



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO**

**FACULTAD DE QUIMICA**

**"EVALUACION DE UN TRATAMIENTO SUBCERO INDUSTRIAL PARA ACEROS DE HERRAMIENTA"**

**T E S I S**  
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
**INGENIERO QUIMICO METALURGICO**  
P R E S E N T A :  
**LAZARO ALEJANDRO LOPEZ RAMIREZ**



MEXICO, D. F.



**ESQUINAS PROFESIONALES**  
**FACULTAD DE QUIMICA**

2000



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado asignado:

Presidente            Prof. BERNARDO FABIAN CAMPILLO ILLANES  
Vocal                 Prof. JOSÉ BERNARDO HERNÁNDEZ MORALES  
Secretario           Prof. SERGIO GARCÍA GALAN  
1er Suplente        Prof. ARTURO ALEJANDRO SÁNCHEZ SANTIAGO  
2º Suplente         Prof. BALBINA OJEDA RAMÍREZ

Sitio donde se desarrolló el tema:

EDIFICIO "D", FACULTAD DE QUÍMICA, U. N. A. M.


Y

ESPECIALIDADES TÉRMICAS, S.A. de C.V.

Asesor del tema:

  
\_\_\_\_\_  
DR. BERNARDO HERNÁNDEZ MORALES

Supervisor técnico:

  
\_\_\_\_\_  
M. en C. ALBERTO INGALLS CRUZ

Sustentante:

  
\_\_\_\_\_  
LÁZARO ALEJANDRO LÓPEZ RAMÍREZ

A LA MEMORIA DE MI MADRE  
BERTHA RAMÍREZ CASTILLO

Y

A MI PADRE  
LÁZARO LÓPEZ DÁVILA

## AGRADECIMIENTOS

A LA UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MEXICO  
FACULTAD DE QUÍMICA

A LOS PROFESORES QUE APORTARON  
SUS ENSEÑANZAS PARA MI FORMACIÓN

A MIS ASESORES DE TESIS  
DR. BERNARDO HERNÁNDEZ MORALES  
M. EN C. ALBERTO INGALLS CRUZ

A MI JURADO  
BERNARDO FABIAN CAMPILLO ILLANES  
SERGIO GARCÍA GALÁN

A LA EMPRESA  
ESPECIALIDADES TÉRMICAS S.A. DE C.V.

A LAS PERSONAS DE LA BIBLIOTECA,  
LABORATORIOS Y TALLERES.

A MIS AMIGOS DE LA CARRERA  
JORGE RUÍZ, JORGE TÉLLEZ, CARLOS GONZÁLEZ, LUIS SOTO, VERÓNICA MARTÍNEZ, ARIANE  
HIDALGO, HECTOR VERGARA, OFELIA BARBA, LILIA LONGINOS, AGUSTÍN, ROBERTO SÁNCHEZ,  
JOEL BARÓN, EDUARDO MONTOYA, IVAN GALAN, JOSE LUIS GARCÍA, MARCO, ERICK, ARTURO  
APARICIO, LEOBARDO MARTÍNEZ, DARIO, BAUDELIO, ISRAEL, CARLOS, . . .

A CLAUDIA FLORES VARGAS.

# Contenido

<b>1</b>	<b>Introducción</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Antecedentes y Objetivos</b>	<b>4</b>
<b>3</b>	<b>Desarrollo Experimental</b>	<b>20</b>
3.1	Probetas . . . . .	20
3.2	Dispositivo experimental (cámara fría) . . . . .	21
3.3	Pruebas de transferencia de calor. . . . .	23
3.4	Pruebas de endurecimiento . . . . .	24
3.4.1	Acero D2 . . . . .	25
3.4.2	Acero M2 . . . . .	26
3.5	Metalografía . . . . .	28
<b>4</b>	<b>Resultados y discusión</b>	<b>30</b>
4.1	Transferencia de calor . . . . .	30
4.2	Pruebas de Endurecimiento . . . . .	35
4.2.1	Acero D2 . . . . .	40
4.2.2	Acero M2 . . . . .	42

4.3 Metalografía . . . . .	43
4.3.1 Acero D2 . . . . .	51
4.3.2 Acero M2 . . . . .	52
<b>5 Conclusiones</b>	<b>56</b>
<b>Bibliografía</b>	<b>59</b>
<b>Apéndice</b>	<b>61</b>

# Lista de Figuras

3.1	Representación esquemática de la probeta de acero inoxidable utilizada para las mediciones de las curvas de enfriamiento y de las probetas de acero de herramienta tratadas térmicamente. . . . .	28
3.2	Representación esquemática del dispositivo experimental (cámara fría).	29
4.1	Curva de enfriamiento para el tratamiento subcero a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , con seguimiento de la variación de la temperatura en el centro (círculos cerrados) y subsuperficie de la probeta (círculos abiertos), así como de la temperatura del nitrógeno gaseoso a la entrada (cuadros abiertos) y salida (triángulos abiertos) de la cámara. . . . .	36
4.2	Curvas de enfriamiento para las cuatro temperaturas subcero de trabajo.	36
4.3	Flujo de calor por unidad de longitud como función de la temperatura de la superficie para la temperatura subcero de $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ . . . . .	37
4.4	Flujo de calor por unidad de longitud como función de la temperatura de la superficie para la temperatura subcero de $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ . . . . .	37
4.5	Flujo de calor por unidad de longitud como función de la temperatura de la superficie para la temperatura subcero de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ . . . . .	38



4.6	Flujo de calor por unidad de longitud como función de la temperatura de la superficie para la temperatura subcero de $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ . . . . .	38
4.7	Energía total extraída por unidad de longitud, para las cuatro temperaturas de tratamiento subcero. La línea de tendencia, excluye a la temperatura subcero de $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ . . . . .	39
4.8	Curva de enfriamiento para un tratamiento subcero a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ calculada a partir de los resultados de CONTA_CYL, con $\Delta t = 1\text{ s}$ y $\tau = 2, 4$ y $6$ . . . . .	39
4.9	Perfil de dureza de temple para probetas de acero de herramienta AISI D2 (tipo I), para tres temperaturas de austenización. . . . .	44
4.10	Perfil de dureza de temple para probetas de acero de herramienta AISI D2 (tipo II), para dos temperaturas de austenización. . . . .	44
4.11	Perfil de dureza de temple para probetas de acero de herramienta AISI D2 (tipo III), para dos temperaturas de austenización. . . . .	45
4.12	Perfil de dureza de temple (círculos cerrados), después de 1 día de almacenamiento (círculos abiertos), y después de tratamiento subcero (triángulos cerrados), para probetas de acero de herramienta AISI D2 (tipo I), para una temperatura de austenización de $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ . . . . .	45
4.13	Durezas de temple (círculos abiertos), y después del tratamiento subcero a: $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ (diamantes abiertos), $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ (triángulos para arriba abiertos), $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ (cuadros abiertos, y $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ (triángulos para abajo abiertos), en un acero de herramienta AISI D2 (probetas tipo II), como una función de la temperatura de austenización. . . . .	46

- 4.14 Evolución de la dureza durante el ciclo térmico convencional (temple en sales/aire a 1020 °C + 2 revenidos) en un acero AISI D2 (probeta tipo III). . . . . 46
- 4.15 Evolución de la dureza durante el ciclo térmico alternativo (temple en sales/aire a 1020 °C + tratamiento subcero a -100 °C + 1 revenido a diferentes temperaturas) en un acero AISI D2 (probetas tipo III). . . 47
- 4.16 Esquema del ciclo del tratamiento térmico convencional para un acero de herramienta AISI D2: calentamiento (1), austenización (2), enfriamiento en sales fundidas (3), enfriamiento en aire (4), primer revenido (5), y segundo revenido (6). Los números dentro de los círculos representan la dureza medida al final de esa etapa. . . . . 47
- 4.17 Esquema del ciclo del tratamiento térmico alternativo para un acero de herramienta AISI D2: calentamiento (1), austenización (2), enfriamiento en aceite quieto (3), tratamiento subcero (4), y un revenido (5). Los números dentro de los círculos representan la dureza medida al final de esa etapa. . . . . 48
- 4.18 Perfiles de dureza de temple en tres distintos medios (aire, agua y aceite) para un acero de herramienta AISI M2 (probetas tipo III), para tres distintas temperaturas de austenización. . . . . 48

- 4.19 Durezas de temple (círculos abiertos), después de temple + tratamiento subcero (T + S) inmediato a  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  (cuadros abiertos), y después de temple + almacenamiento + tratamiento subcero (T + A + S) a  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  (triángulos abiertos), para un acero de herramienta AISI M2 (probetas tipo III), como una función de la temperatura de austenización. . . . . 49
- 4.20 Evolución de la dureza durante el ciclo térmico convencional (temple en sales/aire a  $1170\text{ }^{\circ}\text{C}$  + 3 revenidos) en un acero AISI M2 (probeta tipo III). . . . . 49
- 4.21 Durezas finales para dos ciclos térmicos alternativos y el ciclo térmico convencional, para un acero AISI M2 (probetas tipo III). . . . . 50
- 4.22 Esquema del ciclo del tratamiento térmico convencional para un acero de herramienta AISI M2: calentamiento (1), austenización (2), enfriamiento en sales fundidas (3), enfriamiento en aire (4), primer revenido (5), segundo revenido (6) y tercer revenido (7). Los números dentro de los círculos representan la dureza medida al final de esa etapa del ciclo térmico. . . . . 50
- 4.23 Esquema del ciclo del tratamiento térmico alternativo para un acero de herramienta AISI M2: calentamiento (1), austenización (2), enfriamiento agua o aceite quieto (3), tratamiento subcero (4), y un revenido (5). Los números dentro de los círculos representan la dureza medida al final de esa etapa del ciclo térmico. . . . . 51
- 4.24 Microestructura final de un acero de herramienta AISI D2 con tratamiento térmico convencional. Nital al 4%, 1000X. . . . . 52

4.25	Microestructura final de un acero de herramienta AISI D2 con tratamiento térmico alternativo (con temple al aire). Nital al 4%, 1000X. . . . .	53
4.26	Microestructura final de un acero de herramienta AISI D2 con tratamiento térmico alternativo (con temple en aceite). Nital al 4%, 1000X. . . . .	53
4.27	Microestructura final de un acero de herramienta AISI M2 con tratamiento térmico convencional. Nital al 4%, 1000X. . . . .	54
4.28	Microestructura final de un acero de herramienta AISI M2 con tratamiento térmico alternativo. Nital al 4%, 1000X. . . . .	55
5.1	Representación esquemática del IHCP en una sola dirección, en una placa de espesor $2L$ . El termopar se localiza en la posición $x = x_1$ . En $x = 0$ se tiene simetría ( $\partial T / \partial x = 0$ ), y en $x = L$ una densidad de flujo de calor desconocida. . . . .	63
5.2	Flujo de calor por unidad de longitud como función del tiempo para la temperatura subcero de $-60\text{ }^\circ\text{C}$ , para un $\Delta t$ constante de 1 segundo y distintos valores de $r$ . . . . .	63
5.3	Flujo de calor por unidad de longitud como función del tiempo para la temperatura subcero de $-60\text{ }^\circ\text{C}$ , para un $\Delta t$ constante de 10 segundos y distintos valores de $r$ . . . . .	64
5.4	Energía total extraída por unidad de longitud, para la temperatura de tratamiento subcero de $-60\text{ }^\circ\text{C}$ , para distintos incrementos de tiempo $\Delta t$ y distintos valores de $r$ . . . . .	64

## Resumen

El rendimiento de una herramienta fabricada de acero depende en gran parte del tratamiento térmico. Un máximo de rendimiento se obtiene sólo si este tratamiento se lleva a cabo adecuadamente, debido a la gran variedad de microestructuras que se pueden observar en estos aceros por las posibles variaciones que se podrían encontrar en su composición y en el tratamiento térmico aplicado. Algunos metalurgistas, consideran como un gran éxito el empleo del tratamiento subcero y/o criogénico, porque se alcanza la temperatura de aquellos aceros que presentan sus zonas martensíticas por debajo de la temperatura ambiente y por aumentar la vida de las herramientas hasta en un 100%. Otros afirman que no se mejoraba sensiblemente su rendimiento. Este tratamiento se aplica en aceros que después del temple normal que conservan todavía un cierto porcentaje de austenita residual, y cuyo porcentaje varía con la temperatura de austenización, el medio de enfriamiento y tamaño de la pieza.

Por lo anterior, el desarrollo de este trabajo. La parte experimental se desarrolló en la planta de Especialidades Térmicas S.A. de C.V., y consistió en: a) la caracterización térmica de la cámara fría en un dispositivo experimental para obtener la evolución del flujo de calor, y b) la medición de la evolución de la dureza durante el tratamiento térmico para probetas de acero de herramienta AISI D2 y AISI M2.

Para las condiciones de enfriamiento experimentales, se encontró que el gradiente de temperaturas medido en las probetas es despreciable. Caracterizando la transferencia de calor del sistema, se pueden proponer tratamientos térmicos y simular las condiciones para un metal o aleación traduciéndolos a operaciones industriales para la estabilización de componentes. La velocidad de transformación de la austenita y el grado en que ésta se completa dependieron fundamentalmente de la temperatura de refrigeración, por lo que se evaluaron las variables de proceso y la propiedad mecánica de dureza. Para las pruebas de endurecimiento, en todos los casos, la dureza se incrementó después de tratar las probetas a temperaturas subcero; los valores de dureza obtenidos después del tratamiento subcero fueron mayores para menores temperaturas de tratamiento. Se realizó un ciclo térmico alternativo consistente de un temple en aceite más tratamiento subcero, seguidos de un revenido, dando como resultado durezas equivalentes a las obtenidas con el tratamiento industrial tradicional, donde las microestructuras al final de ciclo térmico fueron similares para ambos casos y aceros.

