



# metalurgia

## detección de dislocaciones y obtención de figuras de corrosión en hierro-silicio

GONZALO CASTRO FARIÑAS \*  
y  
SEBASTIAN FELIU MATAS \*\*

\* Jefe del Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Universidad Central de Venezuela.  
\*\* Profesor de Fundición del Departamento de Metalurgia.

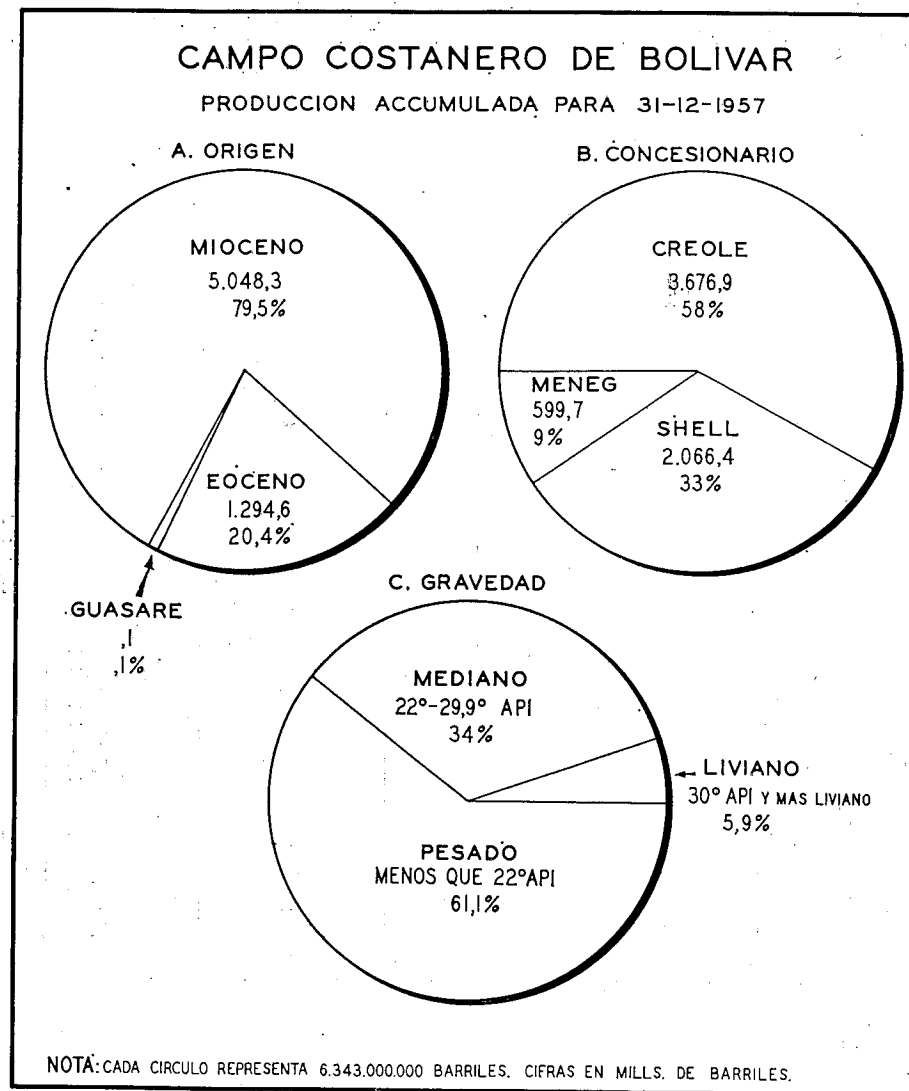


Figura 10

### Introducción

En los últimos tiempos se ha demostrado que gran número de propiedades del estado sólido están altamente influidas por una serie de imperfecciones existentes en el retículo cristalino. Entre estas imperfecciones tienen gran interés e importancia las denominadas imperfecciones lineales o dislocaciones.

Orowan, Polanyi y Taylor fueron los primeros que aplicaron el concepto de dislocación a la deformación plástica de los metales. En la actualidad este concepto explica toda una serie de fenómenos de notable interés para la Metalurgia Física.<sup>1</sup>

Los metales están formados, generalmente, por una serie de granos, cuyo retículo cristalino tiene orientaciones determinadas. Supongamos a

uno de estos granos, experimentando proceso de deslizamiento sobre uno de sus planos de deslizamiento, y admitamos, además, que este deslizamiento ha ocurrido sólo sobre parte de dicho plano. En la figura 1, la línea **AD** representa el límite del área deslizada **ABCD** dentro del cristal. La figura 2, muestra el retículo cristalino en un plano de átomos normal a la línea **AD** de la figura 1. Se observa claramente que dicho retículo, en una región inmediatamente próxima a **AD**, es imperfecto. La línea **AD** corresponde a una dislocación del tipo de las clasificadas bajo el nombre de dislocaciones de arista o de Taylor.

Otro caso interesante es el de las dislocaciones en hélice o de Burgers, que se muestra en la figura 3. En ella el retículo cristalino, que entorna

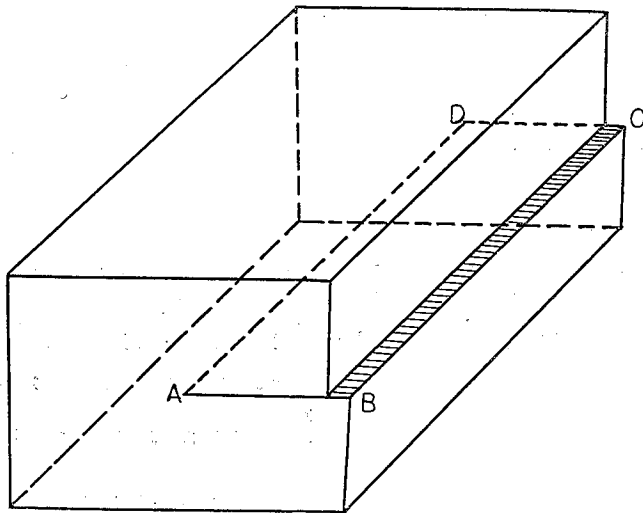


Fig. 1. — Formación de una dislocación de arista (línea AD) por un deslizamiento dentro del cristal.

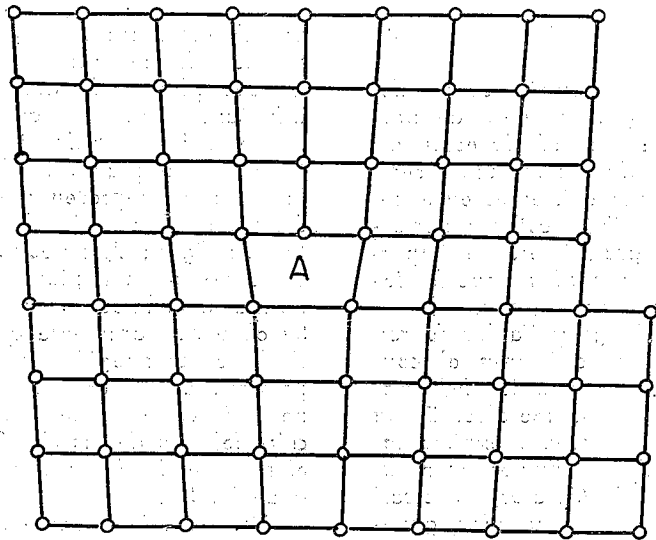


Fig. 2. — Ordenación atómica en un corte perpendicular al plano ABCD de la figura 1, mostrando la imperfección reticular.

