

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



“ESTUDIO DE TRANSFORMACIONES DE FASE EN ACERO PREMOMET®”

POR

ING. MARCOS TORRES LÓPEZ

TESIS

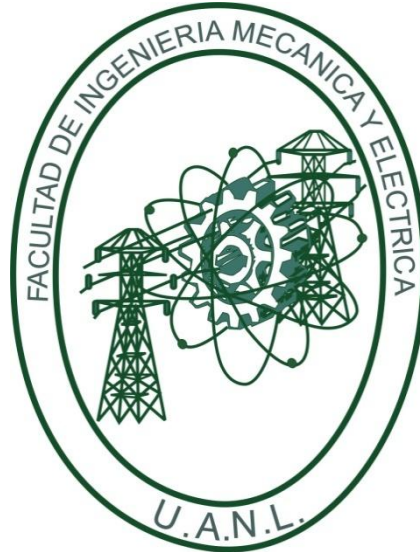
EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA CON
ESPECIALIDAD EN MATERIALES

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, NUEVO LEÓN DICIEMBRE 2013

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO



“ESTUDIO DE TRANSFORMACIONES DE FASE EN ACERO PREMOMET®”

POR

ING. MARCOS TORRES LÓPEZ

TESIS

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA CON
ESPECIALIDAD EN MATERIALES

SAN NICOLÁS DE LOS GARZA, NUEVO LEÓN DICIEMBRE 2013

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

Los miembros del comité de tesis, recomendamos que la tesis “**Estudio de Transformaciones de Fase en Acero PREMOMET®**”, realizada por el Ing. Marcos Torres López sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería con Especialidad en Materiales.

El Comité de Tesis

Asesor

Dr. Edgar Omar García Sánchez

Coasesor

Dr. Rafael Mercado Solís

Coasesor

Dr. Emmanuel Gutiérrez Castañeda

Vo. Bo.

Dr. Moisés Hinojosa Rivera

San Nicolás de los Garza, Nuevo León, Diciembre 2013

DEDICATORIA

*A Dios, a mi Hijo Marcos Adriél Torres Guerra y
a mi Esposa Lizangela Guerra Fuentes*

AGRADECIMIENTOS

Mi más sincero agradecimiento a cada una de las personas que me apoyaron para la realización de la presente tesis en especial a:

Dios que me ha dado salud, y sabiduría para llegar a este momento de mi vida.

A la U.A.N.L. y F.I.M.E. que me permitieron realizar mis estudios de maestría.

A CONACYT por darme la oportunidad de realizar mis estudios de maestría y apoyarme económicamente en esta parte de mi vida.

A mi familia, mi padre el Sr. Benito Torres Sánchez, mi madre la Sra. Ma. Josefina López Martínez y a mis hermanos José y Javier por el apoyo brindado durante mis estudios de posgrado.

A mi familia política Sr. José Moreira R., Sra. Juana Ma. Fuentes R., mis cuñadas Dania y Neylita por el tiempo dedicado a mi hijo mientras realicé mis estudios de posgrado.

A mi esposa Lizangela Guerra Fuentes, por el apoyo, enseñanzas y ayuda para la realización de este trabajo.

A mi asesor el Dr. Edgar O. García Sánchez por el apoyo brindado en la realización de la presente tesis.

Al personal del CINVESTAV Unidad Saltillo, por el apoyo brindado para la realización de experimentos, al Dr. Emmanuel Gutiérrez, Dr. Armando Salinas, Dr. Rogelio Deaquino.

A mis compañeros de maestría: Diego, Mauricio, Alfo, Alejandro.

Al CrossFit One por ser una manera de encontrar un desfogue cuando más estresado se está.

TABLA DE CONTENIDO

DEDICATORIA	IV
AGRADECIMIENTOS	V
TABLA DE CONTENIDO	VI
RESUMEN	1
INTRODUCCIÓN	2
OBJETIVO	4
OBJETIVOS PARTICULARES	4
HIPÓTESIS	5
CAPÍTULO I	6
ANTECEDENTES	6
1.1 ACERO	6
1.1.2 CLASIFICACIÓN DE LOS ACEROS	7
1.2 EFECTO DE ELEMENTOS DE ALEACIÓN EN ACEROS	7
1.3 ACERO PREMOMET®	8
1.4 TRANSFORMACIONES DE FASE EN MATERIALES	9
1.5 CINÉTICAS DE REACCIÓN EN ESTADO SÓLIDO	10
1.5.1 ESTRUCTURAS CRISTALINAS	12
1.6 DIAGRAMA HIERRO-CARBONO	14
1.7 MARTENSITA	16
1.8 ANÁLISIS TÉRMICOS	17
1.9 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO	19
1.9.1 DSC DE POTENCIA COMPENSADA	19
1.9.2 DSC DE FLUJO DE CALOR	21
1.10 DILATOMETRÍA	25

1.11 SIMULACIÓN DE DIAGRAMAS TTT Y CCT EN JMatPro	27
1.11.1 CÁLCULO DE LA MARTENSITA EN JMatPro	28
1.1 DUREZA	28
1.11.2 DUREZA VICKERS	29
CAPÍTULO II	31
<hr/>	
METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	31
<hr/>	
1.1 INTRODUCCIÓN	31
1.2 SIMULACIÓN EN JMatPro	32
1.3 CARACTERIZACIÓN PRELIMINAR	33
1.4 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO	36
1.5 DILATOMETRÍA	38
1.6 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL	40
1.7 MICRODUREZA	41
CAPÍTULO III	42
<hr/>	
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	42
<hr/>	
1.1 INTRODUCCIÓN	42
1.2 SIMULACIÓN EN JMatPro	43
1.3 CARACTERIZACIÓN PRELIMINAR	45
1.4 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO	48
1.5 DILATOMETRÍA	51
1.6 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL	56
1.7 MICRODUREZA	58
CONCLUSIONES	60
<hr/>	
RECOMENDACIONES	62
<hr/>	
BIBLIOGRAFÍA	VIII
<hr/>	
ÍNDICE DE FIGURAS	X
<hr/>	
ÍNDICE DE TABLAS	XII
<hr/>	

RESUMEN

Actualmente, la creciente necesidad de nuevos materiales con mejores propiedades mecánicas ha propiciado la investigación y desarrollo de nuevas aleaciones. El presente trabajo involucra el estudio de un nuevo acero denominado comercialmente PREMOMET®, el cual busca sustituir otros aceros como el 4140 y 8630. Las aplicaciones para este acero involucran engranes de maquinaria, flechas motrices y otras piezas donde se requiere una alta resistencia a la tensión y al desgaste.

Una revisión en el estado del arte indica que no se tienen estudios extensivos de las transformaciones de fase que ocurren en el acero PREMOMET® por lo que el presente estudio se enfoca en el análisis experimental de las temperaturas críticas de transformación de fase mediante técnicas de análisis térmico. La primer parte de esta investigación involucra el análisis del acero PREMOMET® por medio de calorimetría diferencial de barrido y pruebas de dilatometría, para posteriormente hacer un análisis microestructural del material y de propiedades mecánicas, y relacionarlo con sus temperaturas de transformación. Adicionalmente, se presentan los diagramas de transformación de fase en enfriamiento continuo (CCT) calculados en el software JMatPro para el acero estudiado.

INTRODUCCIÓN

La presente tesis surge de la necesidad de conocer las temperaturas de transformación de fase y su relación con las características microestructurales del acero PREMOMET®. Por lo anterior se utilizaron técnicas de análisis térmico como calorimetría diferencial de barrido (DSC) y dilatometría, para determinar los dominios de las fases.

Con este estudio se logra obtener:

- La temperatura de transformación austenítica del acero PREMOMET®, así como el análisis de la transformación martensítica.
- Relación de la microestructura del material sometido a diferentes tasas de calentamiento y enfriamiento, y el análisis de propiedades mecánicas como la microdureza.

En el capítulo 2 se presenta una revisión bibliográfica de los análisis térmicos utilizados para la realización de la presente tesis, se describe ampliamente el acero PREMOMET®, como su composición química, sus métodos de procesamiento, y el efecto de sus elementos aleantes en su microestructura. Se describen brevemente las características de sus principales fases (austenita y martensita).

En el Capítulo 3 se presenta la metodología llevada a cabo, donde se explica a detalle la caracterización preliminar del material, los pasos seguidos para realizar la simulación en el software JMatPro, la preparación de las muestras para dilatometría y calorimetría diferencial de barrido, así como los ensayos de microdureza realizados.

Los resultados y la discusión se muestran en el capítulo 4 donde se presentan las temperaturas de transformación obtenidas por las diferentes técnicas utilizadas, así como la caracterización microestructural del material donde se muestra que a diferentes tasas de enfriamiento se obtiene una matriz martensítica. Los resultados de la simulación con el software JMatPro permitieron observar algunas de las temperaturas de transformación del material investigado. Los resultados de microdureza se muestran de igual manera en este apartado, en los cuales se observa una variación mínima.

OBJETIVO

El objetivo de esta investigación es caracterizar extensivamente las transformaciones de fase en el acero PREMOMET®, establecer las diferentes temperaturas de transformación y relacionar éstas con la microestructura del material, así como con la microdureza de la aleación.

Objetivos Particulares

- Revisar y discutir el estado del arte del acero PREMOMET®.
- Estudiar las transformaciones de fase mediante técnicas de análisis térmico como DSC y dilatometría de alta velocidad.
- Realizar análisis microestructural mediante microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.
- Utilizar herramientas computacionales para determinar diagramas de transformación del acero PREMOMET®.

HIPÓTESIS

Es posible determinar en un amplio rango de temperaturas las transformaciones de fase y analizar la microestructura en el acero PREMOMET® utilizando métodos de análisis térmicos como herramienta principal y complementar con métodos de microscopía y computacionales.

CAPÍTULO I

ANTECEDENTES

1.1 ACERO

El acero es una aleación en la cual sus principales elementos químicos que lo componen son el hierro y carbono, este último en una proporción de unas pocas centésimas de uno por ciento hasta cerca de 1.60 por ciento. Todos los aceros contienen cantidades variables de manganeso y silicio, lo mismo que pequeñas cantidades de fósforo y azufre. Pueden también contener cantidades variables de otros elementos de aleación que promueven microestructuras particulares y confieren al acero propiedades específicas (1).

1.1.2 CLASIFICACIÓN DE LOS ACEROS

Los aceros se dividen según su contenido de Carbono en:

- Aceros eutectoides: Este tipo de aceros contienen 0.76% de C, y la proporción de carbono es conocida como proporción eutectoide.
- Aceros Hipo-eutectoides: Este tipo de aceros contienen menos del 0.76% de C.
- Aceros Hiper-eutectoides: Este tipo de aceros contienen más del 0.76% de C (2).

Los aceros pueden clasificarse por diferentes sistemas dependiendo de su composición química, métodos de manufactura, aplicaciones, métodos de procesamientos, formas del producto, tratamientos térmicos microestructura, etcétera (3).

1.2 EFECTO DE ELEMENTOS DE ALEACIÓN EN ACEROS

Los aceros contienen elementos de aleación e impurezas que son asociados con sus principales fases como son la ferrita, austenita y cementita. La combinación de efectos de los elementos aleantes y tratamientos térmicos produce una variedad de propiedades y microestructuras.

Los elementos de aleación influyen en el diagrama de equilibrio Fe-C de dos formas:

Expandiendo el rango austenítico, promoviendo la formación de austenita a límites de concentración más amplios. Los elementos estabilizadores de la fase gamma son: Zn, Cu, Ni, Mn.

Contrayendo el rango austenítico y promoviendo la formación de ferrita Cr, Si, Be, Al, Mo, W, Nb, V, P, Sn, Ti (4).

1.3 ACERO PREMOMET®

El acero PREMOMET® es producido por la empresa Carpenter Technology Inc., es un acero de alta resistencia el cual se obtiene por una combinación de procesos los cuales son fusión por inducción al vacío (VIM por sus siglas en inglés), y refusión por arco al vacío (VAR), seguido por una solidificación en lingotes.

En relación a la composición química de este acero la presencia de carburos en su microestructura añade resistencia a altas temperaturas y una alta resistencia a la termofluencia en su matriz ferrítica. La presencia de elementos aleantes como el cromo, molibdeno y cobalto añaden la formación y presencia de carburos de segunda fase, los cuales contribuyen al aumento de resistencia en la matriz; de igual manera la presencia de níquel confiere tenacidad y estabiliza la fase de austenita así como el molibdeno refina el tamaño de grano.

Este acero provee una combinación de alta tenacidad y resistencia en condiciones de temple.

El acero PREMOMET® es utilizado principalmente en la fabricación de engranes, bridas, flechas y partes de maquinaria que requieran alta resistencia a esfuerzos y al desgaste (5).

En la Tabla 1 se muestra la composición química nominal del acero PREMOMET®.

Tabla 1 Composición química del acero PREMOMET® (% en peso) (5).

C	Si	Ni	Co	Mn	Cr	Mo	V	Fe
0.4	1.5	3.8	0.5	0.9	1.25	0.5	0.3	Balance

1.4 TRANSFORMACIONES DE FASE EN MATERIALES

Durante el tratamiento de los materiales se pueden producir una variedad de transformaciones de fase, los cuales representan alguna alteración de la microestructura y las propiedades. Estas transformaciones se pueden dividir en tres categorías:

1. Transformaciones dependientes de difusión simple: no cambia ni el número ni la composición de las fases presentes (como solidificación de un metal puro, transformaciones alotrópicas, re-cristalización, crecimiento de grano).

2. Transformaciones dependientes de la difusión, en este tipo hay alteración en las composiciones de fase y a veces en el número de fases, (ejemplo la reacción eutectoide).
3. Transformaciones sin difusión donde hay formación de una fase meta-estable, (ejemplo transformación martensítica).