# Capítulo 1

## Introducción

Los tratamientos térmicos de los aceros, tienen como finalidad modificar la estructura interna de los materiales, ya que a través de ellos, se modifican las propiedades mecánicas de los aceros, tales como: dureza, tenacidad, resistencia al desgaste, resistencia tensil y compresiva, así como ayuda a estabilizar dimensionalmente a las piezas tratadas.

El medio de enfriamiento, la composición química y las condiciones de austenización, son variables de proceso que afectan a los tratamientos térmicos de los aceros. Con el control adecuado de estas variables se obtienen las características microestructurales que darán origen a las propiedades requeridas en el material, con un mínimo de distorsión y fisuras.

Durante el temple de componentes de acero, la austenita inicia su transformación a martensita a una temperatura característica que está en función de la composición de cada acero. Esta temperatura característica es conocida como la temperatura de inicio de martensita ( $M_s$ ) y, para aceros de herramienta ésta varía de 200 a 300 °C [12].

En aceros de herramienta, en los que la cantidad de austenita retenida puede ser alta después del temple, es necesario aplicar revenidos múltiples para eliminarla. Esto involucra un ciclo térmico largo y caro. Una alternativa al tratamiento tradicional, es la combinación de un temple más un enfriamiento subcero, seguidos de un revenido simple. El enfriamiento subcero se realiza con la finalidad de alcanzar la temperatura a la cual se logra la transformación total de austenita a martensita. En los aceros de herramienta, esta temperatura usualmente está por debajo de la temperatura ambiente.

Ejemplos de aplicaciones del tratamiento subcero y criogénico son: 1) ajuste por contracción (basada en la contracción térmica); b) fragmentación de chatarra (basada en el incremento de fragilidad a bajas temperaturas); y c) endurecimiento del acero (basada en la transformación de la austenita retenida).

En la fabricación de herramientas se emplea el tratamiento subcero con gran éxito, pues con el se consigue eliminar casi por completo la austenita retenida y se evita que con el transcurso del tiempo se modifiquen las medidas del calibre debido a la lenta transformación de la austenita retenida [9].

Otra aplicación, es en piezas cementadas, en las que con frecuencia después del temple aparecen importantes cantidades de austenita retenida. El revenido final, por la naturaleza del tratamiento, no puede ser superior a los 200 °C dado que la dureza disminuiría demasiado [9].

Las inconsistencias experimentadas por los usuarios en la industria en general han limitado la aceptación del tratamiento subcero, aún existiendo una gran cantidad de evidencia empírica acerca de la aplicación de éste tratamiento. A pesar de las

ventajas relacionadas con el tratamiento subcero, no existen muchos reportes donde se haya estudiado este proceso con la metodología formal de la investigación científica. Por esto, se decidió realizar este trabajo de investigación para entender algunos de los fenómenos físicos que se presentan en este tipo de tratamientos y obtener información de la influencia de las variables de operación para así poder optimizar estos procesos a nivel industrial.



# Capítulo 2

## Antecedentes y Objetivos

Los aceros pueden ser tratados térmicamente para producir una gran variedad de microestructuras y propiedades mecánicas. Para lograr los resultados deseados en las piezas, se calientan y enfrían controladamente para producir la distribución microestructural deseada. La respuesta del acero al tratamiento térmico depende de su composición química, del tamaño de la pieza y de las características del medio de enfriamiento [12] [16].

Algunas consideraciones microestructurales básicas son:

La austenita es la fase estable a altas temperaturas de estructura cristalina fcc. Los elementos alcantearantes, especialmente el carbono en solución, endurecen a la austenita [17]. debido a esto se requiere una mayor energía para los mecanismos de corte durante la transformación de austenita a martensita. Entonces se requiere un mayor nivel de enfriamiento, porque la temperatura  $M_s$  disminuye, ya que los fuertes formadores de carburos pueden anclar tanto al carbono como a los carburos sin disolver. También, si se incrementa la temperatura de austenización, el tamaño de grano crece,

y la disolución de los elementos aleantes y carbono, teniendo el efecto de disminuir la  $M_s$ , [12]. La transformación de austenita a martensita durante el enfriamiento no depende del tiempo, sino que está relacionada con el grado de enfriamiento por debajo de  $M_f$ . Un enfriamiento lento puede permitir que se liberen esfuerzos y posiblemente ocurra difusión, reduciendo la fuerza motriz para la transformación de la martensita, y nuevamente disminuye  $M_s$ . En aceros con alto contenido de carbono y de elementos aleantes, se promueve la transformación de austenita a bainita, o es posible desestabilizar la austenita a temperaturas relativamente bajas de revenido [11].

En aceros altamente aleados, la austenita permanece sin transformar a temperaturas por arriba de los 450 °C o más, temperatura a la cual llega a ser condicionada principalmente por la precipitación de carburos logrando la transformación a martensita (de bajo contenido de carbono y elementos aleantes) cuando regresa a temperatura ambiente [11].

La martensita es una fase metaestable tetragonal supersaturada con carbono el cual, durante el revenido, precipita como carburos dependiendo de la naturaleza y del contenido de aleantes, y de la temperatura de revenido [17]. La inestabilidad de la martensita esta asociada con la energía de deformación relacionándola con las dislocaciones, y con la energía interfacial asociada con los límites de la red y los límites de martensita/austenita retenida (cuando la austenita está presente como pequeñas películas entre la red). Los átomos de carbono se segregan en sitios de dislocaciones e interfases y tienden a anclarse en tales sitios. A temperaturas muy bajas, la energía de activación del carbono para difundir (y difusión de aleantes) es demasiado alta para permitir la formación de precipitados de carburos en la etapa final de revenido.

La fragilidad de la martensita revenida puede resultar de la precipitación de películas de cementita desde la red-interna de la austenita durante el revenido [11] [17].

El tipo de carburo formado durante el revenido depende principalmente del contenido de aleantes y temperatura de revenido. Algunos de los carburos en la microestructura final serán aquellos que permanezcan sin disolver durante la austenización. El tamaño y distribución de carburos precipitados desde la martensita (o de la austenita retenida) durante el revenido serán dependientes del fenómeno de nucleación y crecimiento, influidos por el cambio de un cierto número de factores, incluyendo su historia térmica previa. La nucleación y el crecimiento son dependientes del tiempo [11].

#### TRATAMIENTO TÉRMICO DE ACEROS DE HERRAMIENTA

Los aceros de alta velocidad forman parte del grupo de aceros altamente aleados para herramientas que sostienen una dureza de aproximadamente 60 a 67 HRc para temperaturas de trabajo de hasta casi 600 °C, lo que les permite mantenerse por un tiempo considerable a elevadas exigencias de producción. Sus características se basan esencialmente en la estabilidad microestructural después de la etapa de revenido, así como en la dureza del componente básico en estado de templado y revenido, que son consecuencia de la existencia de carburos de cromo, molibdeno, vanadio y tungsteno, los que disminuyen en forma considerable en la resistencia al desgaste de las herramientas. Las herramientas fabricadas con este tipo de aceros, son: buriles, brocas, machuelos, dados para tarrajas, rimas, seguetas, etc. [1]. Los aceros de alta velocidad se caracterizan por las siguientes cualidades:

- Alta dureza con baja fragilidad, aún a altas temperaturas.
- Alta resistencia al desgaste.
- Alta estabilidad dimensional a la temperatura de trabajo.
- Notable tenacidad

Cualquier deformación mecánica genera tensiones, las cuales pueden tener resultados desfavorables en el tratamiento térmico. Por este motivo, es de suma importancia suprimir las tensiones antes de templar. Estas tensiones pueden ser reducidas mediante un recocido de 600-650 °C durante 1 a 2 horas, seguido por un enfriamiento lento dentro del horno [1].

El temple de herramientas puede efectuarse en baños de sales, en aceite o al aire. La elección del medio de enfriamiento depende esencialmente de la forma y tamaño de la pieza. Tratándose de medidas gruesas, se ha comprobado la conveniencia del uso de enfriamiento en baño de sales a aproximadamente 550 °C. Con la disminución de las tensiones térmicas se reduce el peligro de grietas y de deformación, y por ende se disminuye el riesgo de oxidación. La herramienta sólo debe permanecer dentro del baño de sales hasta que haya uniformidad en la temperatura. Entonces es cuando se realiza el endurecimiento al enfriarse en aire, por la formación de martensita que comienza a temperaturas alrededor de 150 °C. Al efectuarse el temple en aceite, se recomienda que se precaliente el mismo a 80 °C con el fin de evitar una excesiva formación de tensiones en la herramienta [1].

Las herramientas templadas deben ser revenidas inmediatamente después del proceso de temple. Un revenido insuficiente conduce a rendimientos inferiores, incluso a

roturas completas de las herramientas. La microestructura de un acero templado de alta velocidad se compone de martensita, austenita retenida y carburos. La disminución en la dureza es notoria al revenir a aproximadamente 350 °C, y es consecuencia de la martensita ya existente. Por arriba de 350 °C se inicia tanto la precipitación de carburos, como la transformación de la austenita retenida en martensita durante el enfriamiento. Esto motiva un aumento en la dureza, el así llamado “efecto secundario de temple”, el cual al austenizar correctamente es más elevado que la dureza en estado de templado. El máximo de temple secundario se obtiene entre 510-550 °C, dependiendo de la composición del acero de alta velocidad y de las condiciones de austenizado. Por encima de esta temperatura de revenido (máximo temple secundario) se tiene como consecuencia una marcada disminución de dureza. Para la temperatura de revenido hay que elegir temperaturas de 10 a 20 °C por encima del máximo del temple secundario, ya que a estas temperaturas todos los procesos de transformación y de precipitación están concluidos. Si se requiere una dureza menor a la obtenida por temple, la temperatura de revenido correspondiente deberá ser mayor. Se recomienda que la duración del revenido no sea inferior a una hora y el enfriamiento desde la temperatura de revenido debe ser efectuado en aire quieto [1].

#### ACEROS DE HERRAMIENTA AISI D2 Y AISI M2

Los aceros para trabajo en frío con alto contenido de carbono y cromo, se identifican por la letra D y se caracterizan por contenidos de carbón en el rango de 1.5-2.35 % y por un contenido nominal de cromo del 12 %. Los aceros que contienen molibdeno pueden ser endurecidos al aire, mientras que los que no contienen molibdeno (D3) se endurecen por temple en aceite [3].

Un precalentamiento antes de la austenización, reduce la distorsión en partes endurecidas minimizando los cambios dimensionales no uniformes durante la austenización. Los aceros pueden ser austenizados en baños de sales no oxidantes, al vacío, o en varios tipos de hornos empleando atmósferas controladas para evitar la decarburización. Las temperaturas excesivas de austenización promoverán austenita retenida, lo cual debe evitarse. Revenidos dobles o triples, se emplean comúnmente para transformar la austenita retenida. El tratamiento de estabilización es opcional y se realiza a bajas temperaturas; incrementa la dureza y mejora la estabilidad dimensional reduciendo la cantidad de austenita retenida, particularmente cuando se emplean temperaturas de austenización altas [3].

Algunas de las características de los aceros de herramienta de la serie D son: endurecimiento profundo con baja distorsión, alta resistencia al desgaste, alta resistencia al ablandamiento y resistencia media a la decarburización, además de ser fácilmente nitrurable [3].

Algunas de las aplicaciones del acero de herramienta AISI D2 son: corte de lámina delgada hasta aproximadamente 6 mm, estampado y formado de materiales delgados, matrices de reducción para la industria de tornillos, de embutido para artículos de lámina, para la fabricación de clavos, para engargolar, etc. [1].

Los aceros de herramienta de alta velocidad al molibdeno, se usan principalmente para herramientas de corte. Los aceros de la serie M, son similares a los de la serie T. Siempre son precalentados antes de austenizarlos para permitir una expansión homogénea en todas las secciones de la herramienta y para minimizar los esfuerzos que pudieran ocurrir debido a la transformación a austenita. Para disolver los carburos

complejos en los aceros de herramienta durante la austenización, se debe calentar a temperaturas cercanas a las del punto de fusión de los carburos o prolongar los tiempos de austenización, con la limitante de evitar el crecimiento de grano. Los aceros de la serie M pueden ser templados en aire, aceite o sales fundidas. La estabilización de las piczas puede ser empleada para transformar la austenita retenida. Esta etapa debe llevarse al menos a  $-85\text{ }^{\circ}\text{C}$  seguido de un revenido a la temperatura normal. Estos aceros pueden ser nitrurados, preferiblemente en baños de sales [3].

Algunas de las características de los aceros de herramienta de la serie M son: el molibdeno es el elemento aleante principal y el que le da la característica de acero de alta velocidad, el más popular de ellos es el acero AISI M2 por su bajo costo. Tienen varios contenidos de carbono y se utilizan para herramientas de formado debido a que presentan muy alta resistencia al ablandamiento a altas temperaturas, y resistencia al desgaste, baja tenacidad comparado con otros aceros de alta velocidad, y baja resistencia a la decarburización [3].

Algunos de las aplicaciones del acero de herramienta AISI M2 son: para arranque de viruta de desbaste o acabado tales como brocas, fresas, machuelos, dados de roscar, brochas, escariadores, avellanadores, peines para roscar, segmentos para sierras circulares para madera. Además también es apropiado para matrices de conformado en frío, por ejemplo: punzones y matrices para extrusión en frío, así como, para herramientas de corte y corte de precisión [1].

#### TRATAMIENTO SUBCERO

El principal propósito del tratamiento térmico de un acero de herramienta es obtener a una microestructura consistente de la mejor distribución posible de carburos,

de un tipo deseable, en una matriz de martensita revenida.

