



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LA EVOLUCION DE LA
MICROESTRUCTURA DURANTE TRATAMIENTOS TERMICOS
SUBCERO Y CRIOGENICO DE UN ACERO PARA
HERRAMIENTAS.

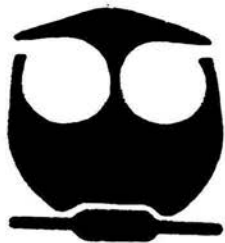
T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:

INGENIERO QUIMICO METALURGICO

P R E S E N T A :

JACOBO VARGAS ORIHUELA



MEXICO, D.F. **EXAMENES PROFESIONALES**
FAC. DE QUIMICA

2004



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.

ESTA TESIS NO DEBE
SALIR DE LA BIBLIOTECA

Jurado asignado:

Presidente	Prof. Bernardo Fabián Campillo Illanes
Vocal	Prof. José Bernardo Hernández Morales
Secretario	Prof. José Antonio Barrera Godínez
1er. Suplente	Prof. José Guadalupe Ramírez Vieyra
2o. Suplente	Prof. Balbina Ojeda Ramírez

Sitio donde se desarrolló el tema:

LABORATORIO 008 "TRATAMIENTOS TÉRMICOS", EDIFICIO "D",
FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM.

Asesor del tema:



DR. JOSÉ BERNARDO HERNÁNDEZ MORALES

Supervisor técnico:



M. EN C. ALBERTO INGALLS CRUZ

Sustentante:



VARGAS ORIHUELA JACOBO

AGRADECIMIENTOS

A mis padres por todo lo que han hecho por mi, todos los sacrificios, por estar siempre conmigo, y todo lo demás...gracias a ellos que puedo en estos momentos estar aquí sentado escribiendo esto...

A Irmis, por todo su apoyo y cariño, y por todo lo que significa para mi.

A Eduardo y Yolanda, por todo su apoyo, muchas gracias.

A Cristy y Bruno, por preocuparse siempre por mi.

A Mela, Pepe y Alex, por estar siempre conmigo y por su sinceridad.

A mi Universidad, porque me formó académicamente y moralmente.

A mis profesores por todo lo que me enseñaron durante mi formación, en especial al Maestro Antonio Huerta, Dra. Rosa Elva, Dr. Barrera, Dr. Genesca.

A mis asesores, Bernardo Hernández y Alberto Ingalls, por su ayuda durante el desarrollo del trabajo.

Al profesor Sergio Galan por haberme apoyado en este trabajo.

A la señora Gaby y Rene, por su amistad y ayuda en la biblioteca.

A todos los que participaron directa e indirectamente en mi formación durante mi estancia en la UNAM.

A todos los que me ayudaron en Cryoinfra, especialmente a Alex, Alvaro, Ing. Rafa, Pepe.

A todos mis compañeros y amigos de la facultad, gracias por haberme brindado su amistad...

Gracias a todos...

ÍNDICE	i
LISTA DE FIGURAS	iv
LISTA DE TABLAS	ix
RESUMEN	xi
1. INTRODUCCIÓN	1
2. ANTECEDENTES	3
2.1 Transformaciones de fase durante el tratamiento térmico de aceros	3
2.2 Diagramas TTT y CCT	8
2.3 Temple	11
2.4 Tratamiento térmico subcero y criogénico	16
2.5 Aceros para herramientas	22
2.6 El problema inverso de conducción de calor	26
3. OBJETIVO	28
4. DESARROLLO EXPERIMENTAL	29
4.1 Tratamiento térmico subcero y criogénico	29
4.1.1 Materiales y equipo	29
4.1.2 Experimentos previos	30
4.1.3 Análisis químico	32
4.1.4 Homogeneizado del acero	33
4.1.5 Preparación de las probetas	33
4.1.6 Tratamiento térmico de temple	34
4.1.7 Tratamiento térmico subcero y criogénico	34