1.5 CINÉTICAS DE REACCIÓN EN ESTADO SÓLIDO

La mayoría de las reacciones en estado sólido no ocurren instantáneamente, la mayoría de las transformaciones representan la formación de una nueva fase que tiene una composición y/o estructura cristalina diferente a la de partida y se requiere algún reordenamiento atómico mediante la difusión.

Desde el punto de vista microestructural, el primer proceso que acompaña a una transformación de fase es la *nucleación*, o núcleos de una nueva fase capaces de crecer. Las posiciones favorables para la formación de estos núcleos son las imperfecciones, especialmente los límites de grano. El segundo proceso es el *crecimiento* del tamaño de núcleo, durante este proceso desaparece el volumen de la fase madre. La transformación es completa si el crecimiento de estas nuevas fases llega a alcanzar el equilibrio.

La fracción de reacción transcurrida se mide en función del tiempo, mientras que la temperatura se mantiene constante. Usualmente se sigue la evolución de la transformación mediante observación microscópica o midiendo alguna propiedad física, cuya magnitud sea distinta en la nueva fase. Los datos se representan gráficamente como la fracción de material transformado en función del logaritmo del tiempo, con ello se forma una curva sigmoidea (en forma de S)

como las que se muestra en la Figura 1, esta figura representa el comportamiento cinético típico de la mayoría de las reacciones en estado sólido, y se pueden observar las etapas de nucleación y crecimiento. Las transformaciones que se comportan cinéticamente de esta manera, la fracción de transformación “ y ” es función del tiempo “ t ”, según la ecuación de Avrami que se muestra en la Ecuación 1 donde k y n son constantes experimentales de la reacción independientes del tiempo.

$$y = 1 - \exp(-kt^n) \quad \text{Ecuación 1}$$

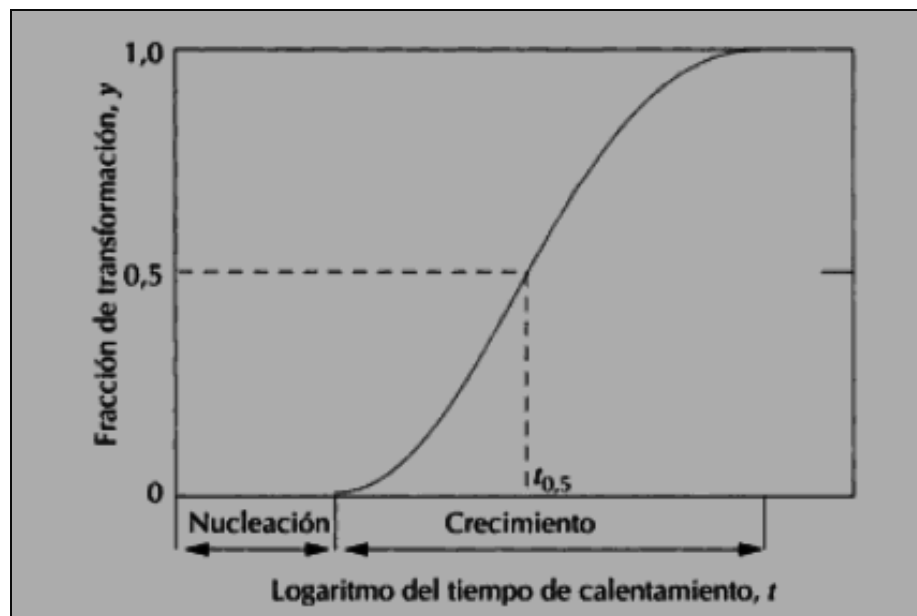


Figura 1 Representación gráfica de la fracción transformada frente al logaritmo del tiempo (6).

La velocidad de una transformación en la mayoría de las reacciones se incrementa con la temperatura y la velocidad de crecimiento sigue una relación de Arrhenius, de acuerdo a la ecuación 2;

$$\textit{Velocidad de crecimiento} = A \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$

Ecuación 2

Donde:

R = Constante de los gases.

T = Temperatura absoluta.

A = Constante independiente de la temperatura.

Q = Energía de activación para una reacción específica.

1.5.1 ESTRUCTURAS CRISTALINAS

Los materiales sólidos son regularmente clasificados acorde a como sus átomos o iones están ordenados unos respecto a otros. Un material cristalino es aquel en que sus átomos están situados en un arreglo repetitivo o periódico en distancias atómicas largas, esto es que existe un orden de largo alcance, tal

como sucede después de la solidificación donde los átomos se posicionan entre ellos en un patrón repetitivo tridimensional.

Algunas propiedades de los sólidos cristalinos dependen de la estructura cristalina del material. Hay un gran número de estructuras cristalinas todas teniendo un arreglo atómico de largo orden; estas varían de las estructuras relativamente simples para los metales extendiéndose a estructuras complejas de algunos cerámicos y materiales poliméricos.

Al describir las estructuras cristalinas, se piensa en los átomos (o iones) como esferas sólidas que tienen diámetros bien definidos. Esto se denomina “modelo de esferas” en el que las esferas que representan los átomos donde el átomo vecino más cercano está en contacto (6).

La mayor parte de los metales elementales (aproximadamente el 90%) cristalizan al solidificar en tres estructuras cristalinas de empaquetamiento compacto: cúbica centrada en el cuerpo (BCC) Figura 2, cúbica centrada en las caras (FCC) Figura 3 y hexagonal compacta (HCP) Figura 4 (7).

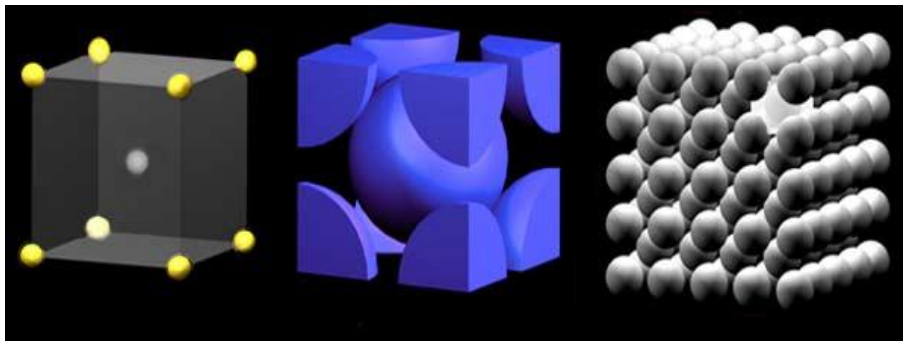


Figura 2 Estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (BCC) (8).

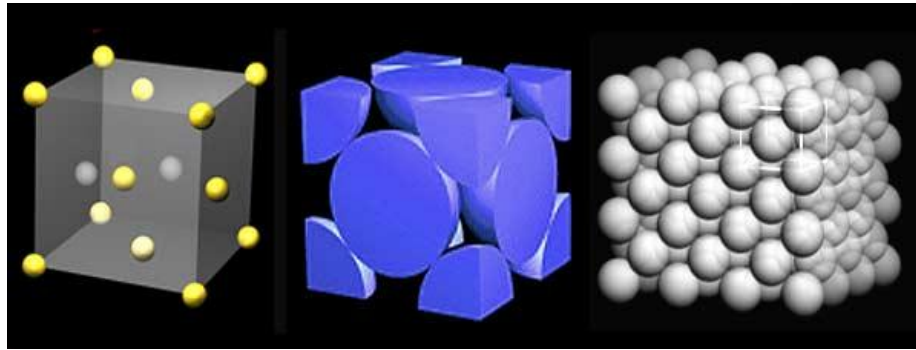


Figura 3 Estructura cristalina cúbica centrada las caras (FCC) (8).

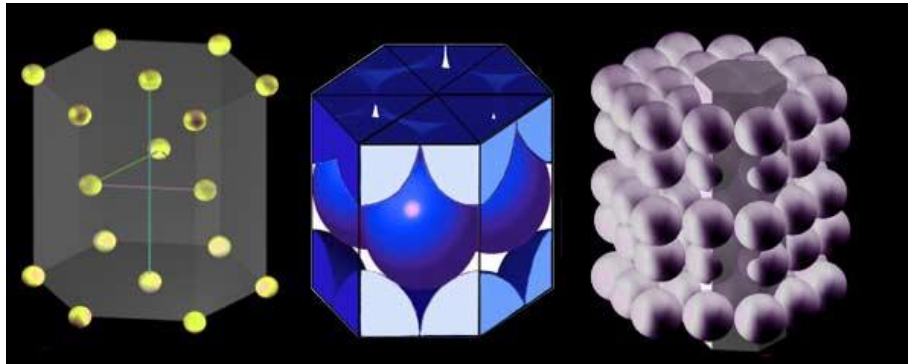


Figura 4 Estructura cristalina hexagonal compacta (HCP) (8).

1.6 DIAGRAMA HIERRO-CARBONO

Una parte del diagrama hierro-carbono es presentada en la Figura 5. El hierro puro, siendo calentado presenta dos cambios en su estructura cristalina antes de fundir. A temperatura ambiente es llamado ferrita, o hierro alfa (α), tiene una

estructura cristalina BCC. La ferrita presenta un cambio de estructura cristalina a austenita o hierro gamma (γ), FCC, a la temperatura de 912°C. La austenita persiste hasta los 1394°C, a esta temperatura la austenita FCC se revierte a BCC una fase conocida como ferrita delta (δ) la cual finalmente funde a 1538°C. Todos estos cambios se presentan a lo largo del eje vertical en el diagrama de fases hierro-carbono.

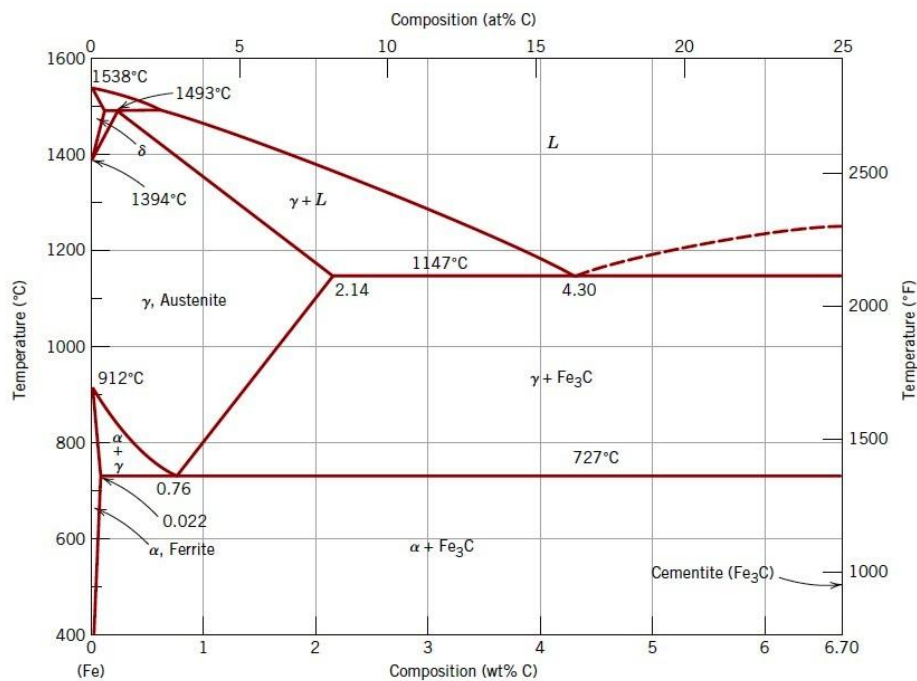


Figura 5 Diagrama de fases Fe-C (9).

Otro ejemplo del cómo cambia la estructura cristalina de un acero en función de su temperatura, sería posicionar un punto sobre el eje horizontal de porcentaje de carbono y moverlo verticalmente conforme aumenta la temperatura.

Entonces un acero con 1% de carbono a temperatura ambiente tendrá dos fases presentes: ferrita y cementita. La fase ferrita permanecerá hasta los 727°C donde transformará a austenita (γ -Fe), entonces ahora las fases presentes son austenita y cementita. A 800°C la cementita o carburo de hierro transforma a austenita teniendo como única fase austenita hasta 1350°C, después de esta temperatura la fase austenita comienza a fundir para tener las fases de austenita y líquido hasta llegar a 1460°C donde finalmente todo el metal se encuentra en fase líquida.

1.7 MARTENSITA

La martensita es una fase que se forma como resultado de una transformación de estado sólido sin difusión. En esta transformación no existe difusión y, por lo tanto, no se rige por la cinética de transformación de Avrami. Debido a que la reacción no depende de la difusión, la reacción martensítica es una transformación atérmica, esto es, la reacción sólo depende de la temperatura y no del tiempo. La reacción martensítica a menudo avanza con gran rapidez, a velocidades que dentro del material se acercan a la velocidad del sonido.

En aceros con poco menos de 0.2% C, la austenita FCC se transforma en una estructura de martensita BCC supersaturada. En aceros de más alto carbono, la reacción martensítica ocurre al transformarse la austenita FCC en martensita BCT (tetragonal centrado en el cuerpo), (Figura 4).

Para impedir la formación de perlita, bainita y otros micro-constituyentes primarios, el acero debe ser templado, es decir, enfriado rápidamente, desde la

región de la austenita estable. La velocidad a la cual debe enfriarse un acero depende de la composición química, que es la que controla los dominios de transformación (10).

1.8 ANÁLISIS TÉRMICOS

Un análisis térmico es un grupo de técnicas en las cuales una o más propiedades de un material son estudiados en función de su temperatura. Se pueden analizar casos como los que se muestran a continuación:

- El material puede ser sujeto a velocidades de calentamiento o enfriamiento constantes.
- El material puede ser analizado isotérmicamente (temperatura constante).