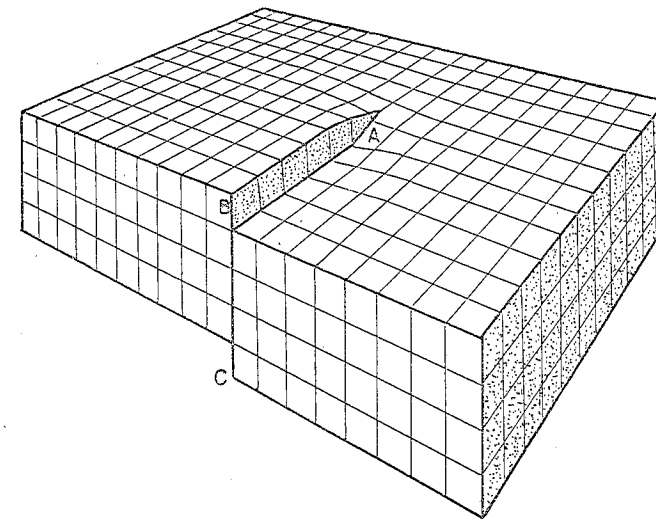


Fig. 3. — Vista del retículo cristalino en la zona de emergencia de una dislocación en hélice.

la dislocación, no está formado por un conjunto de planos atómicos paralelos superpuestos, sino que puede considerarse más bien como un plano atómico único de forma helicoidal o rampa en espiral.

Estos conceptos de dislocación, como dijimos anteriormente, fueron introducidos para explicar teóricamente el fenómeno de la deformación plástica, sin embargo, han encontrado posterior confirmación al poderse aplicar a todo un conjunto de fenómenos diversos, relacionados con las propiedades del estado sólido.

Para estudiar y esclarecer los detalles concernientes a la presentación de dislocaciones y a sus características, hace falta disponer de métodos adecuados para revelar tales imperfecciones. Se comprende que una de las técnicas mejores para este fin sea el examen microscópico de superficies, preparadas de modo que sobre ellas se pongan de manifiesto tales anomalías.

Desgraciadamente son muy esca-

sos los reactivos capaces de revelar las dislocaciones emergentes en las superficies sólidas. Más difícil todavía es diferenciar por examen microscópico, entre los diversos tipos de dislocaciones, concretamente, entre las dislocaciones de arista y las en hélice.

Queda justificado, pues, el interés y, a veces, la necesidad de desarrollar nuevas técnicas que permitan revelar las dislocaciones y estudiar sus características.

Otro punto importante para el estudio de las propiedades del estado sólido metálico, es la determinación de la orientación cristalina de los diferentes granos que integran el metal, pues, como es sabido, son numerosas las propiedades relacionadas con la orientación cristalográfica granular. En particular, pueden existir determinadas relaciones entre las líneas de dislocaciones y la orientación de los cristales.

A lo largo de este trabajo se darán a conocer nuevos métodos para re-

velar dislocaciones en el hierro-silicio, así como normas para la obtención de figuras de corrosión que suministren información sobre la orientación de la superficie expuesta de cada uno de los granos.

Para revelar los distintos aspectos y características de la estructura metálica, se ha usado de un modo habitual la técnica del ataque electro-lítico, ya que dicho método permite un control y gradación del ataque muy superior al que se puede conseguir con el uso de métodos químicos.

Como medios atacantes se han escogido soluciones de ácido fosfórico, que tienen la propiedad de dar superficies atacadas limpias, con estructuras de corrosión bien definidas, o sea, que dejan el metal en condiciones óptimas para el examen metalográfico. También, aunque en menor escala, han sido experimentadas otras soluciones, en especial de ácido sulfúrico y mezclas de ácidos fosfórico y sulfúrico.

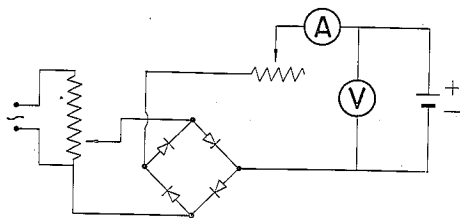


Fig. 4. — Esquema del circuito de ataque electro-lítico empleado.

Las probetas metálicas que se emplearon en este estudio se cortaron de chapa de hierro-silicio. La composición química de dicho material es hierro aleado con cierta cantidad de silicio. Como impureza contiene pequeño porcentaje de carbono.

La estructura cristalina de la chapa de hierro-silicio corresponde a la del Fe -  $\alpha$ .

Se ha comprobado, posteriormente, que gran parte de los resultados

obtenidos con el hierro-silicio, que se exponen en este trabajo, son igualmente válidos para probetas de hierro puro, cuya estructura es también Fe -  $\alpha$ .

#### Parte experimental

Para realizar este estudio se han usado probetas de hierro-silicio, que fueron cortadas de una chapa de este material de 0,5 mm. de espesor. Sus otras dos dimensiones fueron 2,5 cm.  $\times$  1 cm.

Antes de someter dichas probetas a tratamiento anódico fue necesario eliminar una capa antioxidante que las recubría y aislaba. Con este fin se siguieron uno cualquiera de los dos caminos (a) Desbaste mecánico con papel de esmeril fino, o (C) decapado con  $H_2SO_4$  dil. (1:2) en caliente. El procedimiento último permite disponer de superficies libres de la serie de imperfecciones que se introducen en el desbaste mecánico.

En el estudio de las curvas de voltaje VS. densidad de corriente, parte de la superficie de la probeta se recubrió de una capa de esmalte, que dejaba expuesta a la acción del baño electro-lítico sólo 1 cm.<sup>2</sup> de superficie. De este modo, además de evitar la línea de agua, se podía controlar perfectamente la densidad de corriente.

El circuito eléctrico utilizado (Fig. 4), fue de gran simplicidad. La corriente alterna era rectificada, y entre los dos polos de salida se intercalaban en serie: un reostato variable, un amperímetro y la cubeta electro-lítica. Esta última estaba formada por un vaso de precipitados de 400 ml., un arrollamiento de acero inoxidable de 6 cm. de diámetro como cátodo, y unas pinzas para sostener la probeta anódica. Como soporte para los electrodos y para evitar cambios en la concentración del baño, la cubeta era cubierta por una placa de plástico,

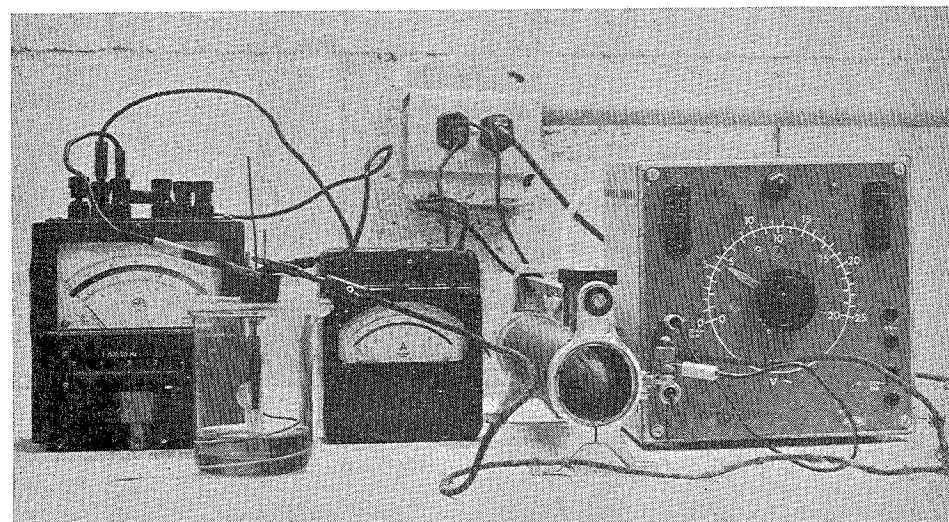


Fig. 5. Fotografía mostrando los elementos esquematizados en la figura 4.

perforada convenientemente para permitir el paso del cátodo y del ánodo. Este se situó exactamente en el centro del arrollamiento catódico.