4.1.8	Revenido de las probetas tratadas	37
4.2	Caracterización de las probetas	38
4.2.1	Preparación de las probetas tratadas	38
4.2.2	Medición de áreas de austenita retenida	38
4.3	Medición de curvas de enfriamiento	41
5.	RESULTADOS	43
5.1	Tratamiento térmico de temple	43
5.2	Tratamiento térmico subcero	46
5.2.1	<i>Tratamiento térmico subcero a -10 °C durante 15 minutos</i>	46
5.2.2	<i>Tratamiento térmico subcero a -20 °C durante 15 minutos</i>	48
5.2.3	<i>Tratamiento térmico subcero a -20 °C durante 2 horas</i>	50
5.2.4	<i>Tratamiento térmico subcero a -40 °C durante 15 minutos</i>	52
5.2.5	<i>Tratamiento térmico subcero a -40 °C durante 2 horas</i>	55
5.2.6	<i>Tratamiento térmico subcero a -60 °C durante 15 minutos</i>	56
5.2.7	<i>Tratamiento térmico subcero a -60 °C durante 2 horas</i>	58
5.2.8	<i>Tratamiento térmico subcero a -100 °C durante 15 minutos</i>	60
5.2.9	<i>Tratamiento térmico subcero a -100 °C durante 2 horas</i>	62
5.3	Tratamiento térmico criogénico	64
5.3.1	<i>Tratamiento térmico criogénico durante 15 minutos</i>	64
5.3.2	<i>Tratamiento térmico criogénico durante 1 día</i>	65
5.3.3	<i>Tratamiento térmico criogénico durante 3 días</i>	65
6.	ANÁLISIS DE RESULTADOS	68
6.1	Transformación de austenita retenida a martensita	68

6.2 Curvas de enfriamiento	71
6.3 Dureza	76
6.4 Extracción de calor	77
7. CONCLUSIONES	82
8. BIBLIOGRAFÍA	84

LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 Segmento del diagrama de equilibrio Fe- C ⁽¹⁾ .	3
Figura 2.2 Cambios en las líneas de referencia y del cristal durante la transformación martensítica ⁽³⁾ .	5
Figura 2.3 Dureza y esfuerzo de fluencia de diferentes estructuras como función del contenido de carbono ⁽³⁾ .	6
Figura 2.4 Diagrama para la transformación de austenita retenida de un acero A2 ⁽¹⁾ .	7
Figura 2.5 Curvas de revenido para algunos aceros de herramientas ⁽¹⁾ .	7
Figura 2.6. Diagrama TTT para un acero al carbono eutectoide AISI 1080 ⁽⁴⁾	8
Figura 2.7 Diagrama CCT para un acero 4340 ⁽⁵⁾ .	9
Figura 2.8 Diagrama esquemático de transformación para el tratamiento térmico de temple y revenido convencional ⁽⁴⁾	11
Figura 2.9 Curva de enfriamiento de un acero inoxidable templado en un medio líquido ⁽⁶⁾ .	14
Figura 2.10 Tratamiento térmico subcero típico para un acero de alta velocidad M2 ⁽⁹⁾	16
Figura 2.11 Incremento de la austenita retenida y la reducción de la dureza como efecto del porcentaje de carbono en el acero ⁽⁹⁾ .	17
Figura 2.12 Gráfica representativa del comportamiento del acero para herramientas O1 en función de la temperatura ⁽¹⁶⁾ .	25
Figura 2.13 Gráfica de durezas y porcentaje de austenita retenida después del revenido en función de la temperatura ⁽¹⁶⁾ .	25
Figura 4.1 Contenedor de las barras de acero utilizado durante el tratamiento térmico de homogeneizado.	33
Figura 4.2 Cilindros utilizados para los tratamientos térmicos de acero para herramientas AISI O1.	33
Figura 4.3 Curva de tratamiento térmico de temple realizado a las probetas de acero para herramientas AISI O1.	34
Figura 4.4 Sujeción de las probetas tratadas criogénicamente durante el	

calentamiento hasta temperatura ambiente.	35
Figura 4.5 Cámara de enfriamiento marca utilizada en el tratamiento subcero.	36
Figura 4.6. Fotomicrografía de una muestra típica después del temple en aceite quieto, mostrando áreas de austenita retenida.	39
Figura 4.7 Esquema de las áreas de medición utilizadas durante la determinación de austenita retenida en las probetas tratadas térmicamente.	40
Figura 4.8 Probeta instrumentada para medir la respuesta térmica durante los tratamientos.	41
Figura 4.9 Probeta instrumentada con dos termopares utilizada para medir la respuesta térmica durante los tratamientos.	41
Figura 5.1 Curva de enfriamiento obtenida en el centro de la probeta durante el temple de un acero para herramientas AISI O1 en aceite quieto desde 950 °C.	43
Figura 5.2 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada en aceite quieto desde 950 °C.	44
Figura 5.3 Curva de enfriamiento de un acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento térmico subcero a -10 °C.	46
Figura 5.4 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 sometida al tratamiento subcero a -10 °C durante 15 minutos.	47
Figura 5.5 Curva de enfriamiento de un acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento térmico subcero a -20 °C.	48
Figura 5.6 Fotografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a -20 °C durante 15 minutos.	49
Figura 5.7 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 sometida al tratamiento subcero a -20 °C durante 15 minutos.	49
Figura 5.8 Fotografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a -20 °C durante 2 horas.	51
Figura 5.9 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 sometida al tratamiento subcero a -20 °C durante 2 horas.	51
Figura 5.10 Curva de enfriamiento de un acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento térmico subcero a -40 °C.	53
Figura 5.11 Fotografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1	