Cualquiera que sea el caso el análisis térmico estudia propiedades de materiales en función de la temperatura, las cuales incluyen tanto propiedades físicas como químicas (11).

El análisis térmico es útil para análisis cualitativos y cuantitativos. Las muestras se pueden caracterizar e identificar mediante investigaciones cualitativas de su comportamiento térmico. A partir del análisis de este tipo de datos es posible obtener información respecto a la composición y estructura detallada de las diferentes fases en el material analizado. También es posible obtener resultados cuantitativos a partir de los cambios en peso y de entalpía que ocurren a medida de que la muestra se calienta. Las temperaturas de los cambios de

fases y de las reacciones, al igual que los calores de reacción, sirven para determinar la pureza de los materiales (12).

Las principales técnicas de análisis térmico se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2 Principales técnicas de análisis térmico y sus aplicaciones típicas (11).

Técnica	Cantidad Medida	Aplicación Típica
Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC).	Calores y Temperaturas de Transiciones y Reacciones.	Cinética de Reacciones, análisis de pureza, fraguados o polímeros.
Análisis Térmico Diferencial (DTA).	Temperaturas de Transiciones y Reacciones.	Diagramas de Fase, Estabilidad Térmica.
Análisis Termogravimétrico (TGA).	Cambio de Peso.	Estabilidad Térmica, análisis de composición.
Análisis Termomecánico (TMA)	Cambios de dimensión y viscosidad.	Temperatura de ablandamiento, coeficiente de dilatación.
Dilatometría	Temperaturas de Transición, recristalización.	Temperaturas de Transición, coeficiente de dilatación.

1.9 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

La calorimetría diferencial de barrido es una técnica que permite determinar la cantidad de calor que absorbe o libera una sustancia, cuando se mantiene a temperatura constante durante un tiempo determinado, o cuando es calentada o enfriada a velocidad constante, en un determinado intervalo de temperaturas.

Se utilizan dos tipos de métodos para obtener datos en calorimetría diferencial de barrido:

- *DSC de potencia compensada*: La muestra y el material de referencia son calentados por calentadores separados aunque sus temperaturas se mantienen iguales mientras ellas se aumentan (o disminuyen) linealmente.
- *DSC de flujo de calor*: Se mide la diferencia de la cantidad de calor de la muestra y de la referencia cuando la temperatura de la primera se aumenta (o disminuye linealmente). A pesar de que los dos métodos proporcionan la misma información, la instrumentación en ambos casos es diferente.

1.9.1 DSC DE POTENCIA COMPENSADA

La Figura 6 muestra el diseño de un calorímetro de potencia compensada. El instrumento tiene dos hornos independientes, uno para el calentamiento de la muestra analizada y otro para el calentamiento de la referencia. Los hornos

están empotrados en una zona de temperatura controlada y sobre ellos se encuentran dos soportes uno para la muestra y otro para la referencia, los cuales tienen acoplados termómetros de resistencia de platino para controlar continuamente la temperatura de los dos materiales. Para la obtención de termogramas, se utilizan dos circuitos de control, uno para la temperatura promedio y otro para la temperatura diferencial. En el circuito de control de la primera, el programador suministra una señal eléctrica que es proporcional a la temperatura promedio deseada de los soportes de muestra y de referencia en función del tiempo. Esta señal se compara en un ordenador con el promedio de las señales de los detectores de la muestra y de la referencia acoplados a los soportes de las mismas. Cualquier diferencia entre la señal del programador y la señal promedio del sensor de platino se utiliza para ajustar la temperatura promedio de la muestra y la referencia. La temperatura promedio sirve de abscisa del termograma.

En el circuito de control de temperatura diferencial las señales de los sensores de resistencia de platino, de la muestra y de la referencia, alimentan un amplificador diferencial, vía un circuito conectado con el ordenador, que determina cual es mayor. La salida del amplificador se ajusta entonces a la potencia de entrada de los dos hornos, de tal manera que sus temperaturas se mantienen idénticas. Esto es, durante la medida, la muestra y la referencia son isotermas. Una señal, que es proporcional a la diferencia en la potencia de entrada a los dos hornos, se transmite al sistema de adquisición de datos, esto es la información que se representa con más frecuencia en función de la temperatura de la muestra.

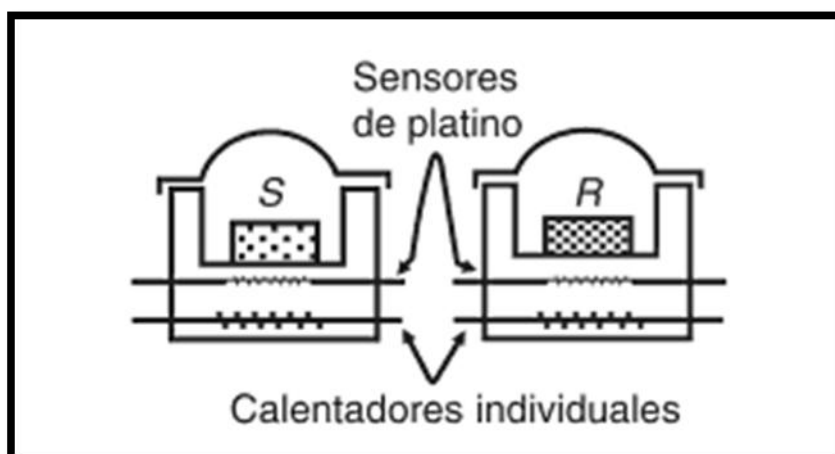


Figura 6 Diseño de un calorímetro de potencia compensada (12).

1.9.2 DSC DE FLUJO DE CALOR

La Figura 7 muestra un esquema de una celda de DSC de flujo de calor. El calor fluye tanto en la muestra como en el material de referencia a través de un disco termoelectrónico de constantán calentado eléctricamente. Sobre plataformas elevadas formadas por un disco de constantán se colocan crisoles pequeños de aluminio para la muestra y la referencia. El calor se transfiere, a través de los discos hacia la muestra y la referencia, vía los dos crisoles. La relación entre el flujo de calor hacia la muestra y la referencia se sigue mediante termopares de superficie de cromel / constantán, formados por la unión entre la plataforma de constantán y el disco de cromel unido a la parte inferior de la misma. La relación entre la cantidad de calor en los dos crisoles es directamente proporcional a la diferencia en la salida en las dos uniones del termopar. La temperatura de la muestra se mide mediante la unión de cromel / alumel colocada bajo el disco de la muestra.

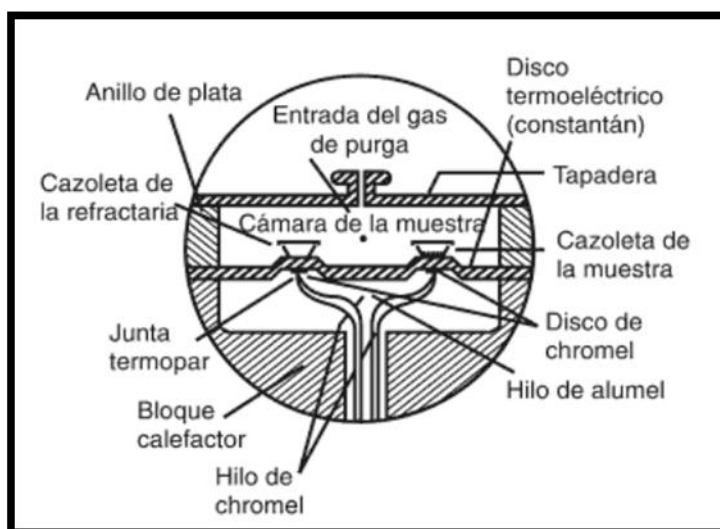


Figura 7 Esquema de una celda de DSC de Flujo de Calor (12)

Se determina una sensibilidad calorimétrica constante mediante un algoritmo que mantiene lineal el coeficiente de calibración de la celda. La calorimetría diferencial de barrido proporciona una exactitud calorimétrica máxima, el tamaño de la muestra pueden variar desde 0.1 hasta 100 mg dependiendo de la configuración del sistema utilizado.

El cambio de entalpía (ΔH) de la muestra es igual a la diferencia entre el flujo de calor hacia o desde la muestra (Q_s), y el flujo de calor hacia o desde el material de referencia (Q_r).

$$\Delta H = Q_s - Q_r \quad \text{Ecuación 3}$$

$$Q = \frac{T_2 - T_1}{R_{th}} \quad \text{Ecuación 4}$$

$$\Delta H = Q_s - Q_r = \frac{T_c - T_s}{R_{th}} - \frac{T_c - T_r}{R_{th}} \quad \text{Ecuación 5}$$

$$\Delta H = - \frac{T_s - T_r}{R_{th}} \quad \text{Ecuación 6}$$

La señal medida es la tensión del termopar, que es proporcional a la diferencia de temperatura ($T_s - T_r$). La integración del área bajo la curva DSC proporciona una medida directa de ΔH para las transiciones térmicamente inducidas de acuerdo con la Ecuación 7.

$$A = k'm\Delta H \quad \text{Ecuación 7}$$

Donde A es el área, k' es la constante del instrumento, la cual es independiente de la temperatura, m es la masa, y H es la entalpía de la reacción o transición. Para que las determinaciones sean precisas se requiere una ampliación del termograma, con el fin que la medición del área sea exacta y se convierta en una exposición con base en el tiempo en vez de un termograma basado en la temperatura. Cuando este hecho se combina con una alta sensibilidad calorimétrica se pueden graficar los eventos térmicos que producen cantidades muy pequeñas de calor. Para una exactitud máxima se obtiene una línea base y se resta del termograma de la muestra para determinar la capacidad térmica o calorífica.

Como regla general, puede decirse que todas las transformaciones o reacciones donde se produce un cambio de energía, pueden medirse por DSC. Entre las diversas utilidades de esta técnica se encuentran:

- Medición de capacidad calorífica.
- Determinación de temperaturas características de transformación o transición.
- Estabilidad térmica de los materiales.
- Cinética de cristalización de los materiales.

La calorimetría diferencial de barrido debido a su elevado grado de sensibilidad es una técnica de gran importancia en la ciencia de los materiales. Una de las mayores ventajas de la técnica de DSC es que el mismo equipo permite realizar medidas y/o el tratamiento térmico deseado con gran precisión (13).

1.10 DILATOMETRÍA

La dilatometría es una técnica que registra cambios de longitud o volumen en función de la temperatura. Se utilizan términos como dilatometría lineal o volumétrica para especificar las dimensiones que son medidas.

Las pruebas de dilatometría arrojan datos de los cuales se pueden obtener gráficas de longitud o volumen vs temperatura, a dichas gráficas se les llama curvas dilatométricas (14).

La dilatometría es uno de los métodos más comunes para el análisis de transformaciones de fase que involucran cambios dimensionales (15).

Algunos de los parámetros que se pueden obtener mediante dilatometría son:

- Dilatación térmica lineal.
- Determinación del coeficiente de expansión térmica.
- Temperatura de sinterización.
- Expansión volumétrica.
- Densidad.
- Determinación de las temperaturas de transición vítrea.
- Transformaciones de fase.
- Estudios cinéticos (16).

Existen dos principales tipos de dilatómetros:

1. *Dilatómetro Push Rod*: Es un dilatómetro con una barra de empuje. Existen dilatómetros comercialmente disponibles para rangos de temperatura de -260 °C hasta 2800 °C (17). Una de las partes críticas de este tipo de dilatómetro es precisamente la barra de empuje, la cual

transmite la señal de expansión de la muestra hacia un transductor de desplazamiento. Este tipo de dilatómetros son construidos en forma horizontal o en forma vertical, Figura 8.

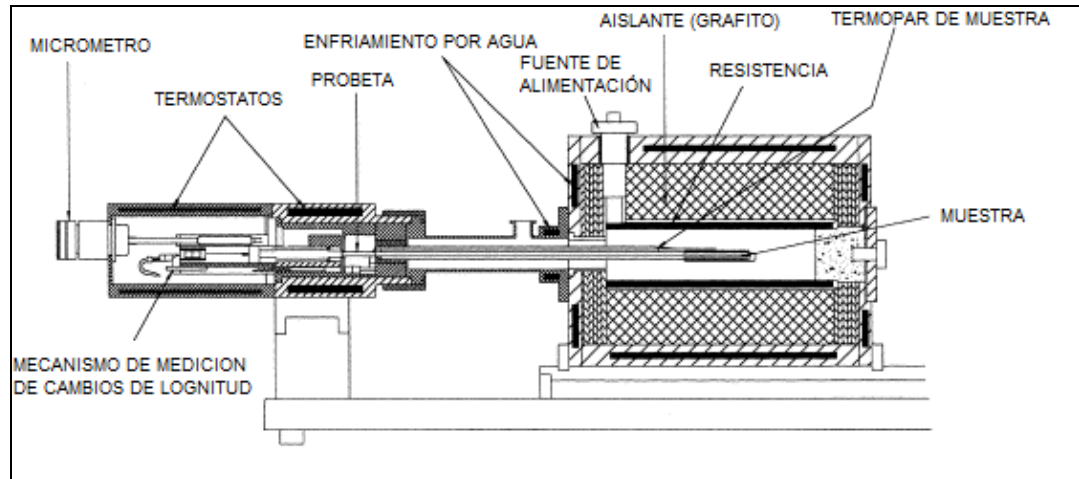


Figura 8 Diagrama de dilatómetro Push Rod (18).

2. *Dilatómetro óptico:* Este tipo de dilatómetros se utilizan para mediciones de cambio de longitud con alto grado de precisión. Utilizados para materiales con coeficientes de expansión térmica muy bajos o cuando se tienen muestras muy pequeñas.