La temperatura de los baños fue controlada y se encontró que durante el proceso permanecía constante, aproximadamente 25° C.

Se ha dicho anteriormente que los baños electro-líticos ensayados han sido principalmente soluciones de ácido fosfórico de distintas concentraciones. Los primeros experimentos se llevaron a cabo con la concentración de 198,1 gr./l. de  $H_3PO_4$ . Se trazó la curva voltaje vs. intensidad, y se examinó la probeta al microscopio, encontrándose en ella figuras de corrosión. Estudiados metalográficamente, con detalle, los distintos puntos de las ramas de activación y pasivación, se observaron una serie de fenómenos interesantes, que nos aconsejaron extender el estudio a baños de otras concentraciones, abarcando de un modo escalonado desde los 25 gr./l hasta los 200 gr./l.

La gráfica N° 1 muestra la varia-

ción del voltaje frente a la densidad de corriente al usar el baño de concentración 25 gr./l. Con este baño las probetas tienden a activarse al permanecer en la zona pasiva tiempos superiores a los 5 minutos. Después de un tratamiento a 2,5 volt. y 0,07 amp./cm.<sup>2</sup> la probeta presentó figuras de corrosión en la superficie del metal. Otra probeta sometida durante 5 minutos a 2,5 volts. y 0,07 amp./cm.<sup>2</sup>, y que luego fue llevada a la zona pasiva, a 11 volt. y 0,25 amp./cm.<sup>2</sup>, durante cierto tiempo, reveló una serie de líneas de dislocaciones (fotomicrografía de la figura 6).

La gráfica N° 2 corresponde al baño cuya concentración es 50 gr./l. de  $H_3PO_4$ . Es de destacar que a 1,8 volt. y 0,1 amp./cm.<sup>2</sup> se obtienen figuras de corrosión bien marcadas. La figura 7 presenta la zona de unión entre tres granos de diferente orientación. Se observan figuras de corrosión correspondientes a planos con orientaciones próximas a las de los planos (100), (111) y (110). A 5,5 volt. y 0,15

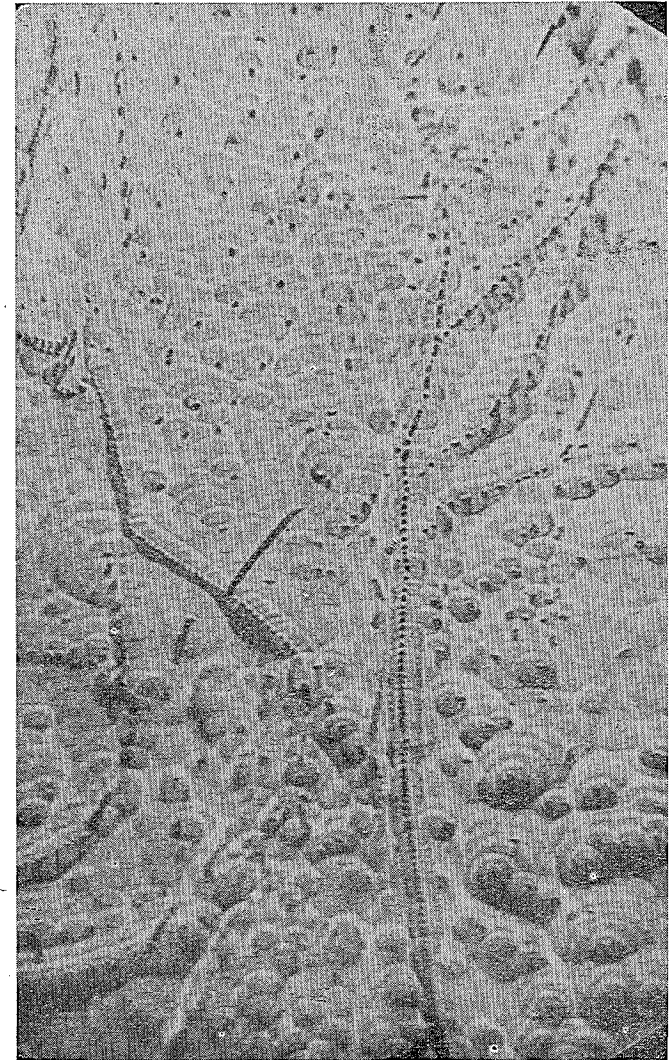
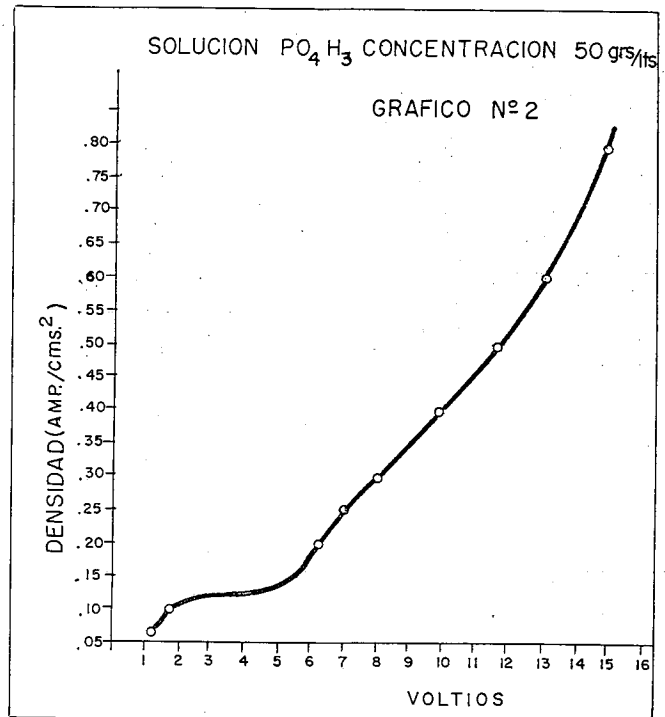
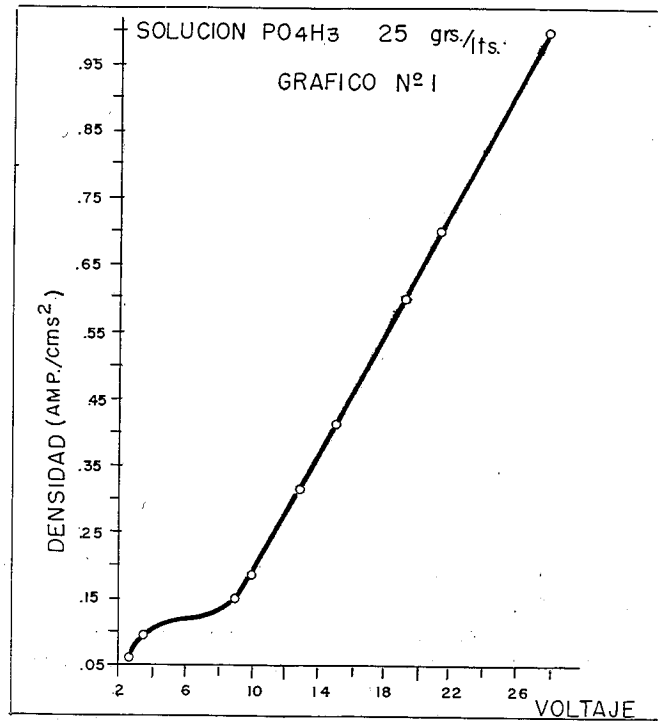


Fig. 6. 1200 X  
Dislocaciones revelando límites de subgranos.