El ciclo térmico convencional aplicado a aceros de herramientas consiste de un temple seguido de revenidos múltiples [16]. El objetivo del revenido múltiple consiste en: 1) mejorar la tenacidad, y 2) promover la precipitación de otros carburos aparte de la cementita. La operación de revenido tiene la desventaja de que se requiere mantener al acero a la temperatura de revenido en el orden de horas, por lo que se incrementa el tiempo de proceso significativamente. Durante el primer revenido, los esfuerzos internos se relajan y la martensita pierde carbono y los elementos aleantes precipitan como carburos complejos. La tetragonalidad de la martensita disminuye y parte de la austenita retenida se transforma a bainita inferior y debido a la disminución de elementos aleantes disueltos, otra parte de la austenita retenida permanece lista para la subsecuente transformación a martensita en el siguiente revenido [5]. Para aceros de herramienta, una alternativa al revenido múltiple consiste en mantener la pieza isotérmicamente por debajo de la temperatura ambiente (para completar la transformación austenita-martensita) seguida de un solo revenido. Hay dos tipos de tratamiento en frío y estos dos rangos de temperaturas resultarán en diferentes efectos: 1) tratamiento criogénico profundo (el componente es sumergido en nitrógeno líquido, alcanzando una temperatura del orden de  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), y 2) tratamiento subcero (el componente se expone al nitrógeno gaseoso en el rango de temperaturas de  $-60$  a  $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) [11] [13].

El desarrollo y adaptación del tratamiento subcero se ha efectuado casi paralelamente a los tratamientos isotérmicos y las investigaciones realizadas sobre esta técnica son una ampliación de los trabajos realizados sobre algunas curvas TTT que presen-



tan sus zonas martensíticas a muy bajas temperaturas. Desde sus inicios en el año 1942, su uso provocó confusión sobre su posible utilidad, ya que mientras algunos metalurgistas lo consideraban como un gran éxito que aumentaba la vida útil de las herramientas en un 100%, otros afirmaban que empleándolo no se mejoraba sensiblemente su rendimiento [9]. La temperatura del tratamiento subcero a  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$  para los aceros de alta velocidad fue recomendado por Gulyaeven, en 1937 [14], y a  $-84\text{ }^{\circ}\text{C}$  por otros autores [5] [10].

El incremento en propiedades atribuidas al tratamiento subcero y/o criogénico son [11]:

- Dureza. En muchos casos la dureza se incrementa de 1-3 HRc, aunque algunos autores reportan un mínimo incremento en la dureza.
- Tenacidad. En algunos casos, la tenacidad del material se ve favorecida.
- Resistencia al desgaste. Un patrón más uniforme de desgaste y mejor terminado superficial.
- Estabilidad dimensional. Estabiliza las dimensiones de la pieza eliminando la posibilidad de transformaciones espontáneas de austenita retenida subsecuente al tratamiento térmico final.

Este tratamiento se aplica en los aceros que después de temple normal o en aire, agua o aceite, conservan todavía en su estructura una gran cantidad de austenita residual sin transformar. La cantidad de austenita retenida varía con la composición, temperatura de austenización, medio de enfriamiento, tamaño de la pieza, etc..

Una vez iniciada, la transformación austenita-martensita progresa conforme disminuye la temperatura, hasta una temperatura tal en la que la transformación total es alcanzada. Esta temperatura se conoce como temperatura final de martensita ( $M_f$ ) y también es función de la composición química del acero. La transformación martensítica es atérmica, es decir, que la rapidez de transformación depende únicamente de la temperatura, no así, del tiempo que tarda en llegar a dicha temperatura; por lo que, el único requerimiento para producir una transformación completa es alcanzar  $M_f$ . Para aceros cuya  $M_f$  está muy por debajo de la temperatura ambiente, la operación de temple produce una combinación de martensita más austenita retenida. En la mayoría de los aceros de herramienta con alto contenido de carbono y aleantes, el endurecimiento inicial genera cantidades significativas de austenita retenida, debido a que la temperatura  $M_f$  puede estar sustancialmente por debajo de la temperatura ambiente [5] [11]. El porcentaje de austenita residual suele variar entre 5-35% y puede llegar hasta un 50% [5] [9] [10]. Una estructura de martensita (fase dura) y una excesiva cantidad de austenita retenida (fase blanda) es inaceptable ya que hace a la pieza propensa a la fractura y a la desestabilidad dimensional además de los bajos niveles de dureza que se obtienen [12]. La austenita retenida también afecta la maquinabilidad del acero y promueve la formación de fisuras durante las operaciones finales [12] [13]. También existe una inestabilidad dimensional inherente debido a la diferencia en volúmenes (aproximadamente del 4 %) entre las celdas unitarias de la austenita y la martensita [13] [15]; entonces, cuando la austenita retenida transforma a martensita, el componente experimentará un cambio de volumen localizado que contribuirá a la evolución de esfuerzos internos. Por todos los factores ya menciona-

dos, es necesario transformar la austenita retenida durante las etapas del tratamiento térmico antes de finalizar el ciclo.

La transformación de esta austenita retenida se verifica siempre en el revenido, consiguiendo además un incremento en la dureza. En aceros de alta aleación esta transformación ocurre al ser calentado el acero templado a temperaturas entre 400-650 °C y ser enfriado en aire. El tratamiento subcero consigue también transformar la austenita retenida a martensita; este proceso se utiliza para aceros rápidos, indeformables, cementados, etc..

Si después del temple del acero se interrumpe el enfriamiento durante un cierto tiempo a la temperatura ambiente, disminuye la oportunidad de transformación máxima a martensita [10]. La austenita retenida que queda se vuelve extraordinariamente refractaria a ser transformada en un posterior enfriamiento o por debajo de los 0 °C [9]. También se reporta que manteniendo la pieza por largos períodos a temperatura ambiente después del temple o un revenido entre 100 y 400 °C por 1 hora, estabiliza la austenita retenida en aceros rápidos y ya no transforma la austenita retenida en el tratamiento subcero y/o criogénico [4].

La estabilización térmica de la austenita retenida está asociada con la relajación de los esfuerzos elásticos y del anclaje de las dislocaciones por átomos de carbono. El alto contenido de átomos de carbono en la martensita contribuye a incrementar los esfuerzos de compresión e incrementa la tetragonalidad de la martensita y ejerce una compresión uniforme, estabilizando, así, los cristales de austenita retenida [6]- [7].

La transformación de austenita a martensita es una reacción de corte y es dependiente de la temperatura, pero no del tiempo. Con la mayoría de los aceros se ha

reportado que el tratamiento subcero debe tener lugar en un máximo de una hora después del endurecimiento por temple ya que la austenita retenida se estabiliza con el tiempo y es más difícil su transformación a martensita [12] [13].

Después de que se alcanza la temperatura subcero, una exposición adicional no tienen efectos adversos, pero la velocidad de calentamiento del material frío no será crítica siempre y cuando la uniformidad de la temperatura sea mantenida y se eviten gradientes altos de temperatura [10] [7].

Las características de la transformación de austenita retenida, debe tomarse en consideración para seleccionar el tratamiento subcero o criogénico para herramientas hechas de acero de alta velocidad, ya que un enfriamiento rápido tiene un fuerte efecto de contracción durante el subsecuente calentamiento en el rango de  $-60$  a  $-120$  °C, y se ha encontrado que incrementa la densidad de defectos en la martensita. Se asume que la contracción se debe a la "cicatrización" de microdiscontinuidades causadas por la contracción de la red cristalina de la martensita debido a el flujo de parte del carbono hacia los defectos cristalinos [14].

El tratamiento criogénico a la temperatura del nitrógeno líquido ( $-196$  °C) es empleado para extender el temple antes del revenido. La ventaja de este proceso, es que promueve la precipitación de carburos  $\eta$  finos durante el subsecuente revenido. Los carburos  $\eta$  que se forman se distribuyen uniformemente a través de una estructura altamente descompuesta. Los resultados son mayor dureza, tenacidad, resistencia al desgaste y resistencia al agrietamiento por fatiga [8]- [13].

Una vez sometido el acero al tratamientos subcero que permite alcanzar la  $M_f$  y la total o parcial transformación de austenita retenida a martensita, debe aplicar-

se un revenido para relajar esfuerzos y evitar la transformación espontánea de esta última martensita durante las condiciones de servicio asegurando, así, la estabilidad dimensional de la herramienta [5] [12].

Si se sigue el tratamiento tradicional de revenido, las ventajas del potenciales del tratamiento subcero y criogénico no se pueden llevar a cabo, y en algunos casos el efecto neto sobre las propiedades mecánicas puede ser negativo. La implicación, es que el revenido múltiple comúnmente incorporado en el tratamiento térmico convencional puede ser eliminado [5] [8] [13] [14].

Los medios de enfriamiento que se usan en los equipos para los tratamientos subcero/criogénico son [12]:

- Mezclas de  $\text{CO}_2$ (sólido) con un solvente adecuado como tricloroetilino o alcohol en tanques aislados y cerrados. Es fácil y ampliamente usado. Se pueden alcanzar rápidamente temperaturas de  $-60$  a  $-70$  °C, con el límite de  $-80$ °C. La desventaja del sistema es que a esas temperaturas, para algunos aceros, no se ha alcanzado la temperatura  $M_f$  y se carece del control de rapidez de enfriamiento.
- Los equipos que emplean la refrigeración mecánica, son capaces de alcanzar aproximadamente los  $100$  °C, y cuentan con controles, instrumentos medidores y ventiladores para convección e incrementar la velocidad de enfriamiento de los componentes.
- Sistemas de enfriamiento de manera controlada que involucran el empleo de  $\text{N}_2$ , ya sea en forma gaseosa en un medio convectivo, o por inmersión.

Mediante el uso del microscópio electrónico se encontró que la microestructura en aceros hipereutéticos templados, consiste en carburos sueltos y austenita retenida. Al aplicar el tratamiento criogénico, se observó que la austenita retenida se transformó en martensita y además hubo una refinación de la estructura y un reacomodo de carburos sueltos. Los carburos se afinaron y quedaron uniformemente distribuidos en el acero, incrementando la resistencia al desgaste. Otros investigadores afirman que los carburos  $\eta$  se precipitan de la martensita durante el revenido y no por la transformación de austenita retenida a martensita [4] [8].

Los tratamientos térmicos de baja temperatura, criogénico o subcero, no han tenido suficiente investigación y desarrollo para contestar algunas de las más básicas cuestiones. Generalmente lo que se está viendo es un refinamiento de la estructura cristalina, no un endurecimiento del material y se cree que hace a las piezas tratadas criogénicamente más resistentes a la fractura, es decir, más dúctil sin perder dureza. La dureza del metal llega a ser la que menos varía después del tratamiento. Las piezas tratadas criogénicamente son más fáciles de pulir y se resisten más a la formación de la "piel de naranja". Además, se mejora la estabilidad dimensional, y la resistencia al desgaste, y son más fáciles de limpiar [4] [8] [10] [12] [14].

Los datos sobre el tratamiento subcero en la literatura son contradictorios [8] [14]. Unos dicen que el enfriamiento rápido (shock/cooling) es el adecuado y otros dicen que debe ser lento. Cabe mencionar que el llamado shock/cooling no provoca un enfriamiento rápido, por la lenta evaporación del nitrógeno líquido, porque la cortina formada por este vapor tiene una menor capacidad de enfriamiento que, por ejemplo, un baño de aceite [4] [14].

El proceso criogénico es uno de los campos más excitantes en la industria actual: reduce tiempo y por ende costos, incrementa la eficiencia industrial y reduce la contaminación [4] [8] [10] [12] [13]. El proceso promete hacer más durables a los aceros, puede reducir grandemente la chatarra, se pueden reducir costos por herramienta producida, dobla la vida útil de los automóviles reduciendo la contaminación. Ayuda a reducir el peso de partes de automóviles, camiones, trenes y aviones. Reduce el ruido en mediciones eléctricas, y produce mejores y más confiables microchips.

Desde 1965, cuando el primer proceso en frío comercial fue posible, se han publicado artículos sobre este tema [5] [10] [12] [13] [22]. Desafortunadamente, la mayoría de éstos avances se hicieron empíricamente y no en base a estudios experimentales formales. En consecuencia, poco se conoce acerca de los fenómenos que gobiernan estos procesos. Debido a esto es que en este trabajo se reportan resultados de una investigación dirigida hacia un entendimiento más fundamentado de los tratamientos subcero de aceros de herramienta comerciales.

# Objetivos

Los objetivos de esta investigación son:

- Caracterizar la condición de frontera de la transferencia de calor durante el tratamiento subcero de aceros de herramienta comerciales.
- Evaluar la influencia de las variables de proceso con respecto a la evolución de la dureza durante el tratamiento subcero de un acero de herramienta comercial AISI D2 y AISI M2.
- Comparar los resultados metalúrgicos obtenidos con un ciclo térmico alternativo, consistente en un temple + tratamiento subcero seguido de un solo revenido, contra la práctica estándar de temple seguido de revenidos múltiples.



## Capítulo 3

# Desarrollo Experimental

En esta sección se describen los materiales y métodos utilizados para caracterizar la transferencia de calor durante el tratamiento subcero y la respuesta metalúrgica de dos aceros de herramienta sometidos al tratamiento térmico convencional y a un tratamiento alternativo que incluye una etapa de tratamiento subcero.

### 3.1 Probetas

Para el desarrollo de esta investigación se diseñaron los siguientes tipos de probetas (ver Fig. 3.1):

Para caracterizar la transferencia de calor durante el tratamiento subcero se utilizaron probetas cilíndricas de acero inoxidable AISI 304, de 1 pulgada (2.54 cm.) de diámetro  $\times$   $2 \frac{1}{2}$  pulgadas (6.35 cm.) de longitud (probeta tipo II). Las probetas se instrumentaron con dos termopares tipo K de  $\frac{3}{16}$  de pulgada (0.47 cm.) de diámetro. Los termopares fueron colocados a la mitad de la longitud de la probeta, en dos

Tabla 3.1: Composición nominal de los accros (AISI).

Acero	C	Mn	Ni	Cr	V	W	Mo
D2	1.55	...	...	12.0	1.0	...	0.7
M2	0.9	...	...	4.1	1.9	6.4	5.0
Inox. 304	0.08	2.0 <sub>máx</sub>	8.0-10.5	18.0-20.0	...	...	...

posiciones radiales: a) en el centro, y b) cerca de la superficie.