1.11 SIMULACIÓN DE DIAGRAMAS TTT Y CCT EN JMatPro

JMatPro es un software que permite calcular diagramas TTT (temperatura-tiempo-transformación) y CCT (transformación de enfriamiento continuo). Mediante este software una gran variedad de aleaciones tales como aleaciones de aluminio, súper aleaciones base níquel, aceros y aleaciones de titanio pueden ser simuladas. En el caso de aceros, los cálculos de transformaciones de fase con este software se basan en el modelo de Kirkaldy (19).

Kirkaldy y colaboradores fueron pioneros en el cálculo de diagramas TTT y CCT en aceros de baja aleación (20). Posteriormente Bhadeshia (21) utilizó un método diferente para determinar curvas de transformación de ferrita y bainita, y dicho modelo fue extendido por Lee (1) para más altas concentraciones, sin embargo todavía tiene limitantes para aceros altamente aleados, los cuales se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3 Niveles máximos y mínimos de adición de aleantes en aceros usados para la validación del modelo usado en JMatPro (% en peso) (20).

Elementos	Niveles Mínimos y Máximos
Fe	> 75
C	< 2.3
Si	< 3.8
Mn	< 1.9
Ni	< 8.9
Cr	< 13.3
Mo	< 4.7
V	< 2.1
W	< 18.6
Al	< 1.3
Cu	< 1.5
Co	< 5.0

1.11.1 CÁLCULO DE LA MARTENSITA EN JMatPro

La fórmula para el cálculo de la temperatura de inicio de la martensita (M_s) es la ecuación de Andrews (23). Ecuación 8, la cual provee buenos resultados para aceros de baja y media aleación, sin embargo, esta ecuación no es aplicable en aceros altamente aleados por lo cual Ghosh y Olson (24) han extendido los límites de composición de los aceros de alta aleación mediante el uso de un enfoque relacionado con la temperatura de sub-enfriamiento entre la austenita y la ferrita, esto es aplicable cuando la M_s se presenta a temperatura mayores a 100°C.

$$M_s(^{\circ}C) = 539 - 423wt.\%C - 30.4wt.\%Mn \\ -17.7wt.\%Ni - 12.1wt.\%Cr - 7.5wt.\%Mo. \quad \text{Ecuación 8}$$

1.1 DUREZA

La dureza es la resistencia de un material a la penetración. La mayoría de los métodos que se utilizan para medir la dureza usan una fuerza estática la cual se divide por el valor numérico de la superficie de la impresión resultante para dar el índice de dureza.

Estos tipos de métodos son:

- El ensayo de dureza Brinell.
- El ensayo de dureza Rockwell.
- El ensayo de dureza Vickers.

1.11.2 DUREZA VICKERS

Para la medición de dureza Vickers se utiliza un indentador de punta piramidal y de base cuadrangular, como se observa en la Figura 9, la cual dará impresiones geométricas similares bajo diferentes fuerzas aplicadas (25).

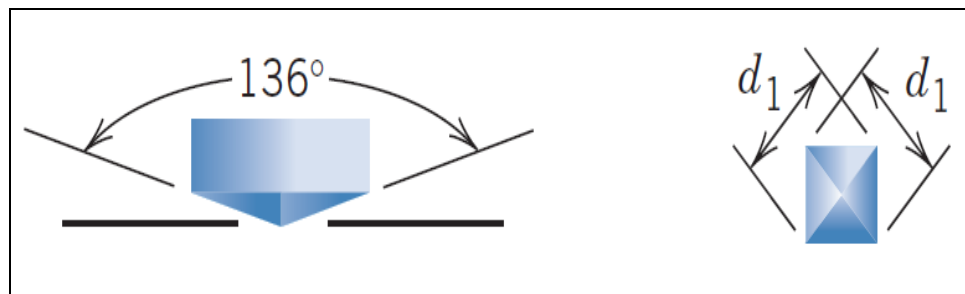


Figura 9 Indentador de punta piramidal de base cuadrangular y resultado de su indentación.

Las cargas aplicadas en los ensayos de dureza Vickers varían de 1 a 120 kg; las cargas estándar de 5, 10, 20, 30, 50, 100 y 120 kg. Con el penetrador Vickers, la profundidad de la indentaciones aproximadamente 1/7 de la longitud de la diagonal de dicha indentación. Para ciertos tipos de estudios de dureza, los ensayos de dureza Vickers tienen ventaja debido a la forma del indentador, ya que aplica una menor deformación plástica que la bola de acero que usa el ensayo de dureza Brinell por mencionar un ejemplo. El número de dureza Vickers (HV) es la relación de la carga aplicada del indentador a la superficie del material, la Ecuación 9 describe la obtención de dicha dureza.

$$HV = 2P \sin \frac{\theta}{2} = \frac{1.8544P}{D^2}$$

Ecuación 9

Donde P es la carga aplicada en Kg, D es la media diagonal de la indentación en mm y θ es el ángulo entre las caras opuestas del indentador (136°) (26).

CAPÍTULO II

METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

1.1 INTRODUCCIÓN

En el presente capítulo se detalla la metodología utilizada para la realización del presente trabajo, se describe como se llevó a cabo la simulación de diagramas CCT para el acero PREMOMET® utilizando el software comercial JMatPro, se detalla la preparación de las muestras para los estudios de DSC y dilatometría, así como la preparación metalográfica para el análisis microestructural de las probetas de dilatometría y los ensayos de microdureza.

1.2 SIMULACIÓN EN JMatPro

Se llevaron a cabo dos simulaciones de diagramas CCT del acero PREMOMET®. Para la primera simulación los datos que se utilizaron fueron los siguientes:

- ✓ Composición química del acero
- ✓ Temperatura de austenización
- ✓ Tiempo de permanencia a la temperatura de austenización (con estos parámetros, el software estima el tamaño de grano austenítico).

Los resultados que se obtuvieron de este primer diagrama CCT fueron la base para plantear las velocidades de enfriamiento para las técnicas de DSC y dilatometría.

En la segunda simulación se consideró el tamaño de grano y se utilizaron además, los mismos parámetros introducidos en el primer diagrama CCT, después de realizadas las pruebas de dilatometría se determinó el tamaño de grano austenítico resultante y este parámetro se utilizó para recalcularse el diagrama CCT.

1.3 CARACTERIZACIÓN PRELIMINAR

Inicialmente el material se seccionó de un anillo que se muestra en la Figura 10, el proceso para obtener muestras se describe a continuación:

El primer paso para seccionar el anillo fue cortar 40 cm por el método de oxicorte, posteriormente se seccionaron barras utilizando corte con chorro de agua de la parte central de los 40 cm seccionados para descartar cualquier cambio en la microestructura por efecto del calor generado durante el proceso de oxicorte, se obtuvieron tabletas transversales a la dirección de rolado del anillo Figura 11. Después del corte con chorro de agua se prepararon muestras por corte con disco de diamante en una cortadora Struers Figura 12, posterior a esto las muestras se montaron en una resina fenólica (baquelita) para su mejor manejo, para este procedimiento se utilizó un equipo de prensado de alta presión y temperatura Struers el cual se muestra en la Figura 13. El material fue pulido con lijas de carburo de silicio #320, 500, 800, 1200, 2400 y con paño y alúmina de 1 micra, para lograr un acabado espejo, este proceso se llevó a cabo en una pulidora Struers LaboPOI-1 que se muestra en la Figura 14.



Figura 10 Anillo de acero PREMOMET®.



Figura 11 Sección transversal del anillo obtenida a partir de corte con chorro de agua.



Figura 12 Equipo de corte con disco de diamante marca Struers.

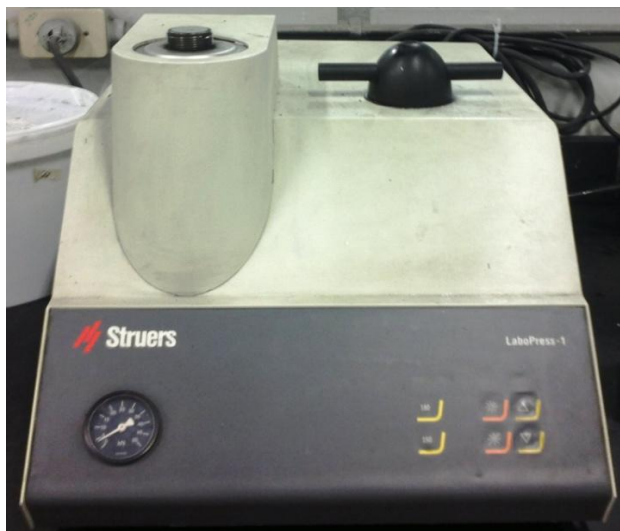


Figura 13 Montadora Struers LaboPress-1.



Figura 14 Montadora Struers LaboPol-1.

Finalmente, se realizó el ataque químico de cada muestra utilizando Nital al 2% el cual consiste en una solución de 2 ml. de ácido nítrico (HNO_3) en 98 ml. de

alcohol etílico. El ataque se realizó por inmersión de la muestra en el reactivo, por un tiempo aproximado de 15 segundos Figura 15.



Figura 15 Ataque químico para revelar la microestructura del acero PREMOMET®, reactivo Nital 2%.

1.4 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

La preparación de muestras que fueron usadas en las pruebas de DSC consistió en maquinarse, a partir de las barras obtenidas por corte con chorro de agua cilindros de 4 mm de diámetro para después cortar tabletas de 1 a 2 mm de espesor con la cortadora de disco de diamante. Posteriormente las tabletas fueron pegadas a una pastilla de baquelita para ser pulidas con lijas #320, 500, 800, 1200 hasta obtener un acabado espejo, una superficie lisa y tener muestras con masas en un rango de 13 y 16 miligramos.

Se utilizó argón para tener una atmósfera inerte en las pruebas de calorimetría diferencial de barrido, se realizaron las líneas base con los parámetros que se presentan en la Tabla 4.

Tabla 4 Parámetros de líneas bases.

Temperatura inicial	Velocidad de calentamiento	Temperatura final	Velocidad de enfriamiento
30 °C	50 K/min	850 °C (2 min)	6 K/min
30 °C	50 K/min	850 °C (2 min)	18 K/min

Posterior a las líneas bases se utilizaron las muestras de PREMOMET® para las pruebas, la masa de cada muestra entre 13 y 16 miligramos. Los parámetros para las pruebas son las líneas base con la diferencia de que el crisol de muestra ahora contiene una masa del acero, el equipo registra los cambios de temperatura en los crisoles asociados con reacciones exotérmicas o endotérmicas y se obtiene el flujo de calor en función de la temperatura y tiempo.

1.5 DILATOMETRÍA

La preparación de muestras para la técnica de dilatometría consistió en maquinar a partir de las barras cortadas con chorro de agua cilindros de 4 mm de diámetro por 10 mm de largo, posteriormente se pulieron las caras de los cilindros con lijas para mejorar el contacto entre la muestra y la barra del sensor del dilatómetro.

Una vez preparadas las muestras se procede a soldar en las barras cilíndricas dos alambres, uno de alumel (aleación 95%Ni 2%Mg 2%Al 1%Si) y otro de cromel (aleación 90% Cr 10% Ni) para formar un termopar tipo K con la muestra como se representa en la Figura 16.

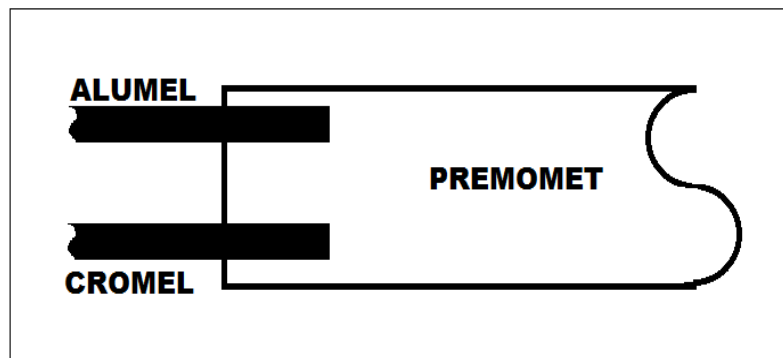


Figura 16 Representación esquemática de termopar tipo K formado con barrera de PREMOMET®.

Posteriormente las muestras con los alambres se introducen al equipo de dilatometría, los alambres son conectados en el dilatómetro para medir la temperatura y la barra de PREMOMET® queda fija entre 2 palpadores, posteriormente una base desplazable introduce la barra al centro del inductor. En la Figura 17 se observa la muestra al interior de inductor con los alambres de termopar fijos listos para iniciar la prueba.



Figura 17 Interior de dilatómetro, al centro el inductor, la muestra se encuentra al interior de este, sostenida de los palpadores que sobresalen del inductor.

Las pruebas de dilatometría se realizaron en una atmósfera protectora de helio, los parámetros de las pruebas se enlistan en la Tabla 5.

Tabla 5 Parámetros utilizados en pruebas de dilatometría.

Temperatura inicial	Velocidad de calentamiento	Temperatura final	Velocidad de enfriamiento
30°C	1 K/seg	850 °C (2 min)	0.3 K/seg
30°C	10 K/seg	850 °C (2 min)	0.3 K/seg
30°C	100 K/seg	850 °C (2 min)	0.3 K/seg

1.6 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

Una vez realizadas las pruebas de dilatometría se caracterizaron microestructuralmente las probetas sometidas a diferentes velocidades de calentamiento, el proceso se describe a continuación:

Se montaron los cilindros en resina fenólica (baquelita), posteriormente el material fue pulido con lijas de carburo de silicio #320, 500, 800, 1200, 2400 y con paño y alúmina de 1 μm , para lograr un acabado espejo. Posteriormente se atacó químicamente el material utilizando dos métodos: el primero utilizando Nital al 2% para revelar la microestructura y el segundo empleando Villela's el cual consiste en una solución 1 gr. de ácido pícrico, 5 ml. de ácido clorhídrico (HCl), y 100 ml. de alcohol etílico, ésta se utilizó para revelar el tamaño de grano austenítico.