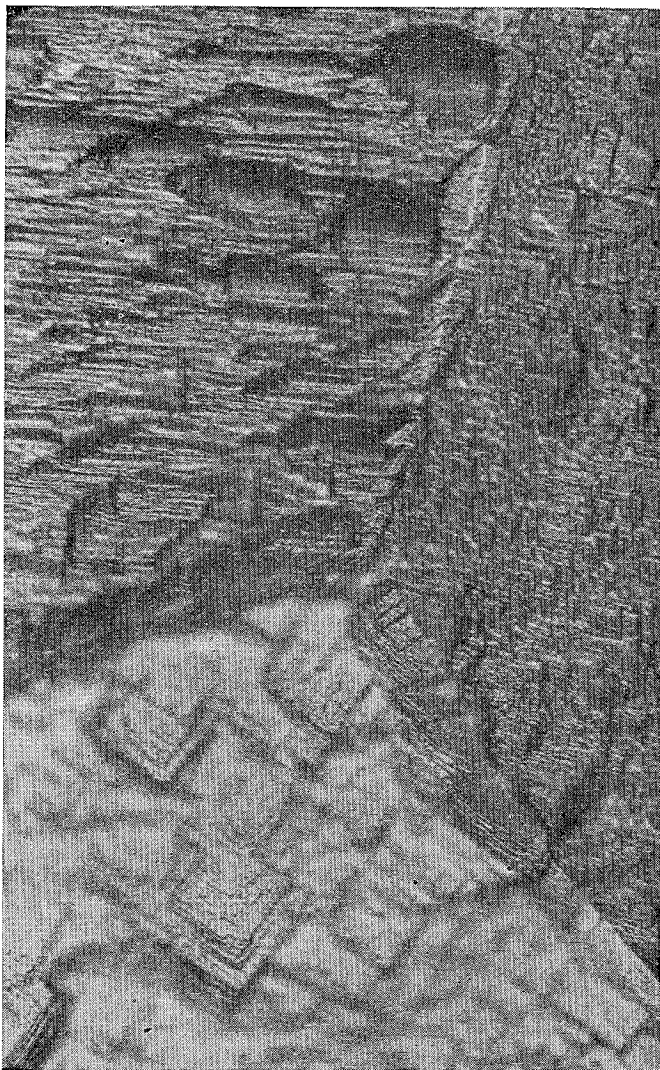


Fig. 7. 1200 X  
Figuras de corrosión en tres granos diferentemente orientados.

amp/cm<sup>2</sup> aparecen líneas de dislocaciones con características algo diferentes a las que se habían obtenido con el baño anterior.

La gráfica N° 3, que fue obtenida con el baño fosfórico de concentración 75 gr./l., no presenta ninguna característica especial en su trazado. La densidad de corriente crítica para la pasivación es algo mayor que la de los baños precedentes, pero la forma de ataque anódico del metal es parecida a la del baño anterior. Lo mismo puede decirse respecto a las gráficas números 4, 5, 6 y 7, trazadas con baños de concentraciones 100, 125, 150 y 175 gr./l. de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>.

En la gráfica N° 8 se muestra la curva densidad de corriente frente voltaje, para una concentración de 200 gr./l. En la parte baja de su rama activa aparecen figuras de corrosión con características parecidas a las obtenidas con los otros baños. Dentro de esta misma rama, aunque a un voltaje y densidad de corrientes cercanas a las de pasivación (2 volt. y 0,15 amp./cm.<sup>2</sup>) nos encontramos con el hecho realmente curioso de la formación de figuras curvilíneas y en espiral en ciertas zonas de la probeta, generalmente lindantes con los extremos de la superficie metálica. Figuras 8, 9, 10 y 11. Este nuevo tipo de figuras corresponde a dislocaciones del tipo de Burgers. En la rama pasiva el baño actúa de un modo parecido a los anteriores. Las probetas que habían sufrido el tratamiento preliminar de un decapado químico en una solución de ácido sulfúrico en caliente, presentaban una superficie profundamente corroída, aunque con direcciones cristalográficas de ataque preferente. Si estas probetas se someten a electroataque con el baño de 200 gr./l. de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>, llevándolas a la zona pasiva cierto tiempo, se revelan perfecta-

mente las características geométricas del precipitado que ha decorado las dislocaciones. Figuras 12, 13, 14 y 15.

En la gráfica N° 9 se da la variación de densidad de corriente crítica para la pasivación de la probeta metálica frente a la concentración de H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> de cada uno de los baños.

#### Discusión

En primer lugar es interesante considerar las diferencias en la forma del ataque anódico de las probetas de hierro silicio a lo largo de la curva: tensión entre bornes versus intensidad de corriente.

La circunstancia de que a voltajes bajos aparezca la superficie metálica integrada por gran número de figuras de corrosión, de formas geométricas simples, siguiendo determinados planos cristalográficos, indica lógicamente una dependencia entre la velocidad de disolución anódica y la orientación cristalina. Las figuras de corrosión estarán limitadas por los planos de menor tendencia a la disolución, y resultarán tanto mejor definidas cuanto más acusadas sean las diferencias de actividad entre los diversos planos cristalinos. La disolución dentro del estado activo, a d.c. bajas, favorece el ataque de ciertas direcciones y, por consiguiente, la presentación de figuras de corrosión.

Al aumentar la d.c., sin abandonar el estado activo, las figuras de corrosión pierden definición, y a d.c. próximas a la crítica para la pasivación anódica, pueden presentarse figuras de corrosión en forma de espiral en ciertas zonas de la superficie atacada.

Este nuevo tipo especial de figuras debe relacionarse con la existencia de dislocaciones en hélice emergiendo de la superficie metálica<sup>2</sup>. La desaparición de las figuras de corrosión de formas geométricas rectilíneas y la aparición, en cambio, de