Para estudiar el efecto de las variables de proceso en la dureza del acero, se fabricaron dos tipos de probetas de acero de herramienta AISI D2: a) de 1 pulgada (2.54 cm.) de diámetro  $\times$  2  $\frac{1}{2}$  pulgadas (6.35 cm.) de longitud, con un tubo de diámetro ligeramente mayor de acero, para sujetarla por la parte superior (probeta tipo I); b) de 1 pulgada (2.54 cm.) de diámetro  $\times$  2  $\frac{1}{2}$  pulgadas (6.35 cm.) de longitud (probeta tipo II); y c) de 0.5 pulgada (1.27 cm.) de diámetro  $\times$  1  $\frac{1}{4}$  pulgada (3.175 cm.) de longitud (probeta tipo III). También se fabricaron probetas tipo III de acero AISI M2.

La composición nominal de los accros de herramienta AISI D2, AISI M2 y del acero inoxidable AISI 304, se muestra en la Tabla 3.1 [1].

### 3.2 Dispositivo experimental (cámara fría)

Antes del comienzo de este trabajo, en Especialidades Térmicas S.A. de C.V. se disponía de una cámara fría de geometría cilíndrica construida de acero inoxidable de pared doble. Este recipiente se caracterizó siguiendo la respuesta térmica de una

probeta de acero inoxidable AISI 304 instrumentada con termopares. Del resultado de estas pruebas, se encontró que había demasiado flujo de calor del ambiente hacia el recipiente por lo que se hicieron modificaciones a la cámara fría. Las modificaciones fueron: la aplicación de un aislante térmico entre las paredes, cambio en la forma interna de la tapa y colocación de sellos para evitar fugas.

El equipo que se empleó para el tratamiento subcero, se muestra en la Fig. 3.2. El espacio entre las paredes de la cámara se rellenó con poliuretano, que actúa como aislante térmico. Las dimensiones de la cámara son las siguientes: 32 cm de diámetro interno, 42 cm de diámetro externo, 40 cm de altura interna y 45 cm de altura externa.

La cámara tiene una tapa que es plana por la parte externa y cónica por la parte interna y está rellena con aire, que ayuda a aislar térmicamente. La tapa se fija con tornillos al recipiente y se sella con un empaque; la tapa tiene tres orificios, cada uno con su respectivo sello para evitar fugas y alineados diametralmente entre sí; uno de ellos en el centro de la tapa y los otros dos cerca de los extremos. En el orificio del centro se introdujo una barra de acero inoxidable de  $\frac{1}{8}$  de pulgada (0.317 cm.) para sujetar la muestra instrumentada con termopares dentro de la cámara a una altura dada (constante durante todos los ensayos). Para tener control sobre las variables de operación, en los dos orificios restantes se realizó lo siguiente: en uno de ellos se hizo un arreglo con un termopar, un flujómetro con capacidad máxima de 140 litros por minuto (LPM) y una válvula, con la finalidad de monitorear la temperatura instantánea y el flujo parcial a la salida. Las lecturas del flujo parcial se utilizaron sólo como referencia (el flujo de nitrógeno gaseoso excedió la capacidad del flujómetro) para controlar el flujo de entrada, manteniendo las mismas condiciones de operación

durante cada una de las pruebas. Con una válvula de globo se controló la alimentación de nitrógeno por el fondo de la cámara a través de un tubo de cobre de diámetro de  $\frac{3}{4}$  (1.9 cm.) de pulgada conectado directamente al tanque de almacenamiento de nitrógeno líquido. En el orificio restante, se introdujo un termopar para monitorear la temperatura del nitrógeno en el fondo de la cámara.

### 3.3 Pruebas de transferencia de calor.

Para obtener las curvas de enfriamiento (temperatura *vs* tiempo), las probetas de acero inoxidable AISI 304 fueron enfriadas desde la temperatura ambiente hasta cuatro temperaturas subcero: -60, -80, -100 y -120 °C, empleando nitrógeno gaseoso. Al mismo tiempo, se midió la respuesta de la temperatura en las dos posiciones dentro de la probeta, así como las temperaturas de entrada y salida del nitrógeno gaseoso con termopares tipo K, conectados a un sistema computarizado de adquisición de datos (marca Keithley modelo Smartlink KNM-TC42). La calibración del adquisidor se hizo con temperaturas fijas y conocidas: 0 °C que corresponde a la temperatura de equilibrio del agua sólido-líquido, y a -196 °C que corresponde a la temperatura de equilibrio del nitrógeno líquido-gas. La tarjeta de adquisición de datos tiene una frecuencia máxima de 15 lecturas por segundo (sólo cuando hay un termopar conectado); cuando se conectan más termopares, la frecuencia de adquisición de datos disminuye (el adquisidor de datos tiene capacidad para seis termopares). En las pruebas realizadas se empleó una frecuencia de 1 lectura por segundo.

El programa de enfriamiento para alcanzar y mantener las cuatro temperaturas

subcero, asegurando uniformidad de temperaturas en la pieza, se indica a continuación:

1. Abrir la válvula de alimentación de nitrógeno hasta que el flujómetro señale 140 LPM, con la válvula de escape en una posición fija ( $1\frac{1}{2}$  vueltas abierta).
2. Al registrarse una temperatura en la probeta de 20 °C arriba de la temperatura requerida, cerrar la válvula de alimentación hasta un flujo de 70 LPM.
3. Al registrarse la temperatura requerida, cerrar la válvula de alimentación hasta un flujo de 35 LPM,
4. Abrir y cerrar la válvula de alimentación entre 35 y 50 LPM para mantener la temperatura requerida,
5. Una vez alcanzada la temperatura requerida, las piezas que se van a tratar térmicamente se mantienen por 30 minutos, y finalmente, se dejan calentar en aire quieto hasta temperatura ambiente.

Para estimar la evolución de flujo de calor, en la superficie del espécimen de acero inoxidable AISI 304 a partir de los datos de temperatura vs tiempo, se utilizó el programa de computo CONTA\_CYL. Este programa resuelve el problema inverso de conducción de calor para el caso de flujo unidimensional (radial) en un cilindro.

### 3.4 Pruebas de endurecimiento

La práctica industrial tradicionalmente utilizada para el tratamiento térmico, en baños de sales, de los aceros de herramienta AISI D2 y AISI M2 consisten en: a)

calentamiento previo a la austenización, b) temple en dos etapas (primero un preenfriamiento en sales, seguido de enfriamiento en aire hasta temperatura ambiente), y c) revenidos múltiples (según la práctica que se realice en planta, estos pueden ser de dos a tres revenidos).

En este estudio, además de estudiar el proceso tradicional, se plantea un proceso alternativo, que incluye al tratamiento subcero. Las variables de proceso que se estudiaron fueron: la temperatura de austenización, el medio de enfriamiento, el tiempo de almacenamiento de las muestras antes del tratamiento subcero, la temperatura subcero y la temperatura de revenido.

### **3.4.1 Acero D2**

La práctica industrial para el temple de piezas de herramienta de acero AISI D2 de dimensiones similares a las empleadas en este estudio produce una dureza uniforme en el rango de 60 a 63 HRc y consiste de: 1) precalentamiento en un baño de sales fundidas entre 560-580 °C por 30 minutos; 2) austenización en un baño de sales fundidas a una temperatura entre 980-1030 °C por 30 minutos; 3) enfriamiento en un baño de sales fundidas entre 560-580 °C por 5 minutos (máximo); y 4) enfriamiento en aire quieto hasta temperatura ambiente.

Esta práctica de temple fue modificada para producir: a) un amplio rango de valores de dureza, b) obtener dureza homogénea en toda la pieza, y c) perfiles de dureza longitudinales en la pieza. Para esto, la temperatura de austenización se manejó en el rango de 1025 a 1150 °C. En todos los casos, las muestras fueron calentadas en

baños de sales industriales y templadas en aceite quieto.

Durante el tratamiento subcero se usaron cuatro temperaturas: -60, -80,-100, y -120 °C. Se hicieron dos grupos de probetas: al primero se les aplicó el tratamiento subcero inmediatamente después del temple, mientras que al otro grupo, se les aplicó un día después. Todas las muestras se mantuvieron por 30 minutos a la temperatura de prueba. Las muestras siempre se colocaron a 30 cm desde la parte superior de la cámara criogénica, para conservar las mismas condiciones durante todas las pruebas.

Muestras de acero de herramienta del tipo III, se sujetaron al ciclo térmico tradicional con la operación de revenido realizada por 2 horas a 150 °C para cada revenido. Otras muestras se sujetaron a un ciclo alternativo incorporando un temple en aceite + tratamiento subcero (a -100 °C por 30 minutos) + un revenido simple (220°C por dos horas).

Todas las probetas fueron austenizadas y revenidas en baños de sales fundidas industriales.

### **3.4.2 Acero M2**

El tratamiento de temple para piezas de herramienta de acero AISI M2, con las dimensiones de la probeta tipo III, logra una dureza uniforme en el rango de 63 a 66 HRc y consiste de: 1) precalentamiento en un baño de sales fundidas entre 560-600 °C por 30 minutos; 2) austenización en un baño de sales fundidas entre 1170-1200 °C por 3 minutos; 3) enfriamiento en un baño de sales fundidas entre 560-600 °C por 5 minutos (máximo); y 4) enfriamiento en aire quieto hasta temperatura ambiente.

Esta práctica de temple fue modificada para obtener una dureza homogénea en toda la pieza. Se utilizaron dos temperaturas de austenización: 1170 y 1200 °C. Las muestras fueron calentadas en baños de sales industriales y templadas en dos medios: en aire a temperatura ambiente (para la muestra austenizada a 1170 ° C) y en agua a 96 °C (para la muestra austenizada a 1200 ° C).

En base a los resultados obtenidos con las probetas de acero AISI D2 el tratamiento subcero, para el acero AISI M2, se realizó a -100 °C únicamente. El tiempo del tratamiento subcero fue de 30 minutos. Al igual que en el caso del acero AISI D2, se hicieron dos grupos de probetas: al primero se les aplicó el tratamiento subcero inmediatamente después del temple, mientras que al otro grupo, se les aplicó un día después.

Muestras de acero de herramienta tipo III se sujetaron al ciclo térmico tradicional con un triple revenido ( a 600, 585, 570 °C respectivamente, dos horas para cada revenido). El ciclo alternativo que se aplicó es el siguiente: a) un temple en aire (1170 °C) + un tratamiento subcero (a -100 °C por 30 minutos) + un revenido simple (600 °C por dos horas) y b) un temple en agua (1200 °C) + un tratamiento subcero (a -100 °C por 30 minutos) + un revenido simple (600 °C por dos horas).

Todas las probetas fueron austenizadas y revenidas en baños de sales fundidas industriales.



### 3.5 Metalografía

Después de medirles la dureza, los especímenes fueron preparados metalográficamente siguiendo las normas establecidas [2]. Los especímenes de baja dureza (sin tratamiento térmico) se cortaron con discos abrasivos en un medio enfriante (agua + refrigerante) para evitar el calentamiento de la superficie y no provocar el temple o revenido en la muestra. Para los aceros de alta dureza (tratados térmicamente) se utilizó una cortadora de diamante. Después de cortar las muestras, se desbastaron hasta lija 600, y se pulieron. La solución para microataque que se aplicó a las superficies pulidas de los aceros de herramienta fue nital. Para las piezas de llegada se usó nital al 2%; para las piezas templadas, con tratamiento subcero y/o revenidas, nital al 4%.

#### Dimensión de las probetas:

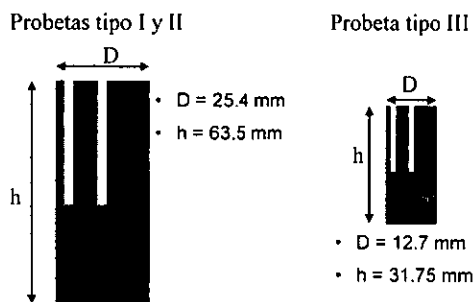


Figura 3.1: Representación esquemática de la probeta de acero inoxidable utilizada para las mediciones de las curvas de enfriamiento y de las probetas de acero de herramienta tratadas térmicamente.

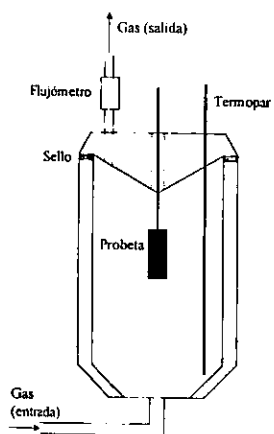


Figura 3.2: Representación esquemática del dispositivo experimental (cámara fría).

# Capítulo 4

## Resultados y discusión

A continuación se discuten los resultados obtenidos en las pruebas experimentales realizadas para la caracterización del tratamiento subcero y para la caracterización de la respuesta metalúrgica (en términos de dureza) de las probetas de acero de herramienta.

### 4.1 Transferencia de calor

#### CURVAS DE ENFRIAMIENTO

La respuesta de la temperatura de una probeta de acero inoxidable AISI 304 enfriada desde temperatura ambiente hasta  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  se muestra en la Fig. 4.1. En la figura también se muestran las mediciones de temperatura de entrada y salida del gas. El programa de enfriamiento se describió en el capítulo anterior y fue diseñado para evitar cambios de temperatura repentinos en la probeta. La temperatura del gas de entrada (fondo de la cámara) decrece rápidamente durante la primera etapa de en-

enfriamiento y se incrementa conforme la razón de flujo disminuye; un comportamiento similar, pero menos marcado, se presenta en la temperatura del gas de salida. Sin embargo, la temperatura no cambia tan rápido dentro de la probeta. La diferencia de temperaturas entre los termopares en la probeta fue siempre menor a  $2.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , lo cual sugiere que un número de Biot pequeño fue obtenido durante el enfriamiento, es decir, el proceso de enfriamiento sigue un régimen newtoniano. La temperatura del gas de salida puede ser usado para controlar el tratamiento subcero.