El análisis microestructural se realizó utilizando microscopía óptica y microscopía electrónica de barrido.

1.7 MICRODUREZA

La medición de las durezas de las probetas se realizó en un microdurómetro Shimadzu Figura 18. La preparación de las muestras para microdureza consistió en montar los cilindros obtenidos de los ensayos de dilatación en resina fenólica (baquelita) posteriormente el material se pulió con lijas #320 , 500, 800 y 1200. La carga utilizada fue de 1 kgf por un tiempo de 15s, se realizaron 15 mediciones por muestra, se calculó el promedio y la desviación estándar de cada serie.



Figura 18 Microdurómetro Shimadzu.

CAPÍTULO III

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

1.1 INTRODUCCIÓN

En este capítulo se muestran a detalle los resultados que se obtuvieron en esta investigación, en esta sección se incluye la caracterización preliminar del material de llegada; su microestructura y dureza, los diagramas CCT que se obtuvieron de la simulación con el software JMatPro, así como también los resultados de las pruebas de calorimetría diferencial de barrido y dilatometría.

1.2 SIMULACIÓN EN JMatPro

La figura 19 muestra la primera simulación del diagrama CCT para el acero PREMOMET®.

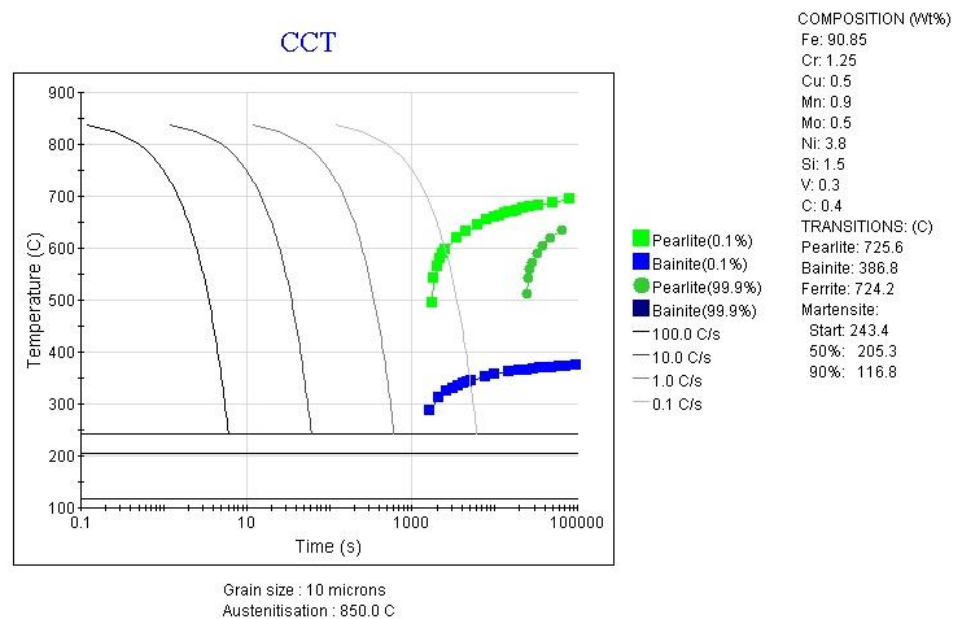


Figura 19 Diagrama CCT acero PREMOMET® 850°C 2 min. Tamaño de grano 10 μm .

En la Figura 19 se puede observar en el eje de las abscisas el tiempo y la temperatura en el eje de las ordenadas, cuatro líneas curvadas dentro del diagrama denotan diferentes velocidades de enfriamiento que varían en un orden de magnitud. Los inicios de las transformaciones de fase son el cruce de

las líneas de tasas de enfriamiento con las líneas punteadas así que partiendo de una temperatura de 850°C y a una velocidad de enfriamiento de 0.1 °C/s la primera fase que calcula el CCT es la formación de perlita a los 600°C continuando con bainita a 350°C. La temperatura de inicio de la martensita (M_s) calculada es 243°C, mientras que el 50% y 90% de dicha transformación ocurre a 205.3°C y 116.8°C respectivamente. También se observa que a los 1000 segundos el material comienza a transformar a perlita, lo cual teóricamente no es posible debido a que durante el enfriamiento continuo, la austenita debe de transformar primero a ferrita antes que a perlita. En base a este resultado, se incluyó en la siguiente simulación, el tamaño de grano obtenido experimentalmente por métodos metalográficos convencionales en el material de estudio.

En la figura 20 se muestra el segundo diagrama simulado después de revelar el tamaño de grano austenítico del acero PREMOMET®.

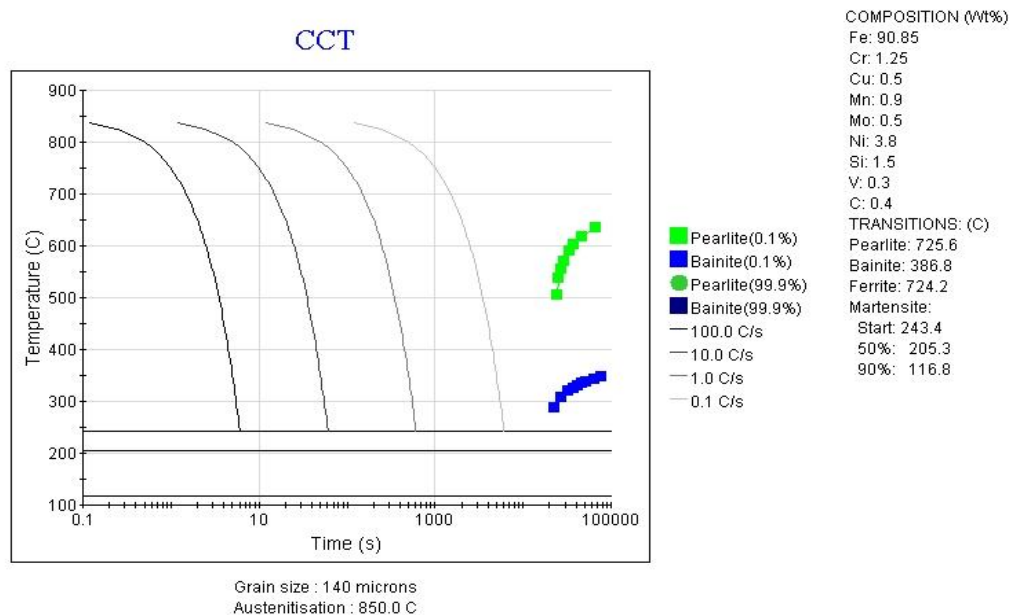
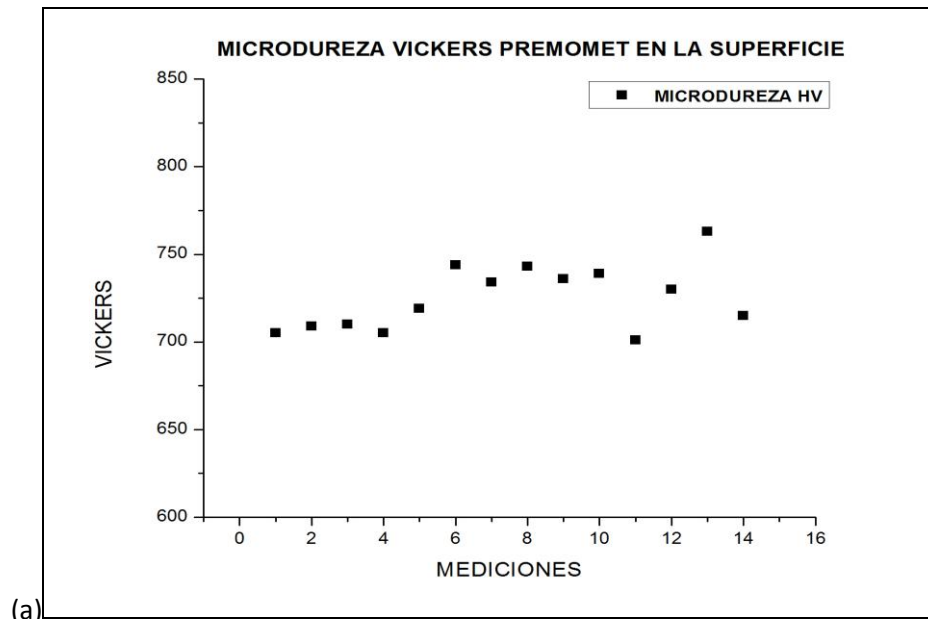


Figura 20 Diagrama CCT acero PREMOMET® 850°C 2 min. Tamaño de grano 140 µm.

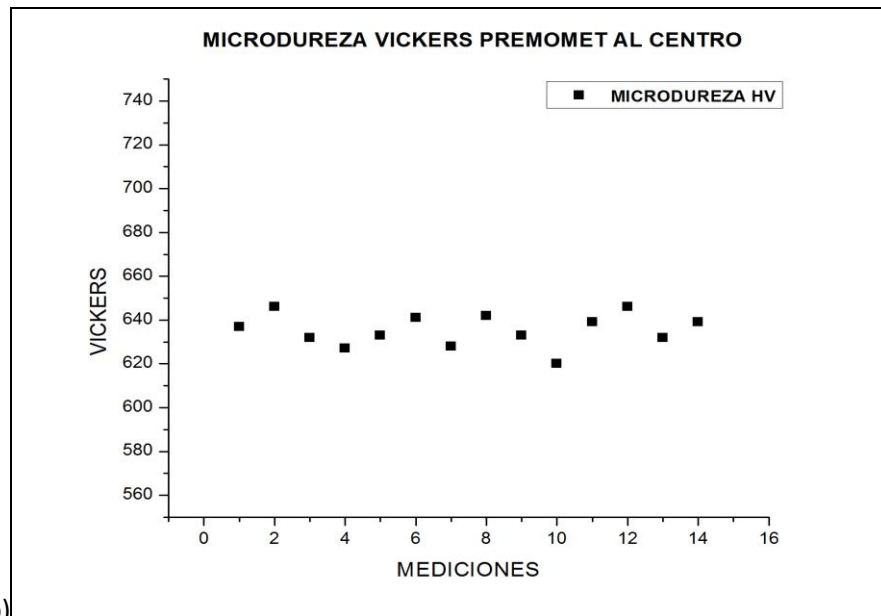
En el segundo CCT simulado se puede observar que las curvas C se desplazan hacia la derecha del diagrama y en este caso se determinó que con una velocidad de enfriamiento de 0.1°C/s la fase presente en el material será martensita y estima que se requieren velocidades de enfriamiento por debajo de esta tasa para poder entrar a las curvas de transformación con un tiempo de enfriamiento alrededor de 100,000 segundos. La temperatura de inicio de transformación de martensita así como el 50% y 90% de su transformación no sufren cambio alguno en la simulación por efecto del tamaño de grano el cambio de tamaño de grano aunque ha sido reportado que el tamaño de grano austenítico puede tener un efecto en el valor de M_s (27). En este diagrama se observa también que presenta primero la transformación a perlita antes de la transformación ferrítica, con la información disponible esto se puede atribuir a los límites de la composición química en base de datos del software.

1.3 CARACTERIZACIÓN PRELIMINAR

Para la medición de la dureza del material de llegada se tomó una sección transversal al rolado del anillo tomando una muestra del centro y otra cerca de la superficie. La Figura 21 y la Tabla 6 muestran los resultados obtenidos de los ensayos de microdureza. Se puede observar un gradiente de dureza del anillo desde el centro a la superficie esto se debe principalmente a que los anillos son templados al aire por lo cual la superficie enfría primero que el centro del anillo.



(a)



(b)

Figura 21 a) Gráfica de dureza en la superficie del anillo, b) Gráfica de dureza en el centro del anillo.

Tabla 6 Datos Estadísticos de Ensayos de Microdureza

Microdureza de Acero PREMOMET			
Valores al Centro		Valores en Superficie	
Promedio (HV)	635.4	Promedio (HV)	725.2
Desviación Estándar	7.2	Desviación Estándar	18

Se caracterizó microestructuralmente el material de llegada mediante microscopía óptica. La Figura 22 muestra una micrografía del acero PREMOMET® donde se observa una microestructura martensítica completamente.

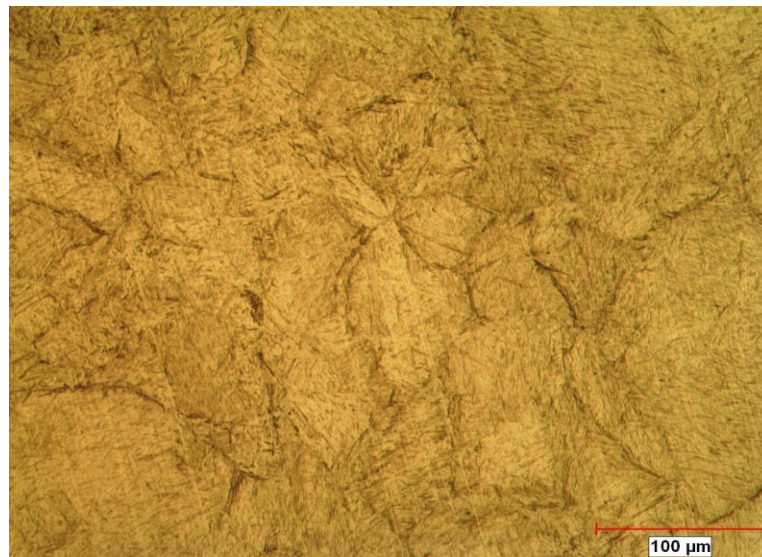


Figura 22 Micrografía de Acero PREMOMET®, 200X.