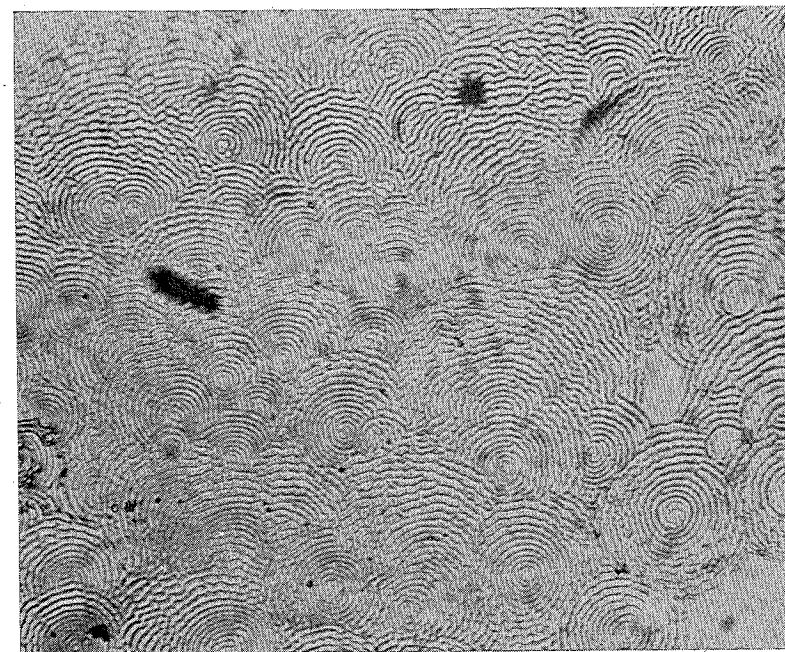
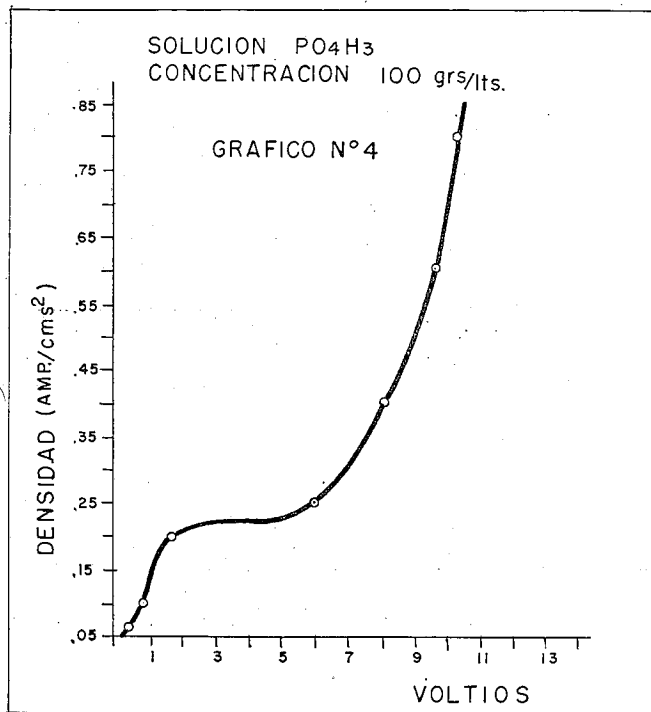
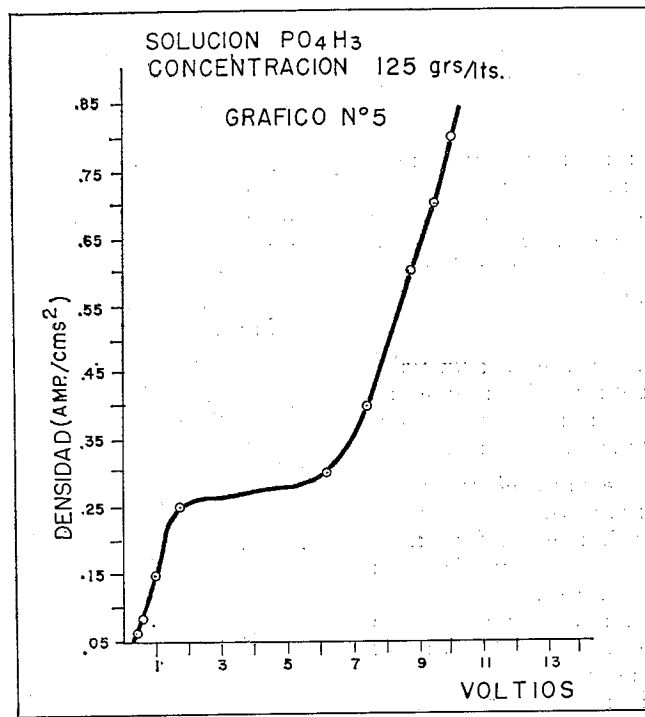
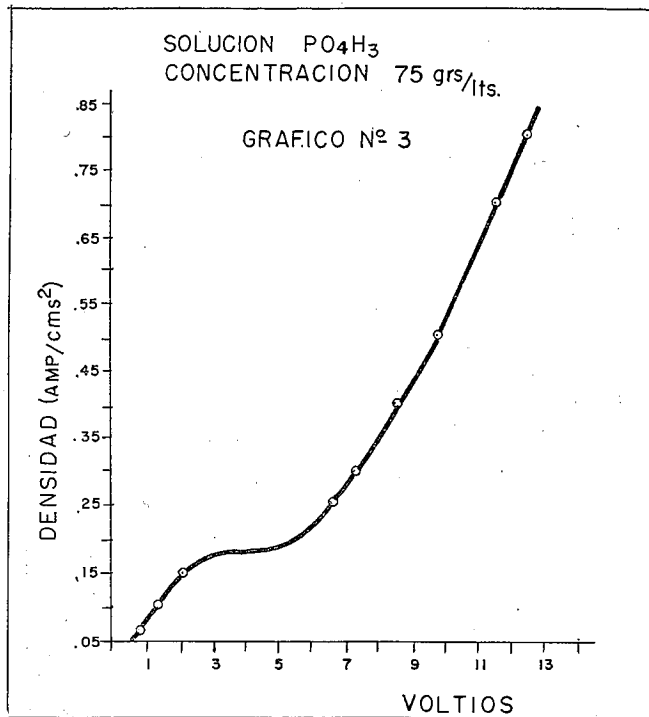


Fig. 8. 1200 X  
Figuras en espiral mostrando dislocaciones en hélice.

nuevas figuras con características curvilíneas y en forma de espirales, indica que, por un lado, la actividad disolutiva de los distintos planos cristalinicos ha tendido a igualarse, pero que, por otro lado, se han puesto en evidencia nuevas tendencias de ataque diferencial en las zonas del retículo cristalino que, por incluir imperfecciones, tienen especial reactividad.

Cuando la d.c. sobrepasa un valor crítico, la probeta metálica, que actúa de ánodo, cambia espontáneamente del estado activo al pasivo.

En este nuevo estado el metal se disuelve muy poco, ya que el proceso anódico principal es la formación de oxígeno gas sobre el ánodo. Si la actuación anódica se prolonga dentro del estado pasivo por un tiempo suficientemente largo, se observa una nueva forma de ataque, consistente en una serie de puntos o marcas diminutas oscuras sobre los lugares de emergencia de dislocaciones en la superficie del metal. Este ataque se produce sólo cuando las dislocaciones han sido "decoradas" previamente por un proceso de envejecimiento del metal, que motiva la segregación o precipitación de carbono contenido como impureza en el hierro-silicio en los lugares ocupados por tales imperfecciones<sup>3</sup>. Las dislocaciones de Taylor son las más propensas a experimentar fenómenos de segregación, lo que motiva, por consiguiente, que ellas sean las que preferentemente se revelen al trabajar dentro de las condiciones de ataque anódico en el estado pasivo.

La película pasivante protectora del metal, cuya formación generalmente se admite para explicar el estado pasivo, es seguramente menos efectiva en los puntos donde emergen dislocaciones decoradas, lo que explicaría

el ataque preferencial de estos lugares.

El hecho de que por electroataque con una solución de ácido fosfórico se revelen las dislocaciones decoradas del hierro-silicio, forma parte de un fenómeno bastante general, ya que ataques similares se consiguen con toda una serie de soluciones, cuando se opera en las condiciones de pasividad anódica del metal.

En este sentido es interesante mencionar que un baño de  $H_2SO_4 : H_2O$  (1 : 3 en vol.) revela dichas dislocaciones en un tiempo notablemente más corto, del orden de segundos, en tanto que el baño de ácido fosfórico necesita tiempos del orden de diez y más minutos. El clásico baño de Morris, que es una mezcla de los ácido crómico y acético<sup>4, 5</sup>, pone también en evidencia las dislocaciones decoradas, después de unos tres minutos de electroataque. La actuación del baño sulfúrico es, pues, mucho más rápida. Sin embargo, el baño sulfúrico no resultó del todo satisfactorio, por producir ciertas anomalías en el ataque. Esta circunstancia desfavorable fue corregida usando una mezcla de  $H_2SO_4 : H_3PO_4 : H_2O$  (20 : 50 : 30 en vol.) que, revelando perfectamente las dislocaciones decoradas, tiene la ventaja sobre el de Morris, de una notable mayor rapidez en el proceso de electroataque.