templada y sometida al tratamiento subcero a -40 °C durante 15 minutos.	53
Figura 5.12 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 sometida al tratamiento subcero a -40 °C durante 15 minutos.	54
Figura 5.13 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a la temperatura de -40 °C durante 2 horas.	55
Figura 5.14 Curva de enfriamiento de un acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento térmico subcero a -60 °C.	56
Figura 5.15 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a la temperatura de -60 °C durante 15 minutos.	57
Figura 5.16 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a la temperatura de -60 °C durante 2 horas.	59
Figura 5.17 Curva de diferencias de temperatura entre la orilla y el centro obtenida durante el tratamiento térmico subcero a -100 °C de un acero para herramientas AISIO1.	60
Figura 5.18 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a la temperatura de -100 °C durante 15 minutos.	61
Figura 5.19 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a la temperatura de -100 °C durante 2 horas.	62
Figura 5.20 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y tratada criogénicamente durante 15 minutos	64
Figura 5.21 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y tratada criogénicamente a la temperatura del nitrógeno líquido durante 1 día.	65
Figura 5.22 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y tratada criogénicamente a la temperatura del nitrógeno líquido durante 3 días.	66

Figura 5.23 Curva de enfriamiento registrada durante el tratamiento térmico criogénico a la temperatura del nitrógeno líquido de un acero para herramientas AISI O1.	67
Figura 6.1 Diagrama TTT para el acero O1 comparado con la curva de enfriamiento producida durante el tratamiento térmico de temple ⁽¹⁸⁾ .	68
Figura 6.2 Porcentajes de austenita retenida obtenidos durante la aplicación de los tratamientos de temple + subcero a un acero para herramientas AISI O1 a diferentes temperaturas de tratamiento subcero.	70
Figura 6.3 Rapidez de enfriamiento como función del tiempo de proceso, en el centro de la probeta, producidas durante el enfriamiento de las probetas de acero para herramientas AISI O1 a las cuales se les aplicó tratamiento subcero a las temperaturas indicadas.	72
Figura 6.4 Diferencias de temperaturas entre la subsuperficie de las probetas y el centro generadas durante los tratamientos subcero de un acero de herramientas AISI O1.	73
Figura 6.5 Curva de enfriamiento registrada durante el tratamiento térmico criogénico a la temperatura del nitrógeno líquido de un acero para herramientas AISI O1.	74
Figura 6.6 Imágenes obtenidas durante el enfriamiento de la probeta tratada criogénicamente a la temperatura del nitrógeno líquido.	75
Figura 6.7 Curvas de enfriamiento registradas durante los tratamientos subcero a -100 °C y criogénico a la temperatura del nitrógeno líquido de un acero para herramientas AISI O1.	76
Figura 6.8 Curvas de flux de calor calculadas utilizando el método de solución del problema inverso para los tratamientos subcero a -10, -20, -40, -60 y -100 °C.	78
Figura 6.9 Coeficientes de transferencia de calor promedio calculados a partir de los flux de calor de los tratamientos térmicos subcero aplicados a un acero para herramientas AISI O1.	79
Figura 6.10 Curvas de enfriamiento calculada (líneas) y experimental (símbolos) para un tratamiento subcero a -60 °C de un acero para herramientas	80

AISI O1.

Figura 6.11 Curvas de enfriamiento calculadas con el IHCP (en la superficie) y experimental (en la subsuperficie) para el tratamiento subcero a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ de un acero para herramientas AISI O1.

81

LISTA DE TABLAS

Tabla 2.1: Propiedades físicas más importantes de los aceros para herramientas AISI O1 ⁽¹⁶⁾ .	24
Tabla 2.2 Tiempo de permanencia del acero para herramientas O1 durante el austenizado ⁽¹⁶⁾ .	24
Tabla 4.1 Tratamientos térmicos subcero y criogénico aplicados al acero AISI D2	31
Tabla 4.2 Composición química del acero AISI O1 (medida y nominal ⁽¹⁶⁾)	32
Tabla 4.3 Temperaturas y tiempos de permanencia de los tratamientos térmicos subcero.	35
Tabla 5.1 Áreas de austenita retenida resultantes de las mediciones realizadas a la probeta templada en aceite quieto a la temperatura de 950 °C.	45
Tabla 5.2 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a -10 °C durante 15 minutos.	47
Tabla 5.3 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a -20 °C durante 15 minutos.	50
Tabla 5.4 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a -20 °C durante 2 horas.	52
Tabla 5.5 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a -40 °C durante 15 minutos.	54
Tabla 5.6 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a -40 °C durante 2 horas.	56
Tabla 5.7 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a -60 °C durante 15 minutos.	58
Tabla 5.8 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a -60 °C durante 2 horas.	59
Tabla 5.9 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a -100 °C durante 15 minutos.	61
Tabla 5.10 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a la temperatura de -100 °C durante 2 horas.	63