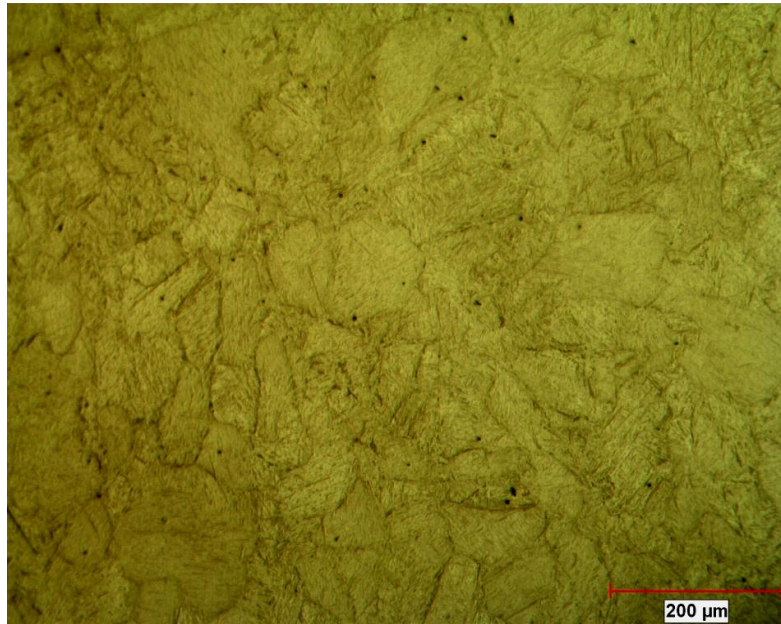


Figura 23 Micrografía de Acero PREMOMET®, 100X.

La Figura 23 muestra una micrografía representativa con la cual se reveló el tamaño de grano del material donde se observan granos del orden de 140 micras y granos pequeños del orden de 50 micras, con este rango de tamaño de grano se puede decir que el material no es completamente homogéneo.

1.4 CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

Se realizaron pruebas de calorimetría diferencial de barrido a diferentes tasas de enfriamiento, esto con la finalidad de obtener temperaturas de transformación experimentalmente. En la Figura 24 se muestra el termograma

del material calentado a una velocidad de 50 K/min y enfriándolo a 6 K/min. Las temperaturas de transformación Ac_1 y Ac_3 se midieron a partir de la primer derivada de la curva de flujo de calor, estas fueron 717 °C y 800 °C respectivamente. La temperatura de inicio de transformación martensítica (M_s) fue de 250 °C, mientras que la M_f se presentó a los 232 °C.

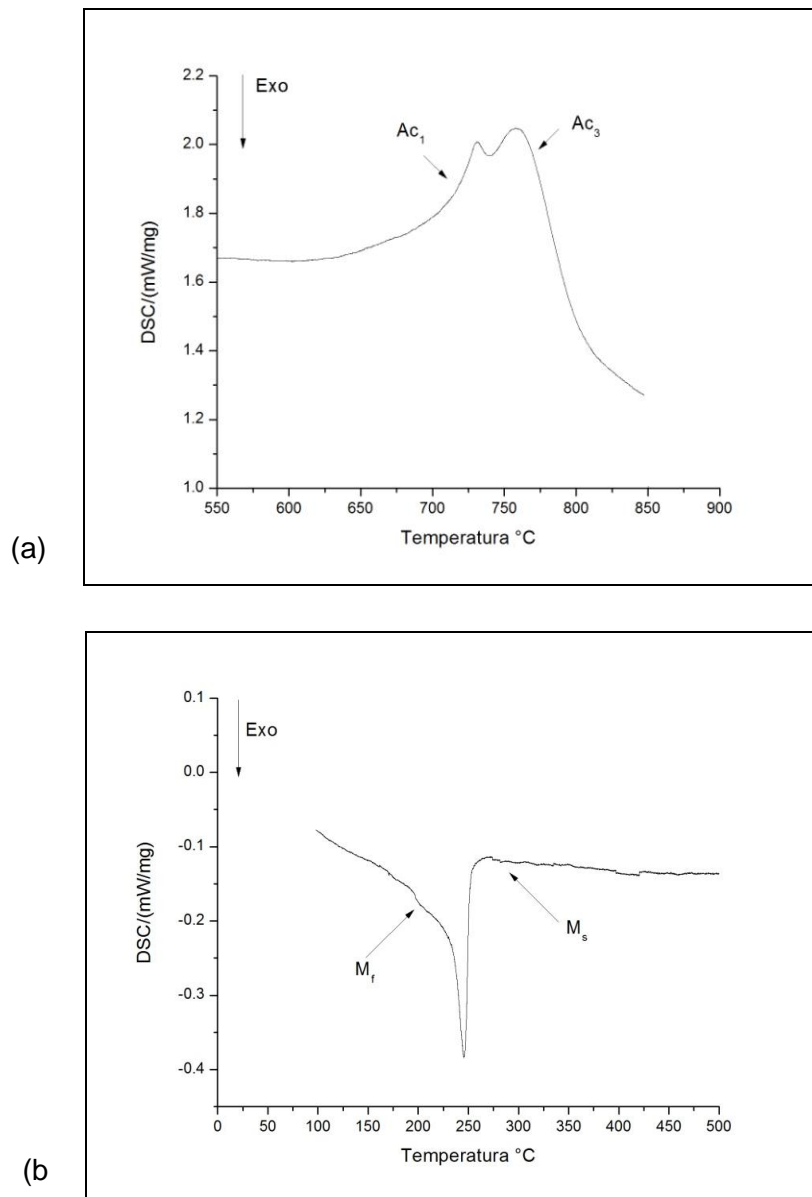


Figura 24 (a) Termograma de Calentamiento a 50 K/min, (b) Termograma de Enfriamiento a 6 K/min.

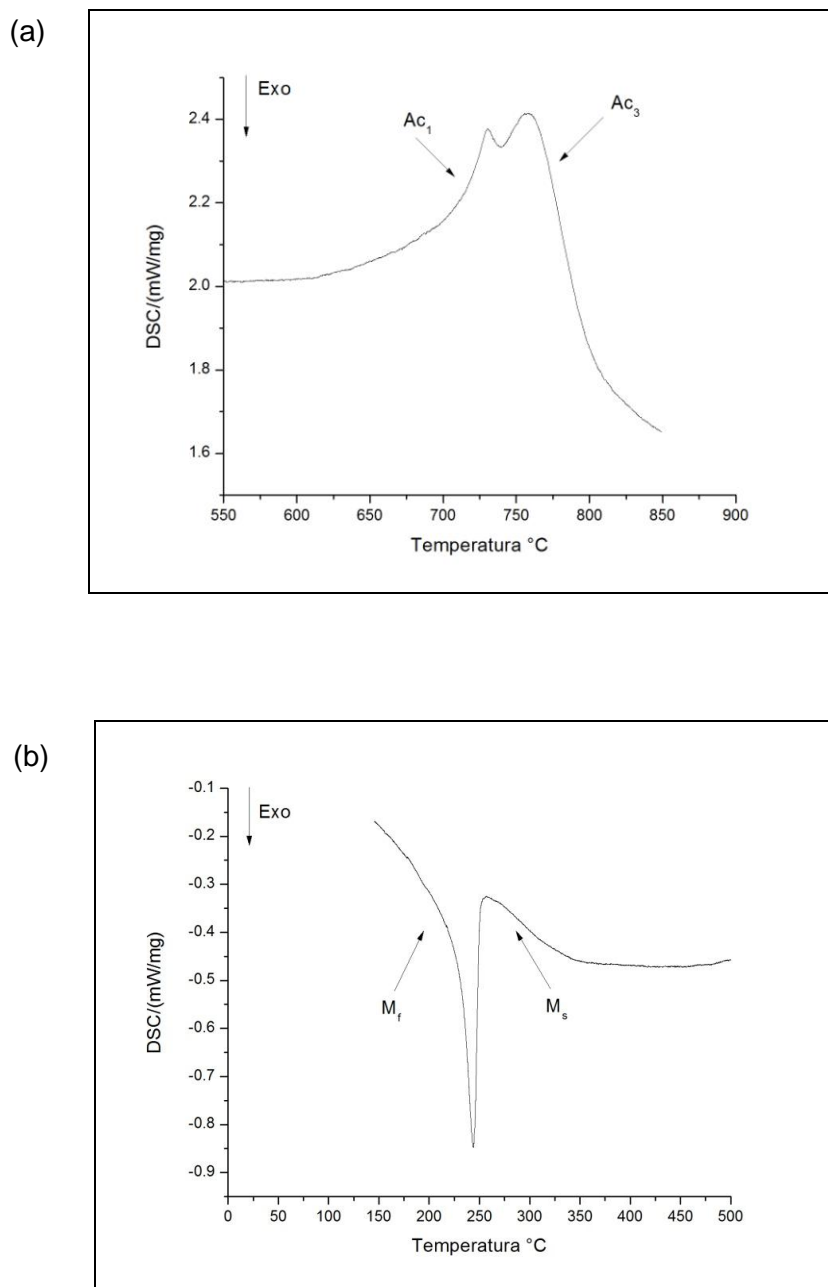


Figura 25 (a) Termograma de Calentamiento a 50 K/min, (b) Termograma de Enfriamiento a 18 K/min.

En la Figura 25 se muestra el termograma que se obtuvo calentando el material a una velocidad de 50 K/min y enfriándolo a 18 K/min. Las temperaturas de

transformación Ac_1 y Ac_3 se midieron a partir de la primer derivada de la curva las cuales fueron $718\text{ }^\circ\text{C}$ y $801\text{ }^\circ\text{C}$ respectivamente. La temperatura de inicio de transformación martensítica (M_s) fue de $251\text{ }^\circ\text{C}$, mientras que la M_f se presentó a los $236\text{ }^\circ\text{C}$.

Como se puede observar en las Figuras 24 y 25 los resultados de calorimetría diferencial de barrido no mostraron cambios variando la velocidad de enfriamiento. Esto debido a que la variación en el enfriamiento de 6 a 18 K/min fue muy pequeño, comparado con el que se deberían utilizar en base a los resultados de las simulaciones si se quisiera entrar en las regiones de transformación de otras fases, sin embargo, se puede decir que la determinación de las temperaturas de transformación durante el calentamiento son muy cercanas comparando las Figuras 24 y 25 con una variación de alrededor de 1°C entre cada prueba.

1.5 DILATOMETRÍA

Los resultados obtenidos de las pruebas de dilatometría se presentan en las Figuras 26, 27 y 28.

En la Figura 26 se muestran los resultados obtenidos del calentamiento a 1 K/s y enfriamiento a 0.3 K/s , las temperaturas de transformación en todas las pruebas se calcularon a partir del trazo de rectas sobre la gráfica dilatometría en las regiones lineales y en los cambios de pendiente se determinó el inicio y el final de las diferentes temperaturas de transformación. Esta metodología es

normalmente utilizada para la determinación del inicio de las temperaturas de transformación en aceros (28).

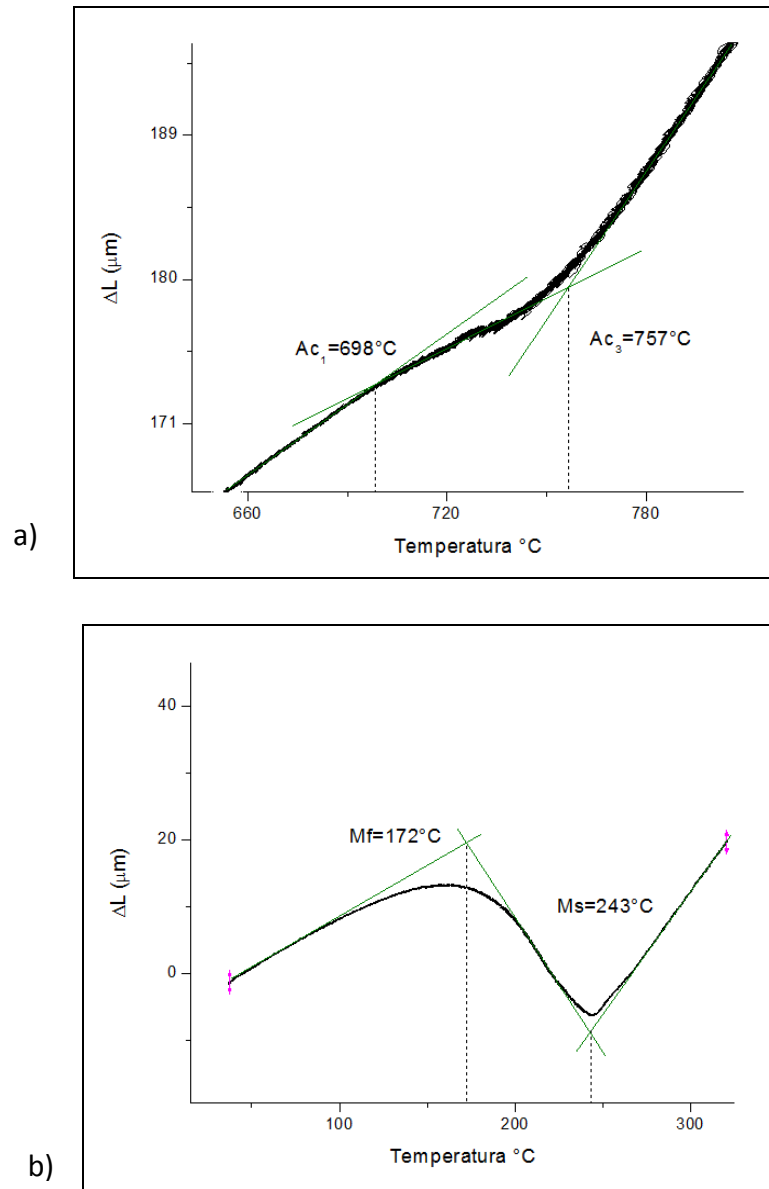


Figura 26 Gráficas dilatométrica a) calentamiento 1 K/s b) enfriamiento 0.3 K/s.