Es de particular interés la figura 12 en las que aparecen simultáneamente dislocaciones decoradas y figuras de corrosión. En ellas puede apreciarse claramente que la "decoración" está formada por pequeñas láminas, que siguen orientaciones determinadas en relación con los planos cristalográficos, deducidos de las figuras de corrosión. Este comportamiento sugiere que la decoración se ha producido por la "precipitación" de cierto compuesto, con caracterís-

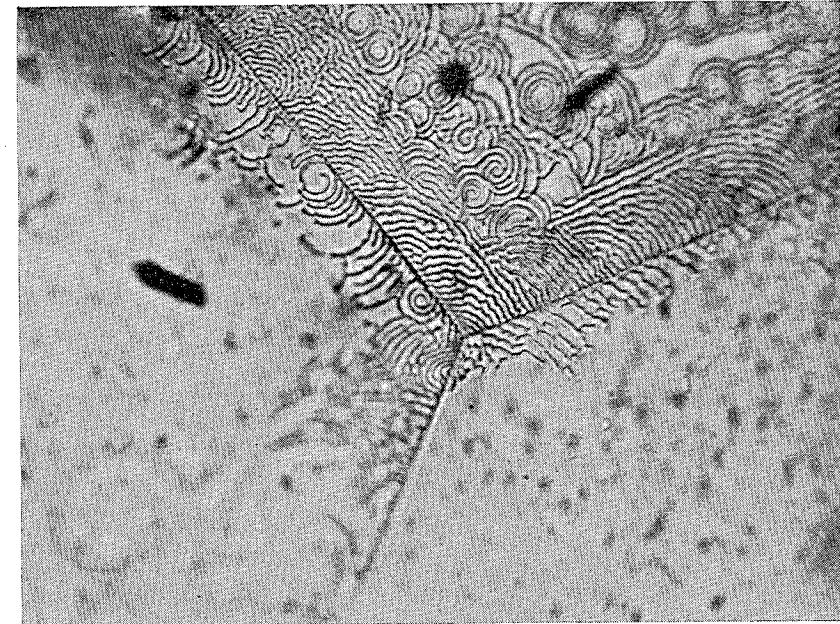


Fig. 9. 1200 X  
Zona de unión de tres granos. Mayor abundancia de formas en espiral en la vecindad de los límites de grano.

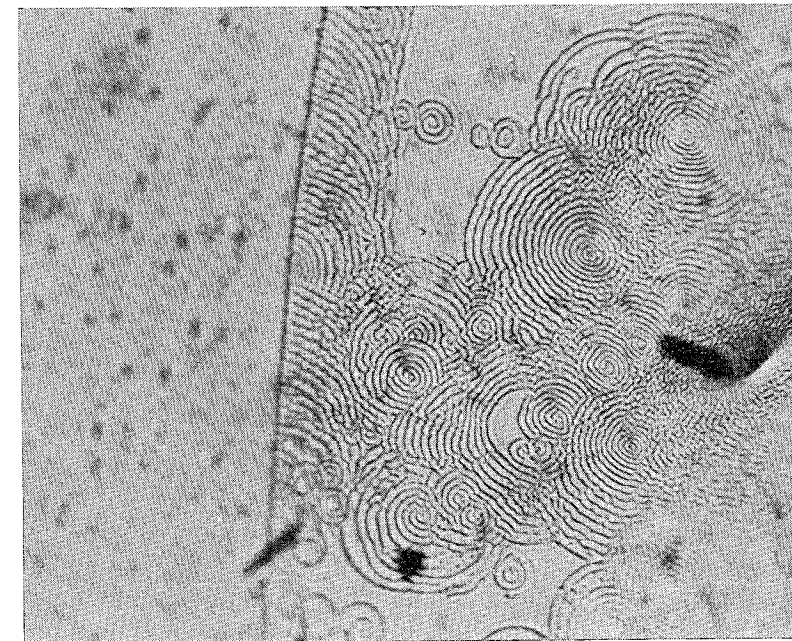


Fig. 10. 1200 X  
Límite entre dos granos. Las figuras de ataque se presentan exclusivamente sobre uno de los granos.

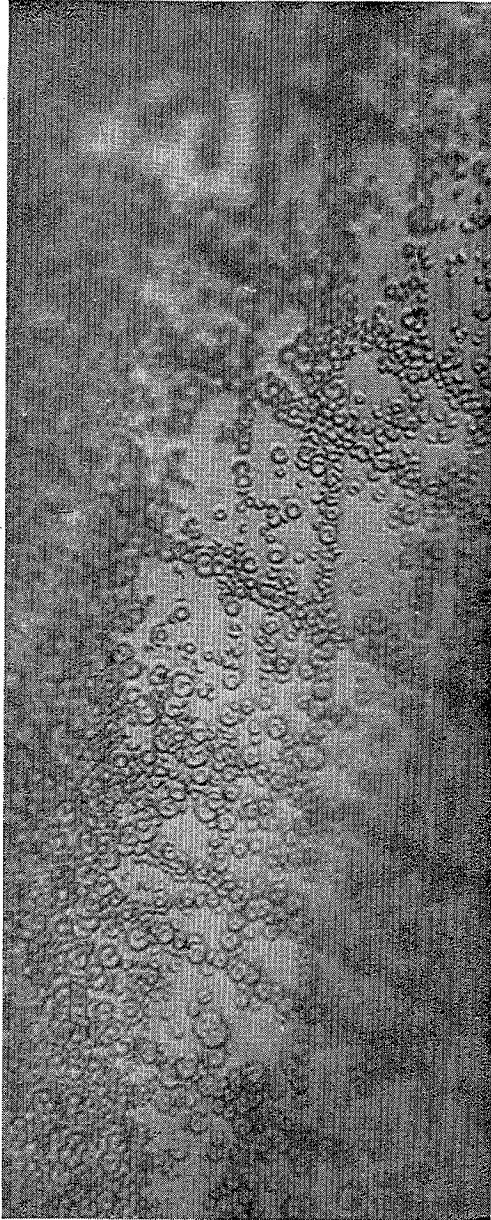


Fig. 11. 1000 X  
Dislocaciones en hélice a lo largo de bandas de deslizamiento.

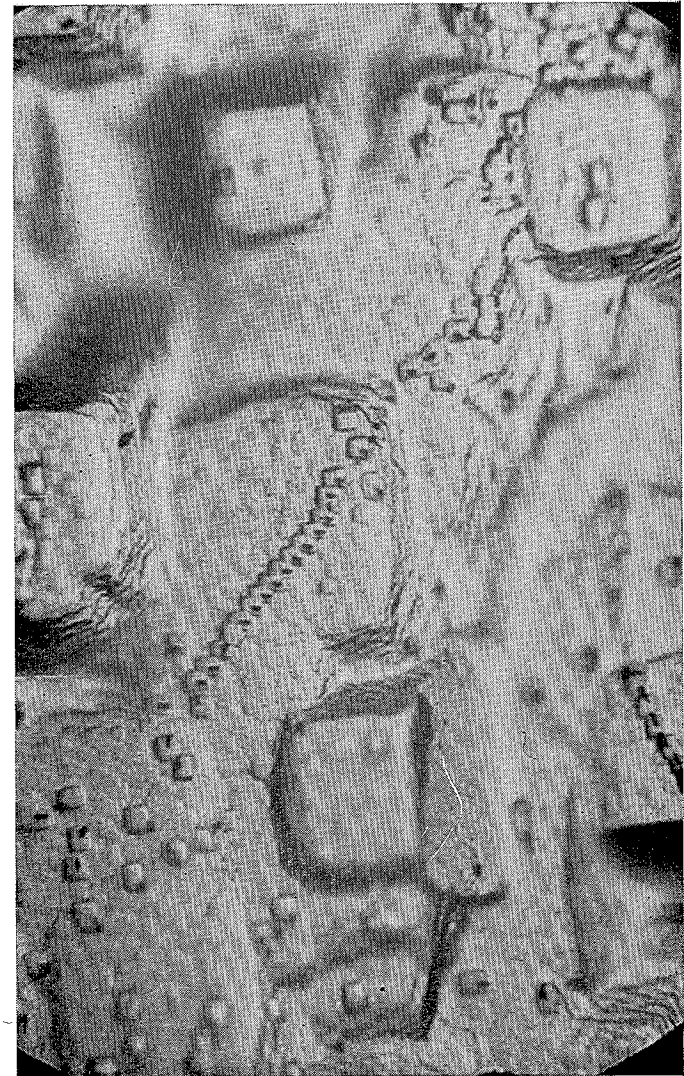


Fig. 12. 1500 X  
Ordenación del elemento decorante de las dislocaciones en relación  
con figuras de corrosión.