En la Fig. 4.2 se presentan las curvas de enfriamiento para las cuatro temperaturas de tratamiento subcero. En esta figura se observa que las curvas para  $-60$ ,  $-80$ , y  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  tienen prácticamente la misma pendiente al comienzo de la prueba, lo que indica una velocidad inicial de enfriamiento similar; las dos primeras temperaturas se alcanzan en un tiempo aproximado de 10 minutos, mientras que para alcanzar la temperatura de  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  en aproximadamente 13 minutos. Para la prueba a  $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ , se mantuvo una velocidad de enfriamiento constante en un intervalo mayor de tiempo, además de que ésta está defasada ligeramente con respecto a las otras temperaturas; para alcanzar la temperatura a  $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$  transcurrieron alrededor de 20 minutos.

Durante la alimentación de nitrógeno, que se realizó directamente del tanque de almacenamiento de nitrógeno líquido, no se tuvo el control total sobre la abertura de la válvula de alimentación, por lo que las diferencias existentes entre cada una de las curvas, se deben a la parte operativa de la cámara fría (fluctuaciones en el flujo). Pero nótese que la temperatura requerida se alcanza, y además, es posible mantenerla durante el tiempo necesario para el tratamiento subcero.

## EVOLUCIÓN DEL FLUJO DE CALOR

Los datos de temperatura *vs* tiempo obtenidos con el adquiredor, se interpolaron antes de introducirlos al programa que calcula la evolución del flujo de calor por unidad de longitud  $Q/l$  (CONTA\_CYL), ya que se requieren datos de temperatura a incrementos de tiempo constantes ( $\Delta t = \text{cte}$ ). Se hizo un barrido de incrementos de tiempo ( $\Delta t = 1, \dots, 10$  segundos) y se evaluaron en CONTA\_CYL distintos tiempos futuros ( $r = 2, 4, 6$ ) para cada uno de ellos (ver apéndice A). También se determinó el área bajo la curva para cada una de las condiciones mencionadas, para seleccionar los parámetros de cálculo ( $\Delta t$  y  $r$ ) que mejor caracterizan al sistema. Por último se realizó un balance de energía para comprobar que los datos calculados por CONTA\_CYL ( $Q/l$ ) coincidieran con los datos obtenidos con el adquiredor.

La Fig. 4.3, muestra la evolución del flujo de calor en función de la temperatura para la prueba a  $-60^\circ\text{C}$ , calculada con  $\Delta t = 4\text{s}$ ,  $r = 4$ . Antes de inyectar nitrógeno gaseoso, la temperatura se considera homogénea en la probeta. La velocidad de extracción de calor es alta al inicio, porque la fuerza motriz también lo es, es decir, el gradiente de temperatura es grande. Este gradiente disminuye conforme la temperatura continúa descendiendo. Se alcanza un máximo<sup>1</sup>  $Q/l = 350 \text{ Wm}^{-1}$  a  $T = 32.5^\circ\text{C}$ . A partir de ese punto  $Q/l$  disminuye al disminuir la temperatura hasta que  $Q/l = 0 \text{ Wm}^{-1}$  (cuando la válvula de entrada se cierra totalmente) y se alcanza  $T = -60^\circ\text{C}$ . Hay que considerar que en el interior de la cámara se presenta un perfil de temperaturas en función de la posición (altura), ver Fig. 4.1, y que éste varía constantemente aún cuando se haya alcanzando la temperatura requerida. Estas con-

<sup>1</sup> Este máximo corresponde al punto de inflexión de la curva  $T$  *vs*  $t$ , ver Fig. 4.2.

diciones dificultan, para fines de cálculo, determinar el coeficiente de transferencia de calor ( $h$ ) y al mismo tiempo explican por qué las curvas de la evolución del flujo de calor tienen ruido. Los resultados para las demás pruebas son similares (ver Figs. 4.4, 4.5, 4.6). La única diferencia se presenta para la condición a  $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ , donde en lugar de alcanzar un máximo de  $Q/l$ , se presenta una meseta en un amplio rango de temperatura, ya que durante el enfriamiento del espécimen a esa temperatura ( $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) la velocidad de enfriamiento se conservó durante un intervalo de temperatura amplio, ver Fig. 4.1.

#### AREA BAJO LA CURVA

En la Fig. 4.7 se muestra la cantidad de energía total extraída por el sistema (área bajo la curva  $Q/l$  vs  $t$ ), para cada una de las condiciones anteriores. Se encontró que la cantidad de energía extraída aumenta conforme la temperatura disminuye. Asimismo, tanto el máximo valor de  $Q/l$  (excepto para  $T = -120\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) como el tiempo necesario para alcanzar dicha temperatura se incrementa conforme la temperatura final disminuye. En esta figura, se trazó una línea de tendencia, considerando las temperaturas de  $-60$ ,  $-80$  y  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , que tuvieron un comportamiento similar; no se incluye a  $T = -120\text{ }^{\circ}\text{C}$ , por las razones mencionadas anteriormente.

#### VERIFICACIÓN

Para verificar los resultados obtenidos con `CONTA_CYL`, se calculó una curva de enfriamiento a partir de los flujos estimados `CONTA_CYL` y se comparó con la curva de enfriamiento experimental.

Para calcular la curva de enfriamiento se partió de un balance de energía sobre el espécimen:

$$\text{Entrada} + \text{Generación} = \text{Salida} + \text{Acumulación}$$

donde, considerando enfriamiento newtoniano [18]:

$$\text{Entrada} = 0$$

$$\text{Generación} = 0$$

$$\text{Salida} = Q(t)$$

$$\text{Acumulación} = \rho * C_p * V * \frac{dT}{dt}$$

arreglando:

$$-\rho * C_p * V * \frac{dT}{dt} = Q(t)$$

que es una ecuación diferencial de primer orden. La solución de la ecuación diferencial es:

$$T_{i+1} = T_i - \frac{1}{\rho * C_p * V} * \int_{t_i}^{t_{i+1}} Q(t_i) dt$$

Para resolver esta ecuación, se calcularon las áreas parciales bajo la curva (mediante el método numérico del trapecio) para cada intervalo de tiempo y se construyeron curvas de enfriamiento para los distintos tiempos futuros  $\tau = 2, 4$  y  $6$  para  $\Delta t = 1$  s. Los valores de las propiedades que se introdujeron fueron las del acero inoxidable AISI 304 (Tabla 4.1).

Tabla 4.1: Propiedades físicas y dimensiones de la probeta de acero inoxidable AISI 304.

$\rho^*C_p$ [J/m <sup>3</sup> K]	D [m]	L [m]
4 E 6	0.0254	0.05715

Los resultados obtenidos mediante este cálculo se compararon con los datos experimentales, ver Fig. 4.8. En esta figura se observa que las curvas de enfriamiento calculadas, para los distintos tiempos futuros  $\tau$ , son las mismas y tienen una velocidad de enfriamiento menor que las experimentales. Se repitieron los cálculos para  $\Delta t = 10$  s y se presentó el mismo comportamiento.

Hay que considerar varios factores (errores de cálculo) por los que las curvas están desplazadas:

1. Interpolación de datos ( $\Delta t$ ).
2. Cálculo de CONTA\_CYL (en particular el número de nodos).
3. Cálculo de las áreas bajo la curva (Método numérico del trapecio).
4. Redondeo de las cifras significativas en cada uno de los cálculos.

El error es pequeño, aún considerando todos los puntos anteriores.

## 4.2 Pruebas de Endurecimiento

A continuación se presentan los resultados de dureza para cada uno de los aceros de herramienta en cada una de las etapas de los ciclos térmicos estudiados: tradicional y alternativo. Durante el temple, de acuerdo al tipo de probeta, en algunos casos se obtuvieron perfiles de dureza longitudinales. En otros, se obtuvo una dureza homogénea en todo el espécimen.



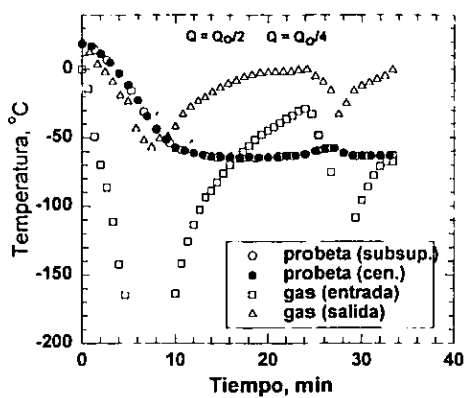


Figura 4.1: Curva de enfriamiento para el tratamiento subcero a  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , con seguimiento de la variación de la temperatura en el centro (círculos cerrados) y subsuperficie de la probeta (círculos abiertos), así como de la temperatura del nitrógeno gaseoso a la entrada (cuadros abiertos) y salida (triángulos abiertos) de la cámara.

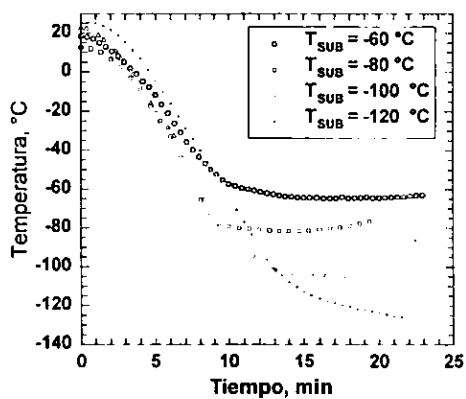


Figura 4.2: Curvas de enfriamiento para las cuatro temperaturas subcero de trabajo.

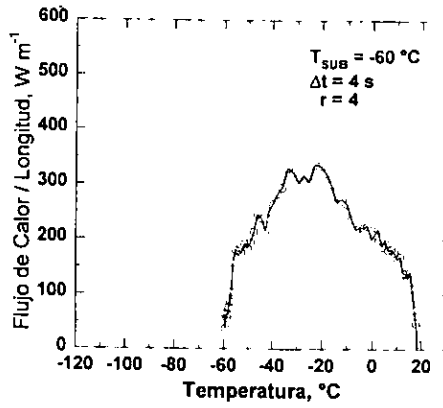


Figura 4.3: Flujo de calor por unidad de longitud como función de la temperatura de la superficie para la temperatura subcero de  $-60^{\circ}\text{C}$ .

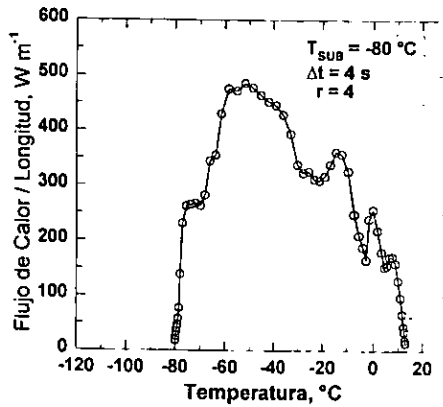


Figura 4.4: Flujo de calor por unidad de longitud como función de la temperatura de la superficie para la temperatura subcero de  $-80^{\circ}\text{C}$ .

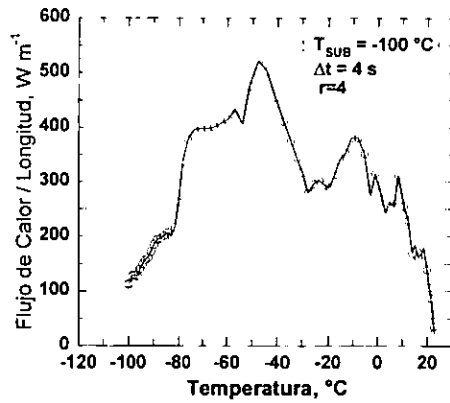


Figura 4.5: Flujo de calor por unidad de longitud como función de la temperatura de la superficie para la temperatura subcero de  $-100^{\circ}C$ .

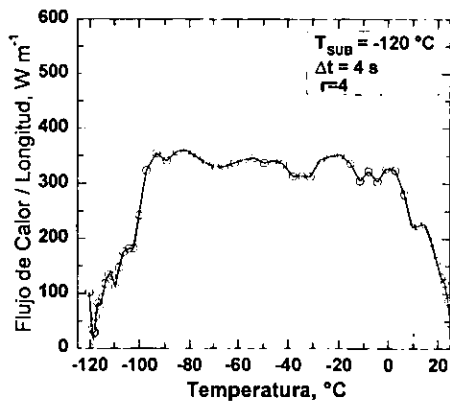


Figura 4.6: Flujo de calor por unidad de longitud como función de la temperatura de la superficie para la temperatura subcero de  $-120^{\circ}C$ .

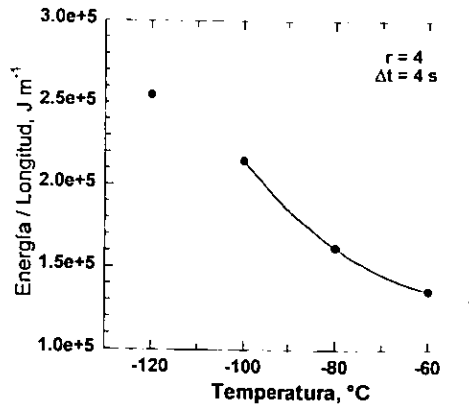


Figura 4.7: Energía total extraída por unidad de longitud, para las cuatro temperaturas de tratamiento subcero. La línea de tendencia, excluye a la temperatura subcero de  $-120^{\circ}\text{C}$ .

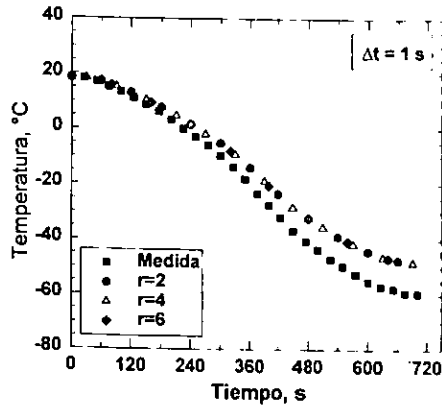


Figura 4.8: Curva de enfriamiento para un tratamiento subcero a  $-60^{\circ}\text{C}$  calculada a partir de los resultados de CONTA\_CYL, con  $\Delta t = 1 \text{ s}$  y  $r = 2, 4$  y  $6$ .