Tabla 6.1 Durezas HRC resultantes de las mediciones realizadas a las probetas tratadas en la experimentación

77

RESUMEN

Un tratamiento térmico es un conjunto de calentamientos y enfriamientos aplicados a un componente metálico para producir propiedades mecánicas adecuadas para su uso. Uno de estos tratamientos es el temple, en el que se enfría bruscamente la pieza metálica desde la temperatura de austenizado hasta temperatura ambiente. Durante este proceso se obtiene la fase martensita y una cierta cantidad de austenita retenida, la cual afecta negativamente a las propiedades mecánicas y a la estabilidad dimensional de la pieza. Para disminuir el efecto de la austenita retenida en el metal se han desarrollado una serie de tratamientos térmicos. El más común es el revenido múltiple, pero actualmente se están buscando alternativas; una de ellas es el tratamiento térmico subcero y/o criogénico. Estos tratamientos se realizan a bajas temperaturas (menores a 0 °C) produciendo la transformación de la austenita retenida a martensita.

Este trabajo tiene como objetivo evaluar la respuesta microestructural producto de la aplicación de tratamientos térmicos subcero a diferentes temperaturas y criogénico. Para cumplir con el objetivo se buscó un acero y condiciones de austenización que permitieran cuantificar los cambios producidos por los tratamientos. Por otro lado, se evaluó la respuesta térmica que se manifiesta durante los tratamientos subcero o criogénico para realizar una comparación entre ellos.

Se encontró que la cantidad de austenita retenida presente después del temple en un acero AISI O1 disminuye al ser sometido a los tratamientos subcero o criogénico; esta disminución del porcentaje de la fase está en función de la temperatura a la cual se realiza el tratamiento más no del tiempo de permanencia (para el tratamiento subcero el tiempo de permanencia fue de 15 y 120 minutos mientras que para el tratamiento criogénico fue de 15 minutos, 2 horas, 1, 2 y 3 días). Esto contrasta con algunas prácticas industriales reportadas en la literatura, para las que se recomiendan tiempos largos de permanencia a baja temperatura.

También se realizaron cálculos de rapidez de enfriamiento y de evolución de gradientes térmicos basados en mediciones experimentales de la respuesta térmica durante los tratamientos subcero y criogénico. Con los resultados de estos cálculos se

pudo explicar la presencia de grietas masivas observadas en algunas de las probetas tratadas. Adicionalmente, se estimó la densidad de flujo de calor para las condiciones de proceso estudiadas, mediante la solución del problema inverso de conducción de calor, con el fin de obtener un valor promedio del coeficiente de transferencia de calor aplicable a estos tratamientos de baja temperatura.

1. INTRODUCCIÓN

La necesidad de tener componentes ingenieriles con propiedades mecánicas específicas ha impulsado el desarrollo de una gran cantidad de tratamientos térmicos aplicables a diferentes materiales. Entre estos tratamientos se encuentra el tratamiento térmico de temple. Este proceso tiene como objetivo el producir en los aceros una microestructura (martensita) de alta dureza. Pero, en muchos casos, esta microestructura se encuentra acompañada de una fase remanente (austenita retenida) la cual disminuye las propiedades mecánicas del material y, con el tiempo, puede provocar problemas estructurales.

Para producir una pieza de acero libre de austenita retenida se realiza una serie de tratamientos térmicos adicionales denominados revenidos; estos tratamientos conllevan gastos que encarecen a la pieza fabricada. Vías alternas para transformar a la austenita retenida, disminuyendo e incluso eliminando la serie de tratamientos térmicos de revenido, son los tratamientos subcero y criogénico. Estos tratamientos se realizan a temperaturas por debajo de la temperatura ambiente lo que hace posible transformar la austenita retenida, mejorando las propiedades mecánicas del metal y produciendo una estabilidad estructural en la pieza.

Los tratamientos subcero se aplican en componentes y partes de precisión, donde se pretende eliminar o disminuir la cantidad de austenita retenida. Estos tratamientos se realizan alrededor de -60 a -80 °C; la temperatura de proceso es función del material y de los parámetros de temple. Los tratamientos criogénicos se realizan en el nitrógeno líquido (-196 °C) y producen mejores propiedades mecánicas que las obtenidas con un tratamiento subcero.

Por otro lado, una gran cantidad de empresas en los Estados Unidos, China y otros países desarrollados han adoptado en sus procesos de producción en línea estos tratamientos ya que mejoran la resistencia al desgaste, la dureza superficial y la estabilidad dimensional de las piezas. En México existe actualmente un gran desconocimiento de los tratamientos subcero y criogénico, por lo que es necesario realizar investigaciones que nos permitan demostrar su aplicación industrial.