En la Figura 27 se muestran los resultados obtenidos de la prueba de dilatometría realizada a una tasa de calentamiento de 10 K/s y de enfriamiento a 0.3 K/s, se puede observar que la temperatura Ac_1 aumentó aproximadamente 23°C con respecto a los resultados de la prueba a 1 K/s. Se ha reportado que la velocidad de calentamiento y la velocidad de enfriamiento pueden tener efectos sobre las temperaturas de inicio de la transformación (29).

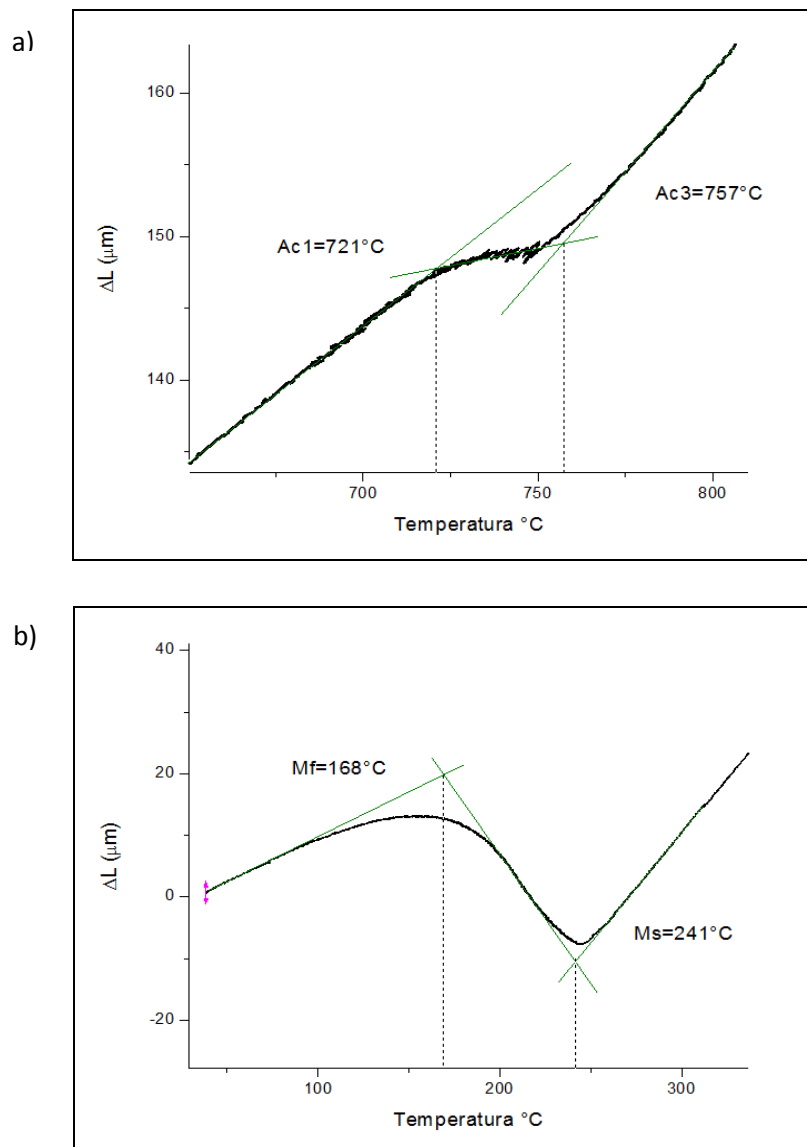


Figura 27 Gráficas dilatometría a) calentamiento 10 K/s b) enfriamiento 0.3 K/s.

En la Figura 28 se muestran los resultados obtenidos calentando el material a una velocidad de 100 K/s y enfriándolo a 0.3 K/s, en donde se puede observar que la variación fue de $-14\text{ }^{\circ}\text{C}$ en Ac_1 con respecto a la prueba realizada a una tasa de 10 K/s, esto se atribuye a que el margen de error aumenta por la disminución de la cantidad de puntos obtenidos por el equipo en la rampa de calentamiento. A 100 K/s se obtienen 820 datos mientras que a 10 K/s se obtienen 8200 datos por lo que la medición de Ac_1 y Ac_3 se realiza de una manera más precisa. Se ha reportado que la tendencia es que las temperaturas de transformación aumenten al aumentar la velocidad de calentamiento (30).

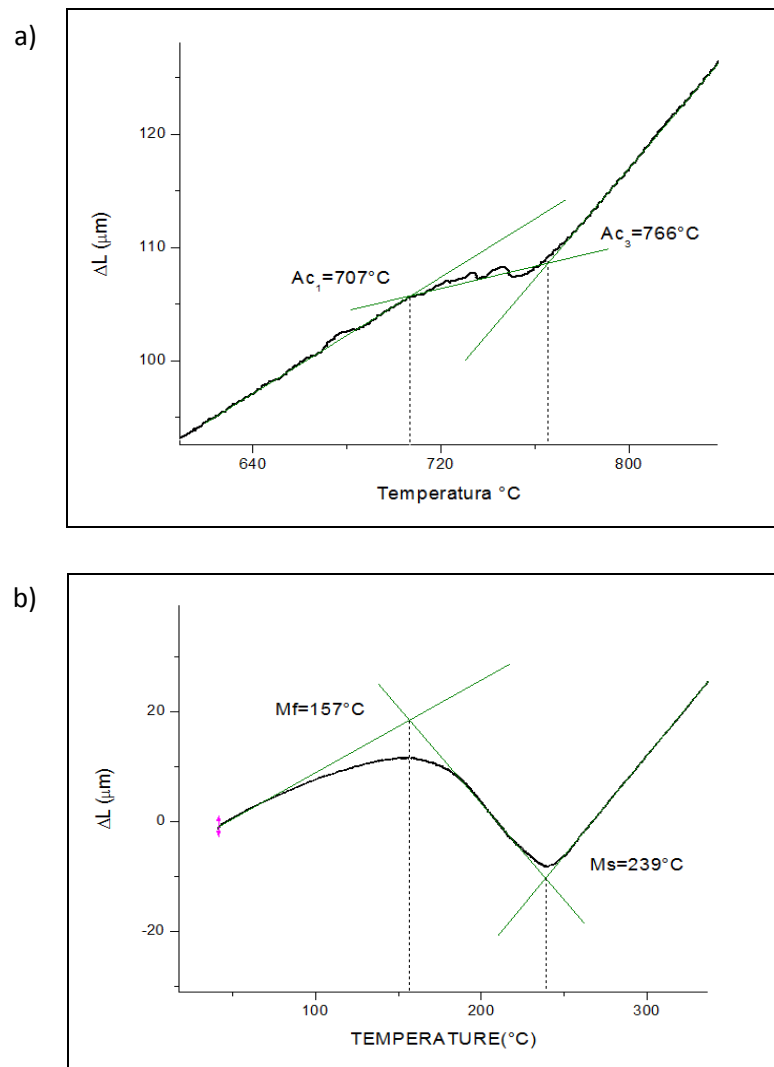


Figura 28 Gráficas dilatometría a) calentamiento 100 K/s b) enfriamiento 0.3 K/s.

En las pruebas de dilatometría realizadas se observa una ligera variación de +/- 5 °C en las temperatura M_s mientras que la temperatura M_f varía +/- 15 °C esto debido a que no existe una clara temperatura final de transformación martensítica, M_f es definida como el punto donde el 95% de la transformación esta completa (21).

En la Tabla 7 se muestran los resultados que se obtuvieron de las temperaturas de transformación en las pruebas de dilatometría y calorimetría diferencial de barrido.

Los resultados indican que la velocidad de calentamiento tiene un efecto sobre la transformación Ac_1 aparentemente a velocidades por debajo de los 10 K/min, a velocidades superiores la temperatura Ac_1 parece no tener un efecto evidente, el promedio de las temperaturas Ac_1 fue de 709 °C.

Tabla 7 Temperaturas de Transformación de Acero PREMOMET®.

	Calentamiento	Ac_1 (°C)	Ac_3 (°C)	Enfriamiento	M_s (°C)	M_f (°C)
Dilatometría	1 k/s	698	757	0.3 k/s	243	172
	10 k/s	721	757	0.3 k/s	241	168
	100 k/s	707	766	0.3 k/s	239	157
DSC	0.83 k/s	718	801	0.1 k/s	251	233
	0.83 k/s	717	801	0.3 k/s	251	236
J-MatPro					243	116

Ac_3 , se mantiene en el mismo valor de 757 °C en las velocidades de calentamiento de 1 y 10 K/s y en la velocidad de 100 K/min, esta temperatura aumenta aparentemente 9 °C. Como ha sido reportado por otros autores el

aumento de las temperaturas Ac_1 y Ac_3 con el aumento en la velocidad de calentamiento en diferentes aceros (30).

Las velocidades de enfriamiento utilizadas en todos los experimentos son similares y los resultados del inicio de la transformación martensítica (M_s) también, el mínimo valor que se obtuvo fueron de 239 y el máximo de 251°C.

1.6 CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

En esta sección se muestran la caracterización microestructural realizada a las muestras que se obtuvieron de las pruebas realizadas en dilatometría.

La Figura 29 muestra una micrografía del material que fue calentado a 1 K/s y enfriado a 0.3 K/s, la Figura 30 muestra la microestructura del material calentado a 10 K/s y enfriado a 0.3 K/s mientras que la Figura 31 muestra la micrografía del material que fue sometido a una tasa de calentamiento de 100 K/s y enfriado a la misma velocidad que las muestras anteriores. En las tres Figuras (29, 30 y 31) se puede observar que la matriz es martensítica, a bajas velocidades de enfriamiento se sigue teniendo dicha fase. El efecto del calentamiento se muestra en la Figura 29 y Figuras 30 y 31. Las diferencias en la velocidad de calentamiento dio como resultado el aumento del tamaño de grano austenítico y al enfriarse el material presente una microestructura martensítica con una morfología diferente con respecto a las muestras calentadas a 10 y 100 K/s que presentan una microestructura muy similar.

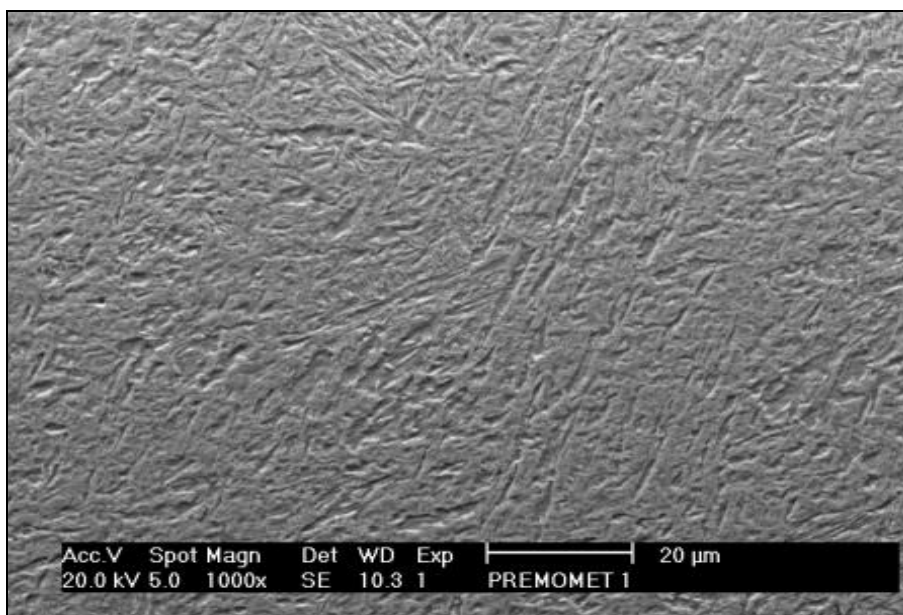


Figura 29 Microestructura PREMOEMT 850°C velocidad de calentamiento 1 K/s velocidad de enfriamiento 0.3 K/s.

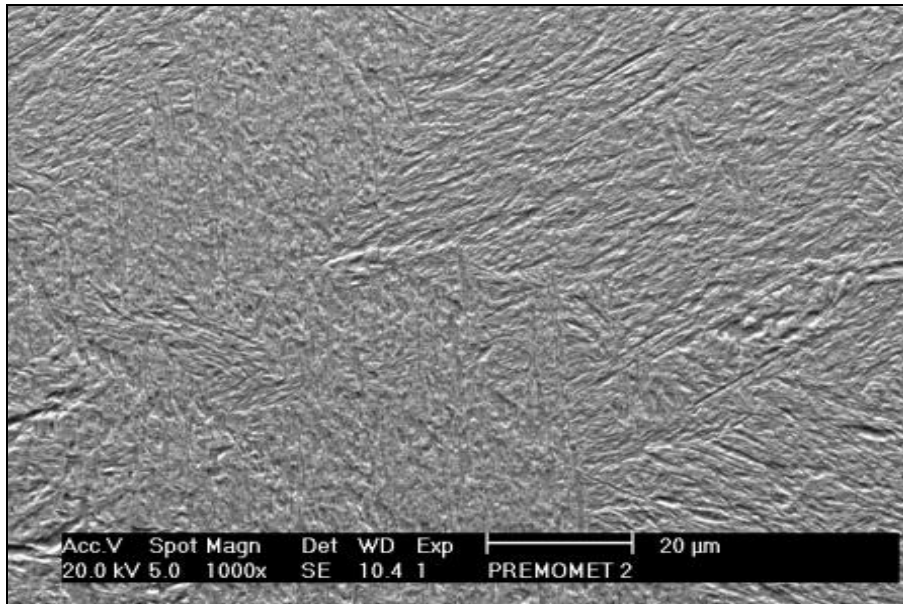


Figura 30 Microestructura PREMOEMT 850°C velocidad de calentamiento 10 K/s.