### 4.2.1 Acero D2

Los perfiles de dureza de temple medidos en las muestras tipo I (probetas con sujetador) del acero de herramienta se muestran en la Fig. 4.9. Para una posición axial dada, la dureza obtenida de temple decrece conforme la temperatura de austenización se incrementa. La baja dureza obtenida en estas probetas, se debe principalmente a la alta temperatura y al medio de temple, lo que promueve que los elementos aleantes entren en solución y se obtengan altos porcentajes de austenita retenida (no se evaluó dicho porcentaje). En todas las muestras, el valor más alto de dureza correspondió a la parte superior de la muestra ( $z/Z = 0$ ) y decrece monótonicamente hacia la parte inferior ( $z/Z = 1$ ). El perfil de dureza obtenido puede ser provocado por: a) distintas temperaturas de austenización en la probeta con respecto a su longitud, b) distintas velocidades de enfriamiento, durante la inmersión parcial de la probeta, tanto en el baño de sales como en el medio de enfriamiento.

En contraste, las muestras del tipo II y III no mostraron ninguna variación significativa de dureza con la posición axial (ver Figs. 4.10 y 4.11). Nuevamente, la dureza decrece conforme la temperatura de austenización se incrementa. Además, las durezas de las probetas tipo II y III, coinciden con la dureza de ciertas posiciones de las probetas tipo I, lo que haría pensar que se presentaron las mismas condiciones durante el temple.

Algunas de las muestras templadas fueron almacenadas por un día antes de aplicar el tratamiento subcero. Los valores de dureza en la condición de temple, después del período de almacenamiento y después del tratamiento subcero a  $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$  para una

muestra de acero de herramienta del tipo I austenizada a 1150 °C se muestra en la Fig. 4.12. Para todas las posiciones en la muestra, la dureza se incrementa ligeramente después del período de almacenamiento (por la inestabilidad de la austenita retenida), y se incrementa significativamente después del tratamiento subcero. La máxima dureza obtenida después del tratamiento subcero para una posición dada, fue dependiente de la dureza obtenida en el temple: para valores de dureza de temple arriba de 50 HRc, se alcanzó un máximo de 65 HRc; este valor fue de sólo 63 HRc para durezas de temple debajo de 50 HRc.

La Fig. 4.13 muestra los valores de dureza en la condición de temple y después del tratamiento subcero (para cuatro temperaturas subcero), como una función de la temperatura de austenización, para probetas del tipo II. Al igual que en el caso de las probetas tipo I, la dureza se incrementa ligeramente después del período de almacenamiento y se incrementa significativamente después del tratamiento subcero. Los valores más altos de dureza se encontraron con las temperaturas subcero más bajas. La dureza después del tratamiento subcero esta en función de la temperatura de austenización. Para las probetas del tipo III, se encontraron practicamente los mismos valores de dureza que en las probetas del tipo II después del tratamiento subcero; tampoco tuvieron almacenamiento.

La dureza obtenida durante la etapa de revenidos múltiples (ciclo convencional: 2 revenidos) se midió únicamente en probetas tipo III, ya que, de los resultados obtenidos durante el temple y subcero, se observó que las probetas II y III no muestran mucha variación entre sí (ver Fig. 4.14). En la Fig. 4.15, se muestran las durezas obtenidas durante el ciclo alternativo (temple a 1020 °C + subcero a -100 °C + un

revenido para distintas temperaturas). La dureza final del espécimen es función de la temperatura de revenido, por lo que se buscó la temperatura con la cual lograr una dureza similar a la obtenida en el ciclo convencional.

Las muestras de acero de herramienta del tipo III, fueron tratadas de acuerdo a la práctica industrial estándar (Fig. 4.16). El valor de dureza obtenido al final del ciclo térmico fue de 61.5 HRc. Una muestra similar fue sujeta a un proceso alternativo que consistió de temple en aceite + tratamiento subcero + revenido simple (ver Fig. 4.17). El valor de dureza medido en el producto final fue de 62 HRc. Se requirió una sola operación de revenido, consumiendo una menor cantidad de energía y reduciendo el tiempo del ciclo térmico. El tiempo total para los ciclos estándar y alternativo fue de aproximadamente  $5 \frac{1}{2}$  horas y  $3 \frac{1}{2}$  horas, respectivamente.

#### 4.2.2 Acero M2

Partiendo de los resultados del acero AISI D2 (probetas tipo II y tipo III) se optó por tratar exclusivamente con probetas del tipo III para el acero AISI M2.

La dureza de temple no mostró ninguna variación significativa con la posición axial, aún sin considerar la temperatura de austenización, ver Fig. 4.18. La dureza decrece conforme la temperatura de austenización incrementa, pero en el caso de este acero, la diferencia es pequeña. En el medio de temple donde se obtuvieron las durezas menores fué en agua a 96 °C, siguiéndole aceite y luego aire a temperatura ambiente.

Algunas de las muestras templadas fueron almacenadas por un día antes de sujetarse al tratamiento subcero. En la Fig. 4.19 se muestran los valores de dureza en

función de la temperatura de austenización para el temple: después del período de almacenamiento y después del tratamiento subcero a  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Para las muestra que tuvieron almacenamiento, la dureza no mostró cambio alguno antes del tratamiento subcero. Sin embargo, para  $T_{\gamma} = 1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ , la dureza después del tratamiento subcero, no fue tan alta como para  $T_{\gamma} = 1170\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

La dureza obtenida durante la etapa de revenidos múltiples (ciclo convencional: 3 revenidos) se muestra en la Fig. 4.20. El valor de dureza obtenido al final del ciclo térmico fue de 61 HRc. En la Fig. 4.21 se muestran las durezas de revenido obtenidas durante el ciclo tradicional y alternativo, para los distintos medios de enfriamiento, las cuales fueron similares, entre 61 y 62 HRc. Se buscó la temperatura para lograr una dureza similar a la obtenida en el ciclo convencional.

Las muestras de acero de herramienta fueron tratadas de acuerdo a la práctica industrial estándar (Fig. 4.22). El valor de dureza obtenido al final del ciclo térmico fue de 61 HRc. Una muestra igual se sujetó a un proceso alternativo que consistió de temple en aire + tratamiento subcero + revenido simple (ver Fig. 4.23). El valor de dureza medido en el producto final fue de 61.5 HRc. Se realizó una sola operación de revenido, y de la misma manera que con el acero AISI D2, se consumió una menor cantidad de energía, reduciendo el tiempo del ciclo térmico. El tiempo total para los ciclos estándar y alternativo fue de 7 horas y  $3\frac{1}{2}$  horas, respectivamente.

### 4.3 Metalografía

Con los tratamientos térmicos aplicados (convencional y alternativo) a los aceros de herramienta, se obtuvieron durezas finales similares. Por lo que se hizo una caracteri-



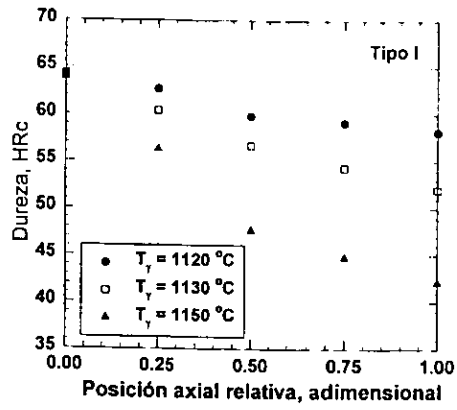


Figura 4.9: Perfil de dureza de temple para probetas de acero de herramienta AISI D2 (tipo I), para tres temperaturas de austenización.

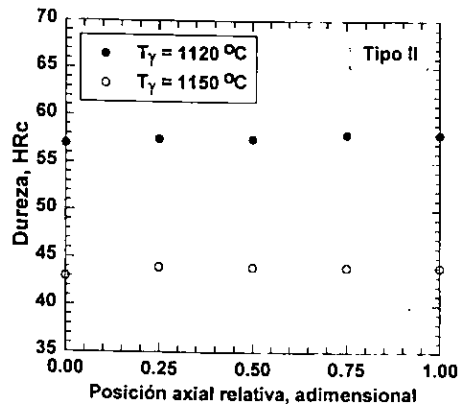


Figura 4.10: Perfil de dureza de temple para probetas de acero de herramienta AISI D2 (tipo II), para dos temperaturas de austenización.

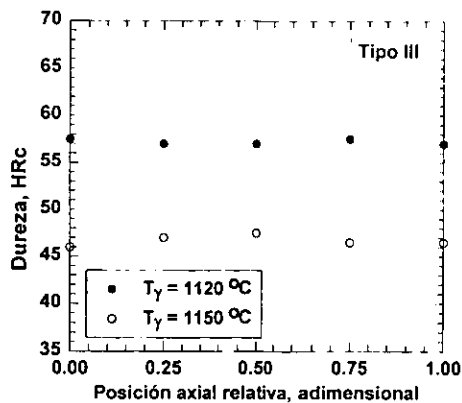


Figura 4.11: Perfil de dureza de temple para probetas de acero de herramienta AISI D2 (tipo III), para dos temperaturas de austenización.

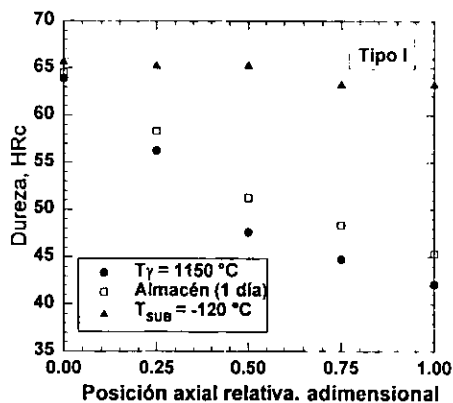


Figura 4.12: Perfil de dureza de temple (círculos cerrados), después de 1 día de almacenamiento (círculos abiertos), y después de tratamiento subcero (triángulos cerrados), para probetas de acero de herramienta AISI D2 (tipo I), para una temperatura de austenización de  $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

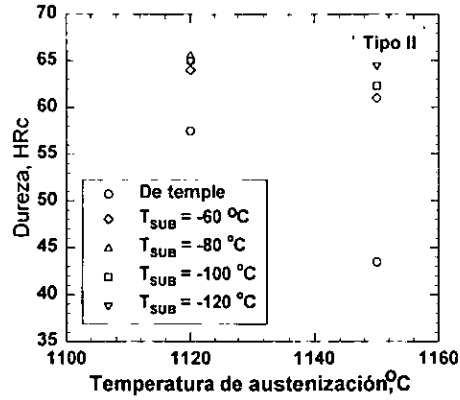


Figura 4.13: Durezas de temple (círculos abiertos), y después del tratamiento subcero a:  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$  (diamantes abiertos),  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$  (triángulos para arriba abiertos),  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  (cuadros abiertos, y  $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$  (triángulos para abajo abiertos), en un acero de herramienta AISI D2 (probetas tipo II), como una función de la temperatura de austenización.

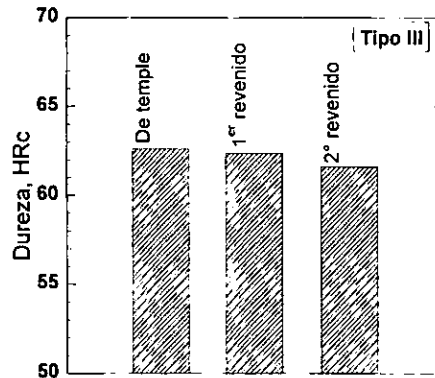


Figura 4.14: Evolución de la dureza durante el ciclo térmico convencional (temple en sales/aire a  $1020\text{ }^{\circ}\text{C}$  + 2 revenidos) en un acero AISI D2 (probeta tipo III).

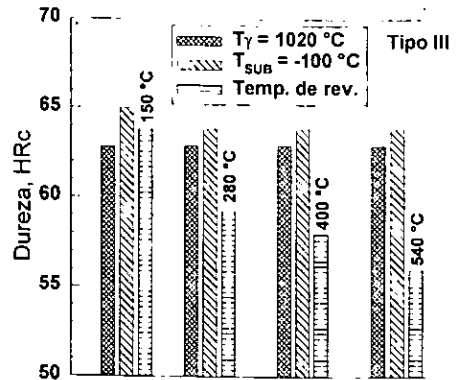


Figura 4.15: Evolución de la dureza durante el ciclo térmico alternativo (temple en sales/aire a 1020 °C + tratamiento subcero a -100 °C + 1 revenido a diferentes temperaturas) en un acero AISI D2 (probetas tipo III).

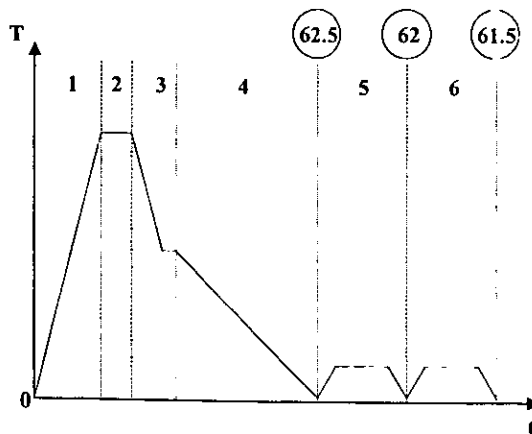


Figura 4.16: Esquema del ciclo del tratamiento térmico convencional para un acero de herramienta AISI D2: calentamiento (1), austenización (2), enfriamiento en sales fundidas (3), enfriamiento en aire (4), primer revenido (5), y segundo revenido (6). Los números dentro de los círculos representan la dureza medida al final de esa etapa.