La necesidad de entender los efectos producidos en el acero por estos tratamientos térmicos fue la fuerza motriz para realizar este trabajo experimental. La investigación se basó principalmente en el estudio de los cambios producidos en la microestructura de un acero para herramientas AISI O1, producidos por los tratamientos subcero o criogénico a diferentes temperaturas y tiempos de permanencia, así como la respuesta térmica de ambos tratamientos para poder realizar una comparación entre ellos.

2. ANTECEDENTES

2.1 Transformaciones de fase durante el tratamiento térmico de aceros

Un tratamiento térmico es el conjunto de procesos de calentamiento y enfriamiento aplicados a un metal con el objetivo de producir las propiedades mecánicas más adecuadas para su uso en servicio. Las transformaciones de fase representadas en un diagrama de equilibrio (como el de la Figura 2.1) requieren de tiempos de tratamiento térmico muy largos y no siempre producen microestructuras asociadas con propiedades mecánicas útiles. Por esto se han desarrollado tratamientos térmicos fuera del equilibrio.

Un ejemplo de tratamiento térmico fuera del equilibrio es el temple, el cual se realiza cuando se enfría rápidamente un acero, provocando que la austenita (FCC) transforme a una estructura *metaestable* llamada martensita (BCT). Esta fase crece a partir de la austenita en forma de laminillas a velocidades tan altas que el crecimiento termina en menos de 0.0001 segundos⁽²⁾. El nombre de esta fase proviene del metalógrafo alemán Adolf Martens, quien fue el primero en estudiarla.

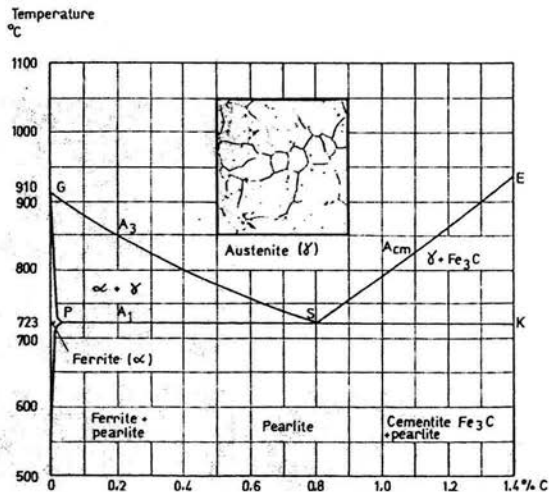


Figura 2.1 Segmento del diagrama de equilibrio Fe-C⁽¹⁾.

La temperatura a la cual comienza a formarse la martensita a partir de la austenita se conoce como M_s . A la temperatura donde la austenita termina de transformarse (o la transformación se detiene) se le denomina M_f . Dado que los aceros contienen otros elementos de aleación adicionales al carbono, estos producen un cambio en la temperatura M_s debido a que estabilizan distintas fases.

Se han desarrollado ecuaciones empíricas que permiten realizar un cálculo aproximado de M_s . Una de ellas es la propuesta por Steven y Haynes⁽²⁾ para aceros de baja aleación:

$$M_s(^{\circ}\text{C}) = 561 - 474\text{C} - 33\text{Mn} - 17\text{Ni} - 17\text{Cr} - 21\text{Mo}$$

Mientras que para aceros de alta aleación y media aleación:

$$M_s(^{\circ}\text{C}) = 550 - 350\text{C} - 40\text{Mn} - 20\text{Cr} - 10\text{Mo} - 17\text{Ni} - 8\text{W} - 35\text{V} - 10\text{Cu} + 15\text{Co} + 30\text{Al}$$

Además, todos los elementos aleantes retardan la reacción de la perlita y de la bainita recorriendo las curvas de los diagramas TTT a la derecha.

Algunas características de la martensita se enlistan enseguida:

1. A menudo se encuentra que la fase martensítica aparece en forma de placa o de listones dentro de la matriz original. Cuando estas placas se interceptan en la superficie libre, producen un tipo característico de relieve superficial, el cual se muestra esquemáticamente en la Figura 2.2. Este relieve superficial resulta de un cambio de forma repentino producido por la transformación.

La Figura 2.2 muestra el tipo de estructura que se encuentra generalmente tras la deformación, la cual presenta un desplazamiento de la red cristalina madre a través de la placa. En esta figura se observa una discontinuidad en la línea fiducial en la intercara fase madre-martensita. Esto indica que la intercara fase madre-martensita permanece coherente, por lo tanto, se tiene la primera característica importante:

A escala macroscópica el plano habitual es un plano invariante o, alternativamente, un plano de distorsión cero y de rotación cero⁽³⁾. A este tipo de transformaciones se les conoce como homogéneas.

