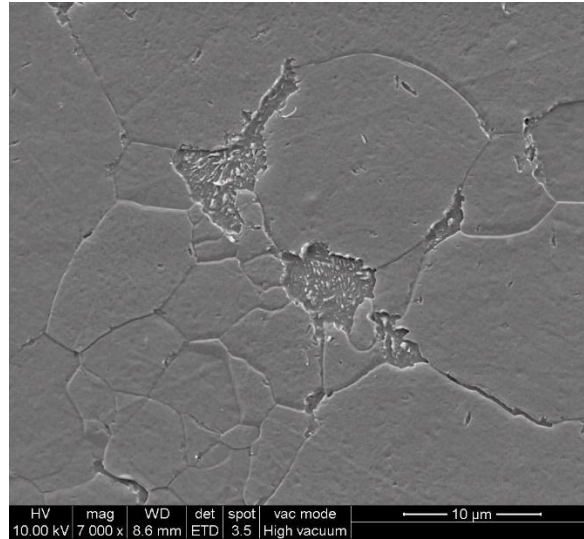


Figura 4 - Microscopía SEM de réplica x 7000