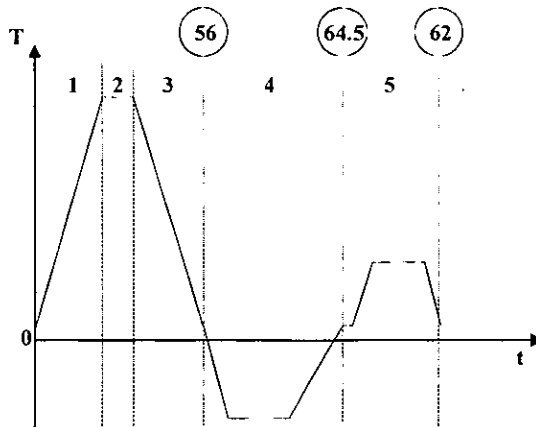


Figura 4.17: Esquema del ciclo del tratamiento térmico alternativo para un acero de herramienta AISI D2: calentamiento (1), austenización (2), enfriamiento en aceite quieto (3), tratamiento subcero (4), y un revenido (5). Los números dentro de los círculos representan la dureza medida al final de esa etapa.

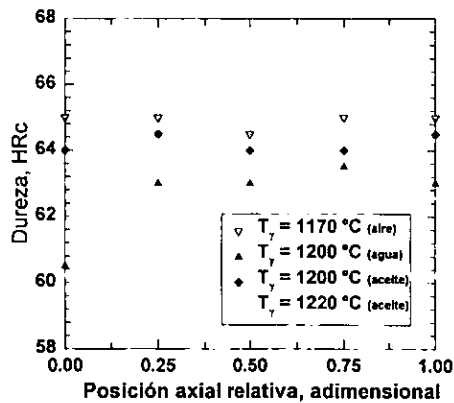


Figura 4.18: Perfiles de dureza de temple en tres distintos medios (aire, agua y aceite) para un acero de herramienta AISI M2 (probetas tipo III), para tres distintas temperaturas de austenización.

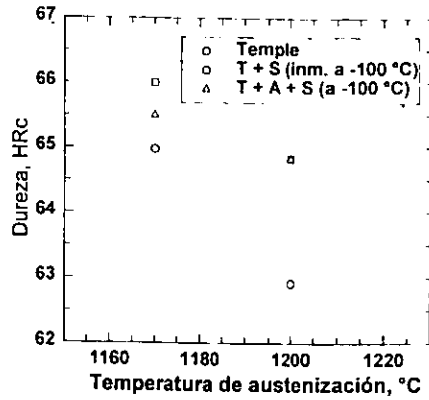


Figura 4.19: Durezas de temple (círculos abiertos), después de temple + tratamiento subcero (T + S) inmediato a  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  (cuadros abiertos), y después de temple + almacenamiento + tratamiento subcero (T + A + S) a  $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$  (triángulos abiertos), para un acero de herramienta AISI M2 (probetas tipo III), como una función de la temperatura de austenización.

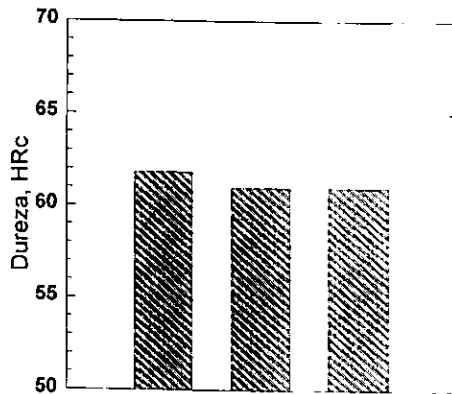


Figura 4.20: Evolución de la dureza durante el ciclo térmico convencional (temple en sales/aire a  $1170\text{ }^{\circ}\text{C}$  + 3 revenidos) en un acero AISI M2 (probeta tipo III).

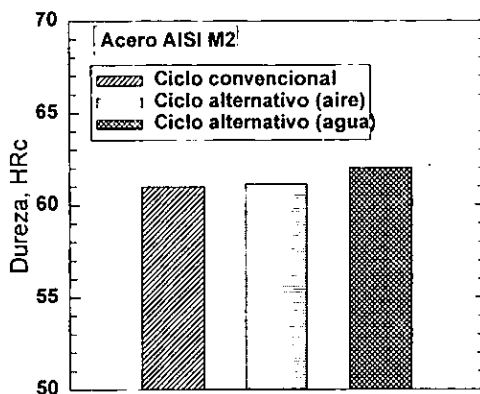


Figura 4.21: Durezas finales para dos ciclos térmicos alternativos y el ciclo térmico convencional, para un acero AISI M2 (probetas tipo III).

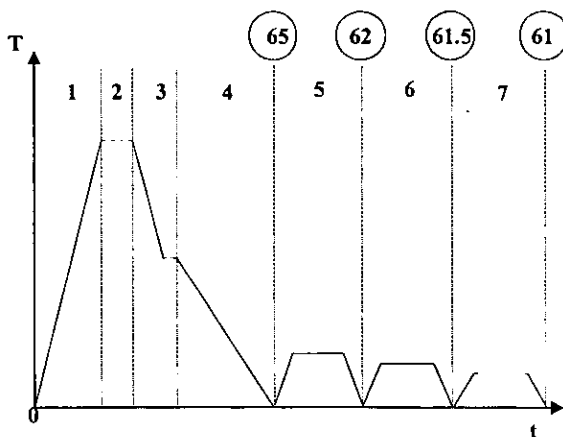


Figura 4.22: Esquema del ciclo del tratamiento térmico convencional para un acero de herramienta AISI M2: calentamiento (1), austenización (2), enfriamiento en sales fundidas (3), enfriamiento en aire (4), primer revenido (5), segundo revenido (6) y tercer revenido (7). Los números dentro de los círculos representan la dureza medida al final de esa etapa del ciclo térmico.

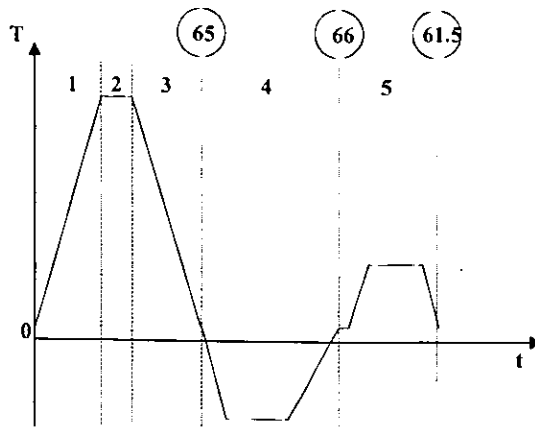


Figura 4.23: Esquema del ciclo del tratamiento térmico alternativo para un acero de herramienta AISI M2: calentamiento (1), austenización (2), enfriamiento agua o aceite quieto (3), tratamiento subcero (4), y un revenido (5). Los números dentro de los círculos representan la dureza medida al final de esa etapa del ciclo térmico.

zación metalográfica de las microestructuras finales de revenido de las piezas tratadas, para identificar si la similitud en la dureza final se debe a la microestructura final. La magnificación para la fotografías, es de 1000X.

### 4.3.1 Acero D2

La microestructura final del tratamiento térmico convencional se muestra en la Fig. 4.24 . En esta fotografía se observa una matriz de martensita revenida con una gran cantidad de carburos dispersos. Los carburos se localizan tanto en el interior del grano como en el límite de grano. Cabe hacer notar que la microestructura observada coincide con la reportada en la literatura [2], [3]. De igual manera, en los procesos alternativos, con temple en aire (ver Fig. 4.25) y en aceite (ver Fig. 4.26), se observó una matriz de martensita revenida con carburos dispersos. Es notorio que



el tamaño de grano en la Fig. 4.26 es mayor, lo cual se debe a la alta temperatura de austenización. Sin embargo, los valores de dureza que se obtuvieron, tanto para el tratamiento convencional como para el alternativo, fueron similares. Esto sugiere que, aún cuando los tratamientos térmicos fueron distintos, las microestructuras finales son similares, a pesar de la diferencia en el tamaño de grano, y que la combinación de microconstituyentes resultó en dureza similares.

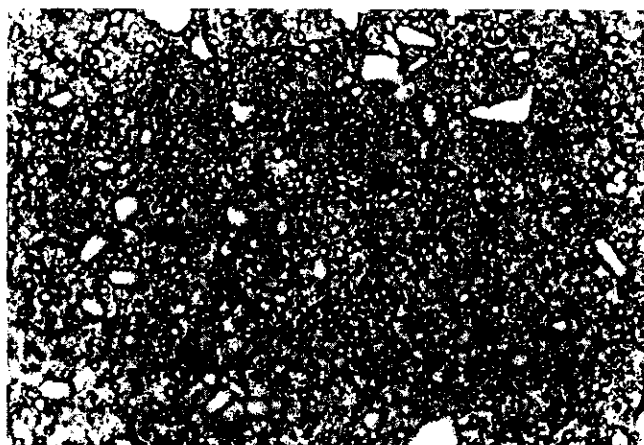


Figura 4.24: Microestructura final de un acero de herramienta AISI D2 con tratamiento térmico convencional. Nital al 4%, 1000X.

### 4.3.2 Acero M2

La microestructura final del tratamiento térmico convencional se muestra en la Fig. 4.27, donde se observa una matriz martensítica revenida con una gran cantidad de carburos dispersos. Esta es la microestructura típica reportada en la literatura [2], [3]. En la Fig. 4.28, se observa una matriz de martensita revenida con una gran cantidad de carburos dispersos para el tratamiento alternativo. En estas fotografías, a pesar



Figura 4.25: Microestructura final de un acero de herramienta AISI D2 con tratamiento térmico alternativo (con temple al aire). Nital al 4%, 1000X.

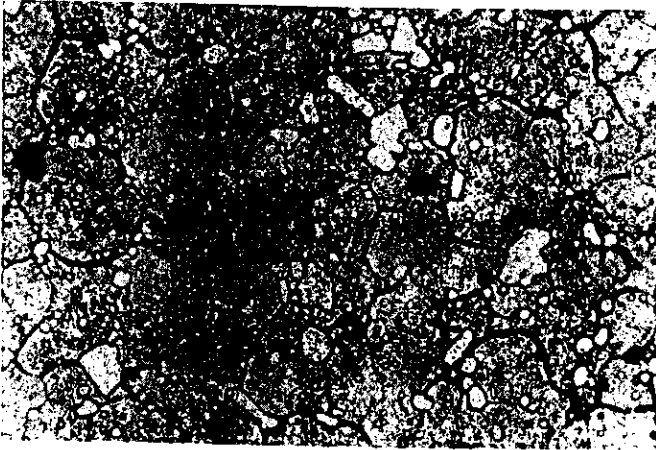


Figura 4.26: Microestructura final de un acero de herramienta AISI D2 con tratamiento térmico alternativo (con temple en aceite). Nital al 4%, 1000X.

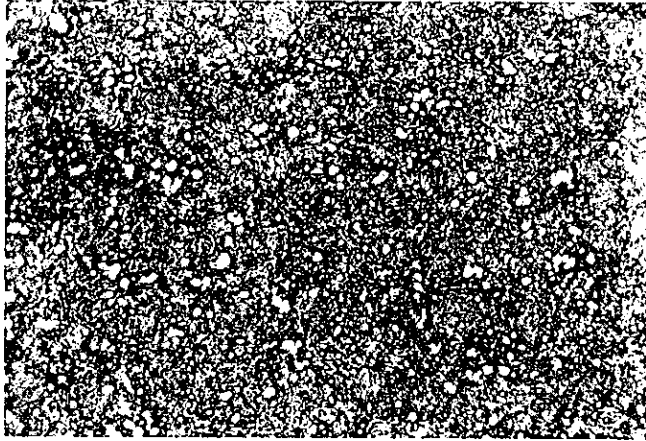


Figura 4.27: Microestructura final de un acero de herramienta AISI M2 con tratamiento térmico convencional. Nital al 4%, 1000X.

de tener una magnificación de 1000X, no se les distingue el límite de grano, sin embargo presentan la misma microestructura final. Esto indica que la combinación de microconstituyentes logró resultados similares en la propiedad mecánica de dureza.

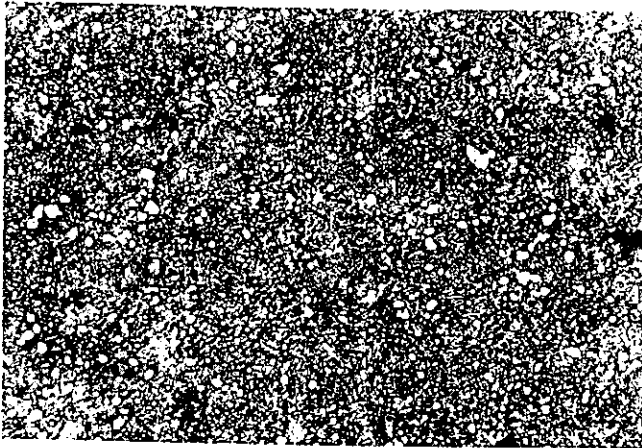


Figura 4.28: Microestructura final de un acero de herramienta AISI M2 con tratamiento térmico alternativo. Nital al 4%, 1000X.

# Capítulo 5

## Conclusiones

- Las curvas de enfriamiento medidas durante el enfriamiento de las probetas de acero inoxidable de 1 pulgada de diámetro muestran que el gradiente térmico durante el tratamiento subcero es despreciable, lo que indica un enfriamiento del tipo newtoniano.
- La cantidad de energía total extraída del espécimen de acero inoxidable, aumentó conforme la temperatura subcero disminuyó. El comportamiento que siguió esta variación fue de tipo parabólico.
- Los datos de  $Q/l$  vs  $T_{\text{sup}}$  estimados con CONTA\_CYL, se validaron mediante el cálculo de la respuesta térmica en las probetas, a partir de un balance de calor suponiendo régimen newtoniano.
- Las probetas de acero de herramienta AISI D2 almacenadas por dos días mostraron un incremento espontáneo de dureza después del temple (de 0.5 a 4 puntos). Mientras que las probetas de acero de herramienta AISI M2, no mostraron incremento espontáneo.