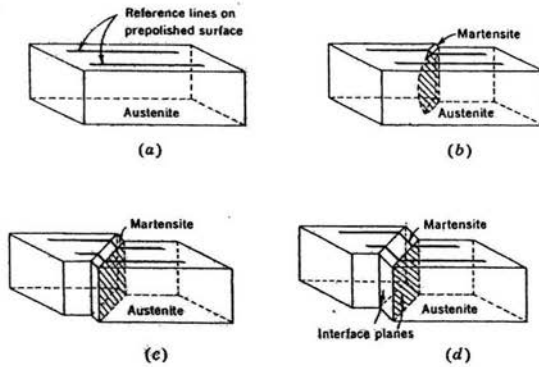


Figura 2.2 Cambios en las líneas de referencia y del cristal durante la transformación martensítica⁽³⁾.

2. La transformación es adifusional, es decir, no se requiere difusión activada térmicamente. Esto se debe a que la transformación no requiere cambios de composición y, por lo tanto, no se requiere difusión en la fase madre.

La resistencia mecánica de la estructura martensítica depende primordialmente del contenido de carbono. La Figura 2.3 muestra las variaciones de dureza y de esfuerzo de ruptura con diferentes porcentajes de carbono, así como las diferencias en la dureza entre martensita, perlita fina y la estructura esferoidal de carburos. La dureza de la martensita es dependiente de la concentración de los elementos aleantes sustitucionales, estos elementos aleantes son agregados a la aleación principalmente por su efecto en la templabilidad del acero.

La martensita formada durante el tratamiento térmico de temple es generalmente muy frágil; este efecto se aminora realizando un revenido al acero. Este tratamiento tiene como resultado un incremento en la tenacidad del material y, simultáneamente, una disminución en la dureza. Para su estudio este proceso se divide en tres etapas, donde el acero es sujeto a un calentamiento continuo en donde participan diferentes mecanismos⁽¹⁾.

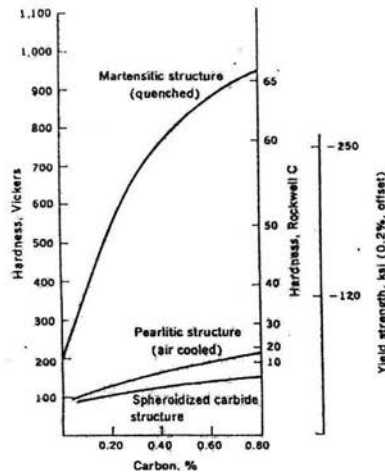


Figura 2.3 Dureza y esfuerzo de fluencia de diferentes estructuras como función del contenido de carbono⁽³⁾.

Estas etapas son:

1. 80-160 °C Ocurre la precipitación de una fase rica en carbono llamada carburos-ε. Como consecuencia se observa una reducción del carbono en la martensita de aproximadamente 0.3%.
2. 230-280 °C Ocurre la descomposición de la austenita retenida y se forma bainita.
3. 160-400 °C Ocurre la formación y el crecimiento de la cementita (Fe₃C) a expensas de los carburos-ε.
4. 400-700 °C Continúa el crecimiento y la esferoidización de la cementita.

Para aceros que contienen altos porcentajes de cromo, aceros para trabajado en caliente y aceros de alta velocidad, el rango de descomposición de la austenita retenida se desplaza hacia una temperatura mayor. El producto de la descomposición (bainita o martensita) depende de la temperatura de revenido y del tiempo de tratamiento, como se puede ver en la Figura 2.4. La formación de la bainita ocurre isotérmicamente durante el

proceso de revenido, mientras que la martensita se forma en el acero cuando es enfriado desde la temperatura de revenido.

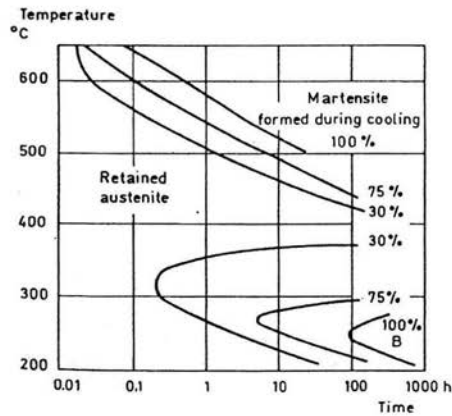


Figura 2.4 Diagrama para la transformación de austenita retenida de un acero A2⁽¹⁾.