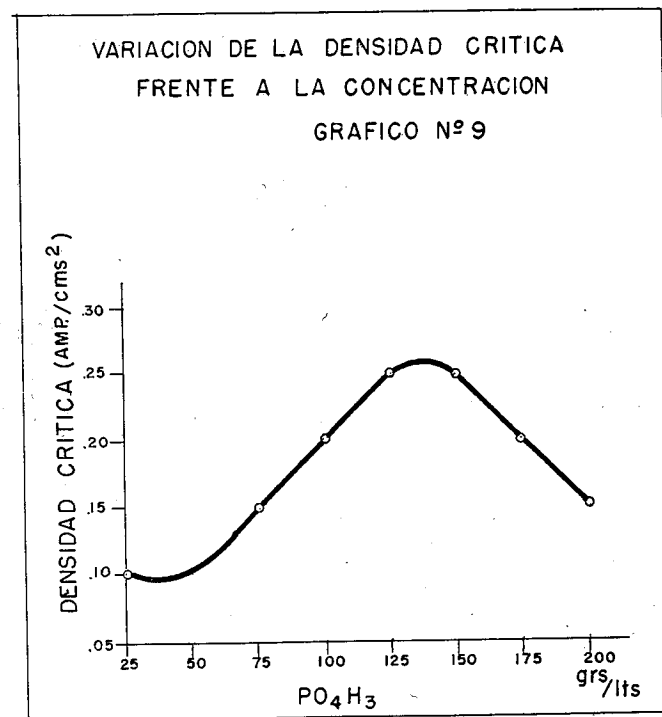
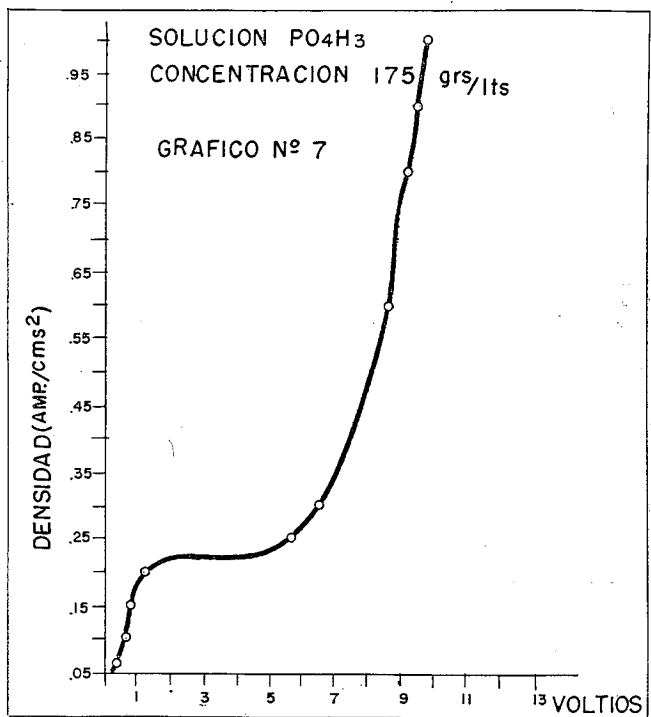
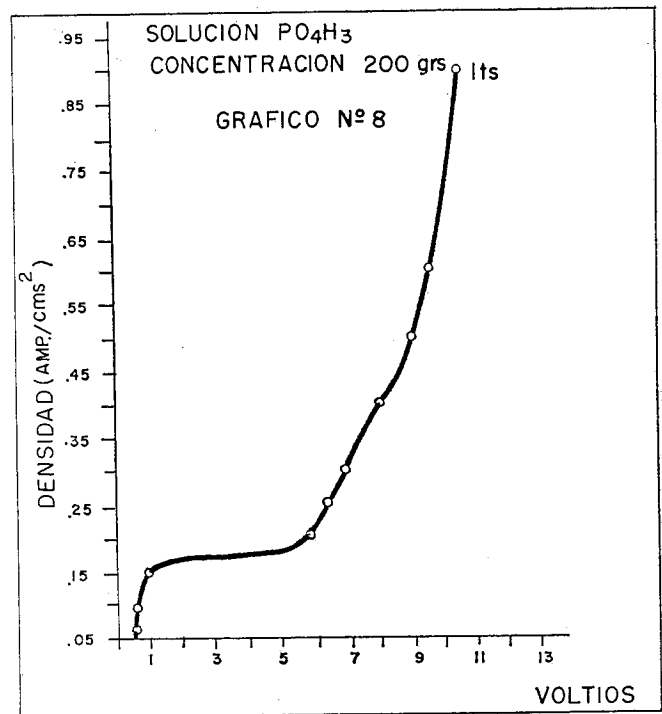
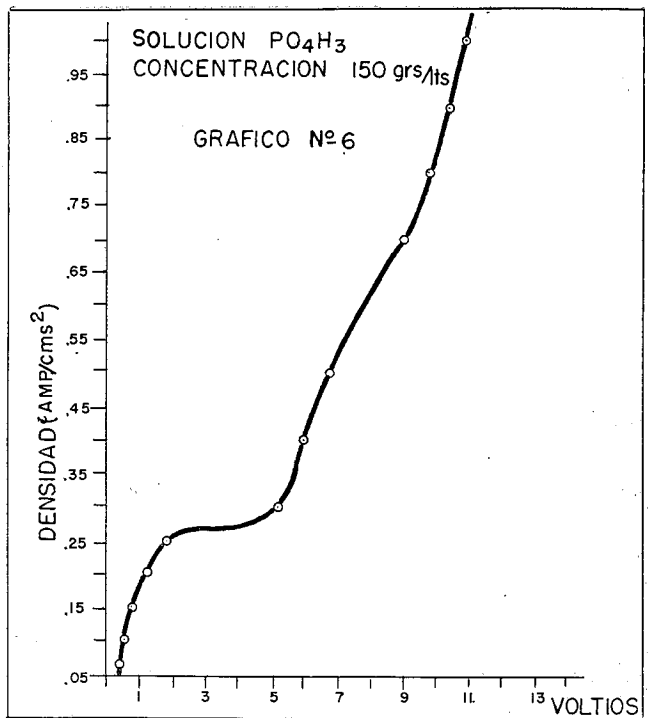




Fig. 13. 1500 X  
Relación entre dislocaciones decoradas y planos (111) en el metal.

Fig. 14.