- En probetas de acero de herramienta AISI D2 con valores de dureza de temple por arriba de 50 HRc, se obtuvieron valores máximos de dureza de 65-66 HRc después del tratamiento subcero.
- En probetas de acero de herramienta AISI D2 con valores de dureza de temple por debajo de 50 HRc, se obtuvieron valores máximos de dureza de 60-63 HRc después del tratamiento subcero.
- El tratamiento subcero incrementó los valores de dureza para todas las probetas en ambos aceros de herramienta y los valores de dureza fueron mayores conforme la temperatura subcero disminuyó.
- Valores altos de dureza pueden ser obtenidos empleando temperaturas subcero, eliminando así la necesidad de usar nitrógeno líquido.
- Es posible obtener valores equivalentes de dureza con la combinación de temple (en aceite, en agua o en aire) tratamiento subcero y un solo revenido, con aquellos obtenidos en la práctica industrial estándar.
- La combinación de microconstituyentes logró resultados similares en la propiedad mecánica de dureza a pesar de que hubo ligeras variaciones en la microestructura (tamaño de grano) entre el tratamiento convencional y el alternativo, para el caso del acero AISI D2. Para el caso del acero AISI M2, tanto en el tratamiento convencional como en el alternativo, se obtuvieron microestructuras similares.

- Se requirió de un revenido simple para el proceso alterno, lo que implica un menor consumo de energía y de tiempo contra el requerido en el tratamiento convencional. Para el acero de herramienta AISI D2 se redujo el tiempo de  $5\frac{1}{2}$  a  $3\frac{1}{2}$  horas. Para el acero de herramienta AISI M2 se redujo el tiempo de 7 a  $3\frac{1}{2}$  horas.

ESTADO LIBRE ASOCIADO DE PUERTO RICO  
DEPARTAMENTO DE EDUCACION

## BIBLIOGRAFIA

- 1 Thyssen Marathon México S.A. de C.V.; Manual Técnico, 2ª edición. Junio/1995, pp. 5-6, 9-13, 44-45, 50-51.
- 2 Metals Handbook, Ninth Edition, Vol. 9. "Metallography and Microstructure" ASM. 1985, pp. 256-259, 263-266, 271.
- 3 Heat Treater's Guide, Standard Practices and Procedures for Steel; ASM Metals Park, Ohio 44073, 5<sup>th</sup> printing in USA, 1989, pp. 300-305, 373, 376-38.
- 4 F. J. Diekman, William Bryson. "Cryogenic Processing: Myths, Methods, and Capabilities." Thermal Processing Inc., ASM International October/1998 (course), pp. 1-24.
- 5 D.M.K. Grinberg, A. Grinberg and I.V. Carrasco. "The M7 Steel: Its Sub-Zero Treatments, Mechanical Properties, and Temperatures." Proc. of the 1<sup>st</sup> International Conference on Quenching & Control of Distortion, Chicago, Ill., 22-25 Sep. 1992, pp. 51-57.
- 6 V. G. Marchenko and A. Yu. Tsuprun. "Effect of Liquid-Nitrogen Treatment on the Properties of a Steel 9KhS Tool" Metal Science and Heat Treatment, Vol. 31 No. 3, March 89, pp. 162-164.
- 7 A. N. Popandopulo. "Effect of Cooling Rate in Liquid Nitrogen on the Transformation Rate of Retained Austenite in Steel R6M5" Metal Science and Heat Treatment, Vol. 25 No. 5, May 83, pp. 334-337.
- 8 Dennis J. Kamody. "Cryogenic Process Update" Advanced Materials & Processes, June/99, pp. H67-H69.
- 9 Apraiz. Tratamiento Termico de los Aceros, pp. 292-297.
- 10 Earl A. Carlson, Lindberg Heat Treating Company. "Cold Treating and Cryogenic Treatment of Steel" Heat Treating of Steel, pp. 203-206.
- 11 D. N. Collins. "Deep Cryogenic Treatment of Tool Steel: a Review." Heat Treatment of Metals, 1996.2, pp. 40-42.
- 12 R.G. Bowes. "The theory and Practice of Sub-Zero Treatment of Metals." Heat Treatment of Metals, 1974.1, pp. 29-32.
- 13 P. Stratton. "Cryogenics Improve the Heat-Treatment of Steel" Metallurgia, January/1998, pp. 7-10.
- 14 A. N. Popandopulo and L. T. Zhukova. "Thermal Stabilization and Destabilization of Austenite in Tungsten-Molybdenum High-Speed Steels" Metal Science and Heat Treatment, Vol. 26 No. 8, August 1984, pp. 599-603.



- 15 R.E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*. D. Van Nostrand Co., 2<sup>nd</sup> ed., New York, 1973, pp. 729-730.
- 16 G. Krauss. *Principles of Heat Treatment of Steel*, ASM International, Metals Park, Ohio, 1980, Chaps.: 1, 3, 4, 7, 8.
- 17 John D. Verhoeven. *Fundamentos de Metalurgia Física*, Edit. Limusa S.A. de C.V., 1<sup>a</sup> ed., México 1987, pp. 481-483, 503-513, 520-521.
- 18 G. H. Geiger, D. R. Poirier. *Transport Phenomena in Materials Processing, Part II Energy Transport*, Chap. 9, pp. 288-290.
- 19 B. Hernández-Morales, J. K. Brimacombe and E. B. Hawbolt. "Characterization of the Boundary Condition in Heat Treatment Operations using an Inverse Heat Conduction Algorithm." *Proc. of the ASME Heat Transfer Division HTD-Vol. 317-2*, N. Y. 1995, pp. 559-566.
- 20 Beck, J. V., Litkouhi, B. and St. Clair Jr., C. R., "Efficient Solution of the Nonlinear Inverse Heat Conduction Problem" *Numerical Heat Transfer*, Vol. 5, 1982, pp. 275-286.
- 21 Robert H. Perry. *Biblioteca del Ingeniero Químico*. 5<sup>a</sup> ed. Mc. Graw Hill Vol.III, 2<sup>a</sup> ed. en español, pp. 11-55, 11-56, 11-61.
- 22 D. N. Collins and J. Dormer. "Deep cryogenic treatment of an ASP 23 high speed steel", *Proc. of the 18<sup>th</sup> Heat Treating Conference*. R. A. Wallis and H. W. Walton, eds., Rosemont, Illinois, Oct. 1998, ASM International, 1999, pp. 255-258.

## Apéndice

La determinación de la condición de frontera durante la transferencia de calor, es un componente crucial de los modelos matemáticos dirigidos a predecir la evolución de los campos térmicos, microestructurales y de esfuerzos en las operaciones de tratamientos térmicos.

Sin embargo, medir directamente el flujo de calor y/o el coeficiente de transferencia térmica, es una tarea muy difícil. Por lo que, la aplicación de algoritmos que resuelven el problema inverso de conducción de calor (IHCP de sus siglas en inglés) para estimar el flujo de calor en la superficie junto con la temperatura superficial. se basa en lecturas de temperaturas subsuperficiales experimentales [19].

Una técnica ampliamente utilizada es el algoritmo de especificación de la función. La metodología involucra la solución (empleando métodos numéricos) de ecuaciones diferenciales parciales que describen la evolución de campos térmicos y de esfuerzos. Para esto, la geometría debe asegurar que el flujo de calor sea unidireccional [20].

En la Fig. 5.1 se ilustra el IHCP para una placa. Una placa de espesor  $2L$  está inicialmente a una temperatura  $T_0$ . Para  $t > 0$ , un flux de calor desconocido,  $q(t)$ , es aplicado a la frontera en  $x = L$ , mientras que la frontera en  $x = 0$  es simétrica con respecto al gradiente térmico. Para estimar la función  $q(t)$ , la mediciones de temperatura se hacen en la posición  $x_1$ . Se asume que no hay información disponible con respecto a la forma de  $q(t)$  y, por lo tanto, un gran número de componentes de  $q(t)$  son necesarios para estimarla.

En el algoritmo de la especificación de la función secuencial, el flujo de calor su-

perifical se estima, asumiendo temporalmente que el flujo de calor en tiempos futuros  $r$ , durante el tiempo corriente, son constantes. Así, el flujo de calor desconocido en la superficie se obtiene de las temperaturas medidas experimentalmente, incluyendo varios tiempos futuros. A través del uso del concepto de tiempos futuros, soluciones estables, aún para pequeños intervalos de tiempo, se pueden obtener [20].

Para tener un criterio y definir con qué parámetros de cálculo ( $\Delta t$  y  $r$ ) se tratarían a todas las series de datos de las temperaturas subcero, se procesaron los datos obtenidos durante el tratamiento subcero a  $-60$  °C. Primero fue necesario interpolar los datos obtenidos experimentalmente a incrementos de tiempo  $\Delta t$  constantes, para utilizar el programa de computo CONTA\_CYL (que calcula la evolución del flujo de calor por unidad de longitud  $Q/l$ , para el IHCP). Se consideraron valores de  $\Delta t = 1, 2, 3, 4, 5$  y  $10$  segundos para calcular la evolución de  $Q/l$  para distintos tiempos futuros  $r = 2, 4$  y  $6$ .

Para la condición  $\Delta t = 1$ s, se observó que con  $r = 2$  existen muchas fluctuaciones, y que este aminora para valores mayores del parámetro  $r$ , ver Fig.5.2. Por otro lado, conforme  $\Delta t$  se incrementó, las curvas se fueron suavizando, sin importar el valor de  $r$ , ver Fig. 5.3. Posteriormente, se calculó la energía total extraída por el espécimen (área bajo la curva, por el método numérico del trapecio) para los distintos  $\Delta t$  y sus respectivas  $r^s$ , ver Fig. 5.4. En la figura se observa que para  $\Delta t = 1, 2, 3, 4$  y  $5$  s, no hay mucha variación en la energía total extraída para cualquier  $r$  durante el tratamiento subcero a  $-60$  °C. Pero para  $\Delta t = 10$  s, esta diferencia ya es significativa, y se acentúa conforme  $r$  incrementa. En función de estos resultados, se decidió que los parámetros de calculo para todas las temperaturas subcero fueran  $\Delta t = 4$  y  $r = 4$ .

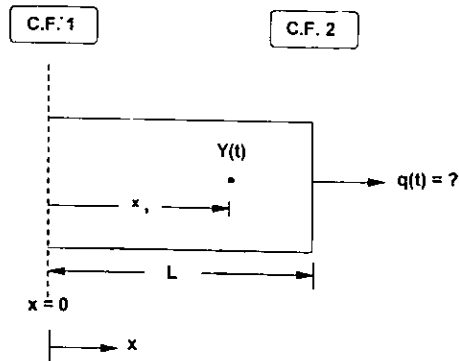


Figura 5.1: Representación esquemática del IHCP en una sola dirección, en una placa de espesor  $2L$ . El termopar se localiza en la posición  $x = x_1$ . En  $x = 0$  se tiene simetría ( $\partial T / \partial x = 0$ ), y en  $x = L$  una densidad de flujo de calor desconocida.

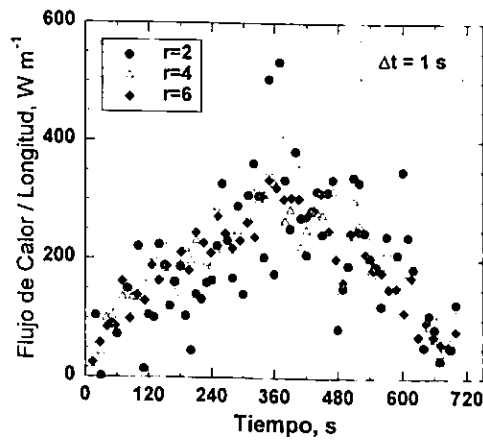


Figura 5.2: Flujo de calor por unidad de longitud como función del tiempo para la temperatura subcero de  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , para un  $\Delta t$  constante de 1 segundo y distintos valores de  $r$ .

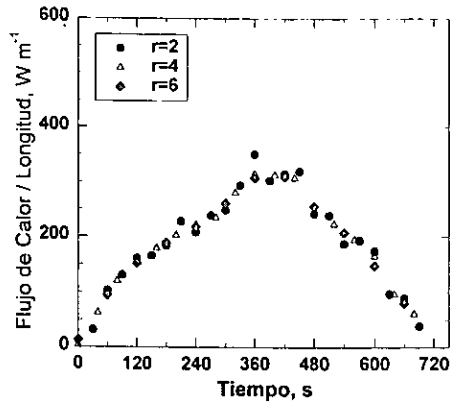


Figura 5.3: Flujo de calor por unidad de longitud como función del tiempo para la temperatura subcero de  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , para un  $\Delta t$  constante de 10 segundos y distintos valores de  $r$ .

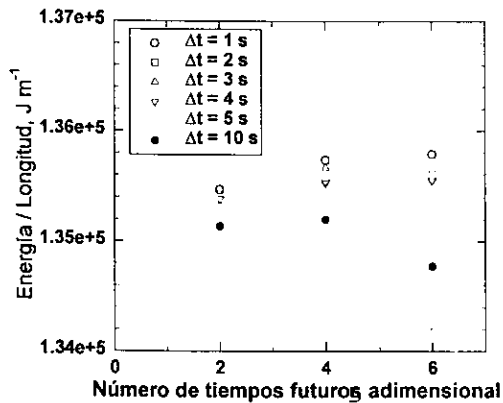


Figura 5.4: Energía total extraída por unidad de longitud, para la temperatura de tratamiento subcero de  $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ , para distintos incrementos de tiempo  $\Delta t$  y distintos valores de  $r$ .