En aceros de alta aleación, la precipitación de carburos complejos dispersos ocurre alrededor de 500 °C, esta etapa es llamada la cuarta etapa del revenido. La martensita formada de la austenita retenida junto con los carburos precipitados crea una dureza mayor, siendo este un rasgo característico de los aceros para herramientas de alta velocidad y de otros aceros de alta aleación. En la Figura 2.5 se muestran las variaciones de dureza de algunos de los aceros para herramientas más comunes que han sido revenidos por dos horas a diferentes temperaturas.

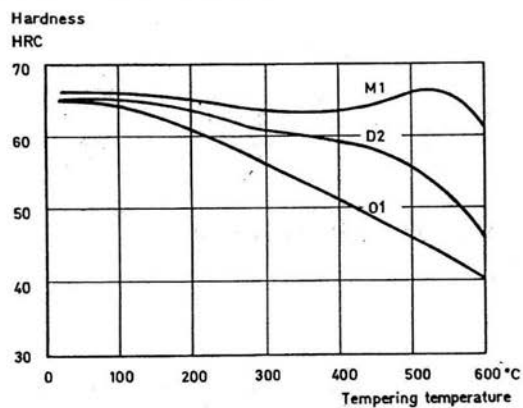


Figura 2.5 Curvas de revenido para algunos aceros de herramientas⁽¹⁾.

2.2 Diagramas TTT y CCT

Para poder predecir la formación de una cierta fase durante un tratamiento térmico se utilizan los diagramas Tiempo-Transformación-Temperatura (TTT). Un ejemplo se muestra en la Figura 2.6 para un acero al carbono eutectoide. Las curvas de los diagramas TTT se han generado enfriando hasta una temperatura de reacción específica en un baño de plomo o en una solución salina y, después de cierto tiempo de reacción, templando hasta alcanzar la temperatura ambiente para detener la reacción de transformación. La microestructura de cada muestra después del temple se analiza para determinar el punto en el cual la transformación de austenita a ferrita, perlita o bainita empieza y la velocidad a la cual progresa la transformación al mantener una temperatura dada⁽⁴⁾. Un procedimiento similar se utiliza para caracterizar a la cinética de transformación de la martensita (tomando en cuenta que se trata de una transformación adifusional).

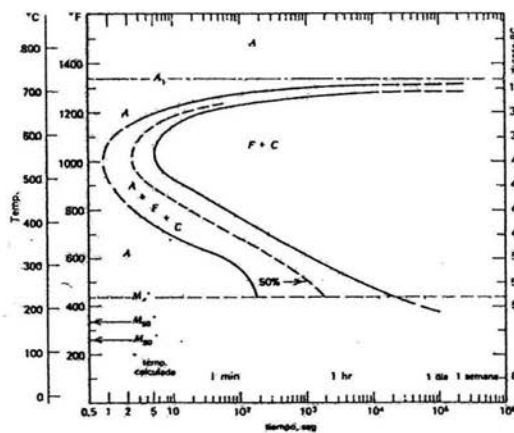


Figura 2.6. Diagrama TTT para un acero al carbono eutectoide AISI 1080⁽⁴⁾

En la Figura 2.6 se puede ver que por debajo de 500 °C ya no hay formación de perlita. Hasta la temperatura marcada como Ms se forma una estructura muy fina de placas Widmanstätten llamada Bainita. Por debajo de esta temperatura se forma únicamente martensita.

Si se quisiera formar una estructura completamente martensítica, para este acero sería necesario templar la estructura desde los 900 °C hasta por debajo de 560 °C (que es donde se encuentra la nariz de la curva) en menos de 1 segundo. La posición de la nariz de la curva en los diagramas TTT se controla principalmente por dos factores, 1) tamaño de grano y 2) crecimiento de la perlita. Como se mencionó anteriormente, la adición de elementos de aleación a los aceros disminuye la velocidad de crecimiento de la perlita. Queda claro entonces que, agregando elementos de aleación, se puede desplazar la nariz de las curvas TTT hacia la derecha.

En la industria es más conveniente generar las propiedades requeridas durante un enfriamiento continuo desde la fase austenítica. Los diagramas de Transformación-Enfriamiento Continuo (conocidos como diagramas CCT) son utilizados para representar la evolución de la transformación durante el enfriamiento de un metal.

Cada diagrama CCT requiere de una composición definida del acero, condiciones de austenizado, tamaño de grano de la austenita y las condiciones de enfriamiento utilizadas. Un ejemplo de diagrama CCT se muestra en la Figura 2.7.