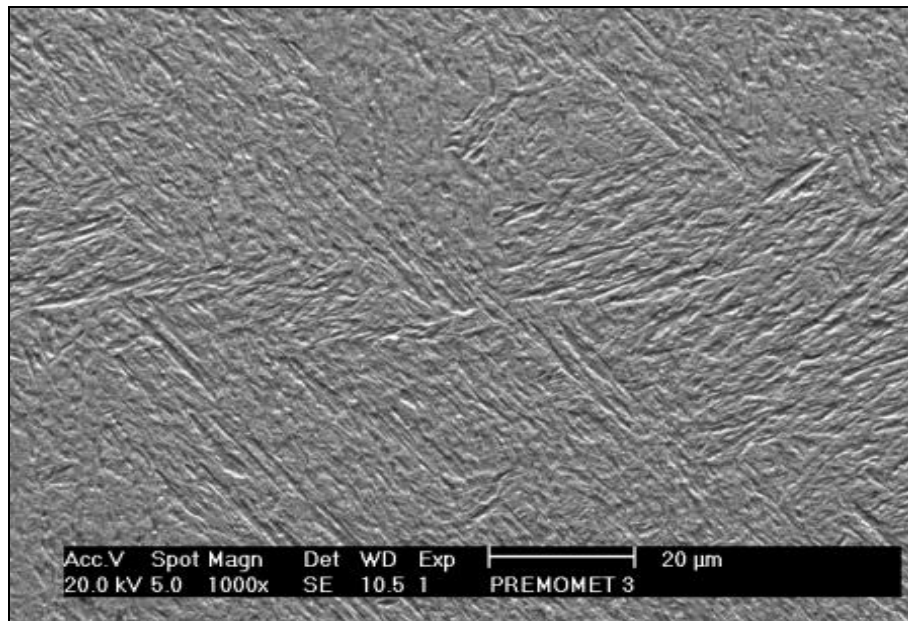


Figura 31 Microestructura PREMOMET® 850°C velocidad de calentamiento 100 K/s velocidad de enfriamiento 0.3 K/s.

1.7 MICRODUREZA

En la Figura 32 se muestran los resultados de microdureza obtenidos de las muestras de dilatometría. Se puede observar que hay una diferencia en dureza (± 10 HV) de la muestra que fue calentada a una tasa de 1 K/s con respecto a las muestras calentadas a 10 y 100 K/s, esto se puede atribuir a que en la muestra calentada a una velocidad lenta hay mayor tiempo de permanencia a alta temperatura, por lo cual el tamaño de grano austenítico es más grande (esto se observa en la Figura 23) y se obtiene una menor área de interface entre agujas lo cual se traduce a una menor dureza, con respecto a las muestras analizadas a 10 y 100 K/s.

	Dureza promedio Vickers	Desviación estandar
Muestra 1	622.7	6.7
Muestra 2	632.9	10.8
Muestra 3	630.5	7

Figura 32 Microdureza obtenida de las Pruebas de Dilatometría.

CONCLUSIONES

En base a los resultados en este trabajo de investigación se llega a las siguientes conclusiones:

- Las temperaturas de transformación Ac_1 y Ac_3 son similares entre las pruebas de dilatometría y calorimetría diferencial de barrido. Probando que ambas técnicas son eficientes y complementarias para el estudio de estas transformaciones.
- Las temperaturas a las cuales ocurre el final de la transformación martensítica varían notablemente de las pruebas de dilatometría a DSC (una variación de hasta 80 °C), esto se puede atribuir a que la transformación martensítica no tiene una clara temperatura de finalización y es una transformación de alta velocidad.
- Las temperaturas de M_s y M_f obtenidas en las pruebas de dilatometría se asemejan a los valores que se obtuvieron en la simulación con JMatPro.
- La incremento en la velocidad de calentamiento afecto el inicio de las transformaciones esto debido a que el tiempo para la nucleación es reducido, esto en el caso de Ac_1 y Ac_3 .
- Existe una diferencia entre las muestras calentadas a 1 K/s y las que se calentaron a 10 y 100 K/s esto se puede atribuir a que en la muestra calentada a baja velocidad el grano austenitico tiene más tiempo para crecer. El tamaño de grano austenitico afecta la el inicio de la trasformación martensítica.
- El PREMOMET® presenta estructura martensítica hasta velocidades de enfriamiento de 100k/s. Los resultados experimentales coinciden con los cálculos de la simulación.

- El aumento en la velocidad de calentamiento y la modificación de las características de las transformaciones se asocia con la re-distribución de los elementos de soluto.

RECOMENDACIONES

Calcular diagramas CCT para diferentes tamaño de grano esto con la finalidad de observar el efecto de dicho parámetro con las temperaturas de transformación de fase.

Realizar pruebas en dilatometría convencional a velocidades bajas de calentamiento (del orden de 1 K/min o menor) esto con la finalidad de obtener otras fases tales como la bainita y analizar el material microestructuralmente y hacer una evaluación de sus propiedades mecánicas.

BIBLIOGRAFÍA

1. **Ernitz, A.** *Manual de Hierros y Aceros.* Argentina, Alsina. p. 5. 1955.
2. **Bullens, D. K.** *Steel and its heat treatment.* USA, Wiley. p. 8. 1916.
3. **Totten, G. E.** *Steel Heat Treatment.* USA, CRC Taylor & Francis Group. p. 10. 2007.
4. **Bhadeshia H. K. D. H., Honeycombe R.** ,Butterworth-Heinemann. *Steel: Microstructure and properties.* Elsevier. p 71, 72. 2006.
5. *Investigating and Understanding, The Cyclic Fatigue Fracture Behavior of two High Strength Speciality Steels.* **T.S. Srivatsan, K. Manigandan, T. Quick, M.L. Schmidt.** s.l. : Int. J. Engg. Sc. & Mgmt., 2012, Vol. II. ISSUE.
6. **W. D. Callister, Jr.** *Material Science and engineering.* John Wiley & Sons Inc, p. 40 2007.
7. **Smith, William F.** *Fundamentos de la ciencia e ingeniería en materiales.* McGraw-Hill. Inc. p. 101. 1998.
8. http://www.ndted.org/EducationResources/CommunityCollege/Materials/Structure/metallc_structures.htm. [Online]
9. **Massalski.** *Binary Alloy Diagrams* . OH : ASM INTERNATIONAL, 1990. Vol. I.
10. **Askeland, Donlad R.** *Ciencia e ingeniería de los materiales.* Thomson. 2004.
11. **Speyer, Robert F.** *Thermal Analysis of Materials.* Atlanta, Georgia : s.n., 1994.
12. **Wilches Zúñiga M., Ruiz Monsalve L.F., Hernández Valdivieso M.** *Bioingeniería VI.* s.l. : Universidad de Antioquia, 2007.
13. **S. Suriñach, M.D. Baro, Bordas, N. Clavaguera, M.T. Clavaguera-Mora.** *La Calorimetría Diferencial de Barrido y su Aplicación a la Ciencia de los Materiales.* España : s.n., 1992.
14. **Chen, Reuven.** *Theory of Thermoluminescence and Related Phenomena.* Singapore : Word Scientific Publishing, 1997.
15. *J. Therm. Anal. Cal.* **Fatu., M. Muscalu and D.** 52, s.l. : J. Therm. Anal. Cal., 1998.
16. *Dilatometry, Method, Instruments, Applications.* **NETSCH.** http://ap.netzschcdn.com/uploads/tx_nxnetzschmedia/files/DIL_E_0313_10.pdf

17. **Czichos.** *Springer Handbook of Materials Measurement Methods.* s.l. : Springer, 2006.
18. *Sintering studies on UO₂-PuO₂ pellets with varying PuO₂ content using dilatometry.* **T.R.G Kutty, P.V Hegde, K.B Khan, S Majumdar, D.S.C Purushotham.** s.l. : Journal of Nuclear Materials, 2000, Vol. 282. ISSUE.
19. *Materials Design Approaches and Experiences.* **N. Saunders, X. Li, A.P. Miodownik and J-Ph. Schillé, J.-C Zhao et al.** s.l. : TMS, 2001.
20. **J. S. Kirkaldy, B.A. Thomson, E.A. Baganis.** *Hardenable Concepts with Applications to Steel.* Warrendale : s.n., 1978.
21. **Bhadeshia., H.K.D.H.** *Met. Sci.* 1981.
22. **Bhadeshia., J. -L. Lee and H.K.D.H.** *China Steel Technical Report.* 1992.
23. **Andrews, K.W.** *J. Iron & Steel Inst.* 1965.
24. **G. Ghosh, G. B. Olson.** *Phase Equilibria.* 2001.
25. **R.A. Higgins, Edward Arnold.** *Engineering Metallurgy.* 1993. 6.
26. **ASM.** *Hardness Testing.* 1999. Número 2.
27. *Dependence of Martensite Star Temperature of fina austenite grain size.* **A. García Junceda, C. Capderila, F.G. Caballero, C. Garcia.** Madrid : s.n., 2008, Vol. 52.
28. *Modelling of Phase Transformation Kinetics by Correction of Dilatometry Results for a Ferritic Nb-microalloyed Steel.* **M. Gomez, S.F. Medina, G. Caruana.** Madrid : s.n., 2003.
29. *Analytical Characterization of Aluminium, Steel and Superalloy.* **D. Scott Mackenzie, G. Totten.** 2006.
30. *Effect of Heating Rate on Reaustenitisation of Low Carbon Niobium Microalloyed Steel.* **D. San Martin, T. de Cock, A. García Junceda, F.G. Caballero, C. Capderila, C. Garcia de Andres.** 3, s.l. : Material Science Technology , 2008, Vol. 24. ISSUE.

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Representación Gráfica de la fracción transformada frente al logaritmo del tiempo (6).....	11
Figura 2 Estructura cristalina cúbica centrada en el cuerpo (BCC) (8).	13
Figura 3 Estructura cristalina cúbica centrada las caras (FCC) (8).....	14
Figura 4 Estructura cristalina hexagonal compacta (HCP) (8).	14
Figura 5 Diagrama de fases hierro-carburo de hierro, adaptado de Binary Alloy Phase Diagrams. (9).....	15
Figura 6 Diseño de un calorímetro de Potencia Compensada (12)	21
Figura 7 Esquema de una celda de DSC de Flujo de Calor (12)	22
Figura 8 Diagrama de dilatómetro Push Rod (18).	26
Figura 9 Identador de punta piramidal de base cuadrangular y resultado de su indentación.	29
Figura 10 Anillo PREMOMET.....	33
Figura 11 Sección Transversal del Anillo obtenida a partir de corte con chorro de agua.	34
Figura 12 Equipo de Corte con disco de diamante marca Struers.....	34
Figura 13 Montadora Struers LaboPress-1.	35
Figura 14 Montadora Struers LaboPol-1.	35
Figura 15 Ataque químico para revelar microestructura de PREMOMET, reactivo Nital 2%.	36
Figura 16 Representación esquemática de Termopar tipo K formado con barrera de PREMOMET.....	38

Figura 17 Interior de dilatómetro, al centro el inductor, la muestra se encuentra al interior de este, sostenida de los palpadores que sobresalen del inductor.....	39
Figura 18 Microdurómetro Shimadzu.	41
Figura 19 Diagrama CCT acero PREMOMET® 850°C 2 min. Tamaño de grano 10 µm.	43
Figura 20 Diagrama CCT acero PREMOMET® 850°C 2 min. Tamaño de grano 140 µm.	44
Figura 21 a) Gráfica de dureza en la superficie del anillo, b) Gráfica de dureza en el centro del anillo.....	46
Figura 22 Micrografía de Acero PREMOMET, 200X.	47
Figura 23 Micrografía de Acero PREMOMET, 100X.	48
Figura 24 (a) Termograma de Calentamiento a 50 K/min, (b) Termograma de Enfriamiento a 6 K/min.....	49
Figura 25 (a) Termograma de Calentamiento a 50 K/min, (b) Termograma de Enfriamiento a 18 K/min.....	50
Figura 26 Gráficas dilatometría a) calentamiento 1 K/s b) enfriamiento 0.3 K/s.....	52
Figura 27 Gráficas dilatometría a) calentamiento 10 K/s b) enfriamiento 0.3 K/s.....	53
Figura 28 Gráficas dilatometría a) calentamiento 100 K/s b) enfriamiento 0.3 K/s.....	54
Figura 29 Microestructura PREMOEMT 850°C velocidad de calentamiento 1 K/s velocidad de enfriamiento 0.3 K/s.	57
Figura 30 Microestructura PREMOEMT 850°C velocidad de calentamiento 10 K/s. ...	57
Figura 31 Microestructura PREMOMET 850°C velocidad de calentamiento 100 K/s velocidad de enfriamiento 0.3 K/s.	58
Figura 32 Microdureza obtenida de las Pruebas de Dilatometría.	59

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Composición Química del Acero PREMOMET® (5).	9
Tabla 2 Principales técnicas de análisis térmico y sus aplicaciones típicas (11).	18
Tabla 3 Niveles máximos y mínimos de adición de aleantes en aceros usados para la validación del modelo usado en JMatPro (20).	27
Tabla 4 Parámetros de líneas bases.	37
Tabla 5 Parámetros de pruebas de dilatometría.	40
Tabla 6 Datos Estadísticos de Ensayos de Microdureza	47
Tabla 7 Temperaturas de Transformación de Acero PREMOMET®.	55