1000X

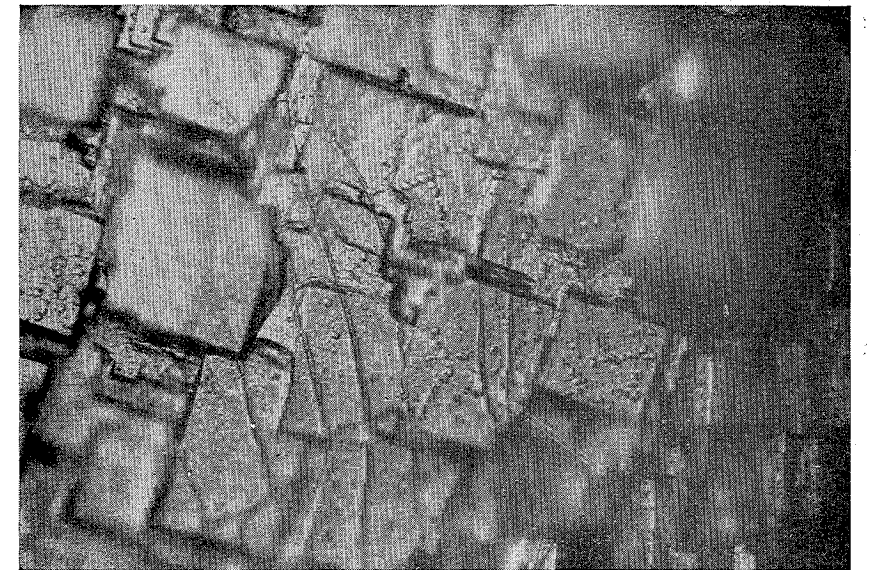
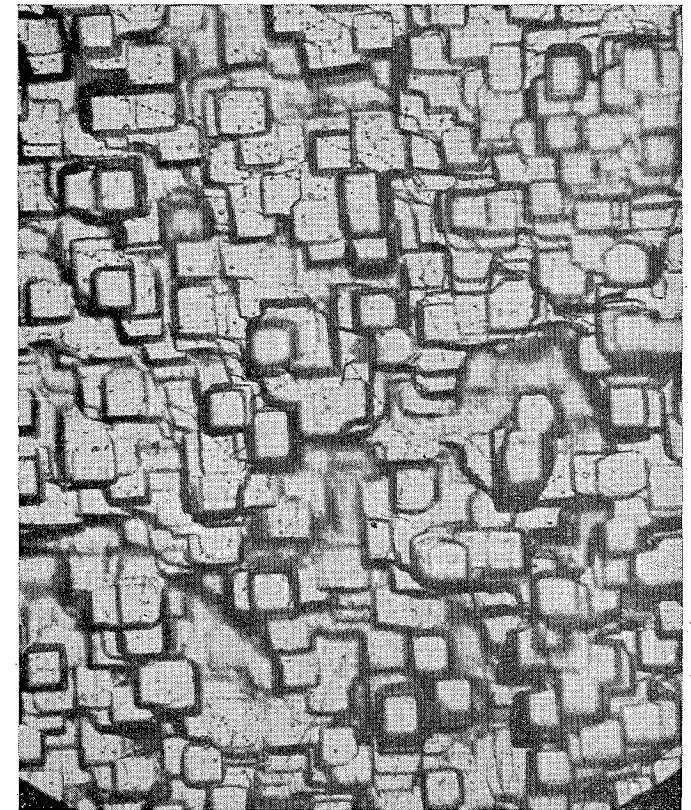


Fig. 15. 1500 X  
Ambas fotomicrografías muestran aspectos de la relación entre dislocaciones decoradas y planos (100).

ticas cristalinas laminares, en una región vecina a la dislocación. Según Suits y Low<sup>3</sup> el elemento "decorante" en el hierro-silicio es el carbono, que cuando se encuentra en cantidad suficiente llega a precipitar, formando partículas alargadas de carburo paralelas a los planos (100). En la fotomicrografía de la figura 12 se comprueba perfectamente la validez de esta última afirmación, pues las laminillas oscuras reveladas presentan orientaciones paralelas a los lados de las figuras de corrosión cuadradas formadas sobre el plano (100).

Otro hecho, deducido de nuestros experimentos, es que, a menudo, las líneas de dislocaciones, correspondientes a los límites de los subgranos producto de la poligonización, siguen orientaciones próximas a las de la línea de intersección de los planos (111) con la superficie del cristal. Obsérvense, por ejemplo, las figuras 12, 13, 14 y 15.

Los resultados que acabamos de mencionar, conseguidos con la técnica de producir figuras de corrosión, operando en la rama activa de la curva de polarización anódica, y revelar sobre ellas, después, las líneas de dislocaciones, atacando en la rama pasiva, demuestran lo interesante que puede ser dicha técnica para estudiar diversas características de la presentación de dislocaciones y su relación con la estructura cristalográfica.

La figura 11 revela que, durante la deformación plástica del hierro-silicio, parte de las líneas y bandas de deslizamiento que se forman, están constituidas por dislocaciones en hélice. La técnica de ataque, relatada ya, que ha servido para evidenciar dicho tipo de dislocación, sirve además pa-

ra demostrar la abundancia de dislocaciones en hélice en la estructura del hierro-silicio. Las figuras 9 y 10 muestran una acumulación de dichas dislocaciones en regiones vecinas a los límites de grano.

#### Agradecimientos

Agradecemos al Instituto del Hierro y del Acero de Venezuela la donación recibida para llevar a cabo esta investigación.

Agradecemos también al doctor H. Isava, Decano de la Facultad de Ingeniería y al doctor O. De Sola, Director de la Escuela de Geología, Minas y Metalurgia, el apoyo moral y los valiosos consejos que en todo momento hemos recibido.

Asimismo tenemos que manifestar nuestro reconocimiento al doctor José Royo y Gómez por su valiosa colaboración al redactar el presente trabajo.

Mención especial se hace a los estudiantes de nuestro Departamento, A. Alvarez Fernández y A. Repetto F., por la colaboración que nos prestaron.

Este trabajo fue publicado en la Revista N° 289 del Colegio de Ingenieros de Venezuela.

#### BIBLIOGRAFIA

1. W. T. Read. *Dislocations in Crystals*, McGraw-Hill Book Co., 1953.  
Ch. S. Barret. *Estructura de los metales*, Aguilar, 1953.
2. S. Feliu Matas y G. Castro Fariñas. Trabajo a publicar.
3. J. C. Suits y J. R. Low Jr. *Acta Metallúrgica*, vol. 5, mayo 1957, p. 285.
4. C. E. Morris. *Met. Prog.*, 56, 1956, p. 696.
5. C. G. Dunn y F. W. Daniels. *Trans. A. I. M. E.*, 191, 1951, p. 147.

## notas de la escuela

### simposio sobre el origen de la tierra y de los planetas

Nos ha parecido interesante presentar la traducción del informe de B. Yu Levin sobre este Simposio, aparecido en la edición inglesa del N° 7 (1958) de la revista soviética "Geoquímica", publicada por "The Geochemical Society" estadounidense y que se transcribe a continuación. José Royo y Gómez.

Durante la 10ª Asamblea General de la Unión Astronómica Internacional en Moscú, en agosto de 1958, se efectuó un simposio sobre el origen de la Tierra y de los planetas.

Esta fue la primera conferencia internacional hecha sobre ese tema. Aunque el simposio no formaba parte del programa oficial de la Asamblea, atrajo una concurrencia de más de 399 científicos soviéticos y de otros países.

En las dos sesiones del simposio presentaron trabajos los siguientes científicos: H. Jeffreys (Inglaterra), G. Kuiper (EE. UU.), E. L. Ruskol (U. R. S. S.), F. Hoyle (Inglaterra), A. T. Lebedin, SKKI (URSS), E. Schatzman (Francia), B. Yu Levin (U.R.S.S.), V. S. Safronov (U.R.S.S.), H. Urey (EE. UU.).

Jeffreys comentó sobre algunas dificultades astronómicas mayores que encuentran las hipótesis cosmológicas actuales, y expresó su opinión