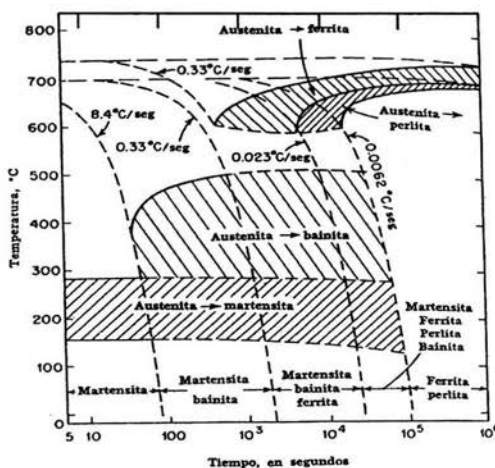


Figura 2.7 Diagrama CCT para un acero 4340⁽⁵⁾.

En esta figura se muestra la transformación de las fases martensítica, bainítica y perlítica. Si se enfría hasta temperatura ambiente desde la temperatura de austenizado en

menos de 90 segundos, se forma una estructura martensítica en el acero. Pero si se intercepta la región de la formación de la bainita con la región de la martensita durante el enfriamiento, se producirá una estructura de bainita más martensita en el final del tratamiento cuando se haya alcanzado la temperatura ambiente.

2.3 Temple

Como se mencionó anteriormente, el tratamiento térmico de temple se aplica en aceros con el fin de aumentar la dureza sin tener que adicionar elementos de aleación en la superficie del metal. Este proceso involucra el calentamiento del acero hasta alcanzar la temperatura de austenizado que, para los aceros se encuentra en el intervalo de 780 a 950 °C, manteniendo un cierto tiempo y posteriormente enfriando súbitamente con el fin de formar una estructura martensítica en el metal. La atmósfera en que el material es austenizado deberá ser neutra para evitar reacciones en el metal que alteren su composición química o su apariencia superficial. Las atmósferas que usualmente se utilizan son de gases endotérmicos, mezclas de nitrógeno-metanol o nitrógeno-hidrocarburo (que puede ser propano o metano).

La martensita obtenida por el temple es demasiado dura y frágil, lo que produce gran cantidad de esfuerzos residuales. El propósito del revenido es aliviar estos esfuerzos y mejorar la ductilidad que se produce a expensas de la dureza. En la Figura 2.8 se muestra el diagrama de transformación para el tratamiento térmico de temple y revenido.

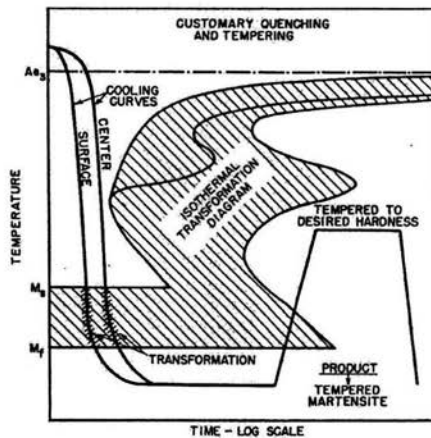


Figura 2.8 Diagrama esquemático de transformación para el tratamiento térmico de temple y revenido convencional⁽⁴⁾.

La eficiencia del tratamiento térmico de temple depende del medio de enfriamiento, la composición química del acero, la temperatura del medio de temple, la agitación, etc. Los aceros de bajo carbono y los aceros para herramientas se templean para producir cantidades altas de martensita en la matriz. Algunos aceros inoxidables y de alta aleación se pueden templear para disminuir la presencia de carburos en los límites de grano o en aceros de baja aleación para mejorar la distribución de la ferrita ⁽⁶⁾.

Existen diferentes medios de temple que se utilizan de acuerdo a la capacidad de endurecimiento de cada aleación, la geometría de la pieza y la microestructura deseada. Los medios de temple más comunes son líquidos y gases. Los medios de temple líquidos más comunes son:

- ✓ Agua
- ✓ Soluciones acuosas que puede contener sales o aditivos básicos.
- ✓ Soluciones acuosas de polímeros
- ✓ Aceites
- ✓ Sales fundidas
- ✓ Metales fundidos

El medio de temple ideal producirá una velocidad de enfriamiento alta desde la temperatura de austenizado hasta la temperatura de formación de la martensita y una velocidad de enfriamiento un poco más lenta desde esta temperatura hasta la temperatura ambiente.

El aceite produce una velocidad de temple menor que el agua y las soluciones salinas, pero la remoción de calor desde el centro de la pieza es típicamente más uniforme, disminuyendo la posible formación de grietas y distorsiones. Los aceites pueden contener antioxidantes, pero no contienen ningún aditivo que aumente la velocidad del temple. Para el tratamiento de martempering se emplean aceites calientes.

El proceso de temple se puede estudiar por medio del análisis de curvas de enfriamiento. Estas curvas se realizan preparando una probeta con uno o varios termopares para poder caracterizar el enfriamiento de una probeta. La probeta puede ser

de acero inoxidable austenítico, alguna aleación base níquel como Inconel o de la aleación de interés. El uso de un acero austenítico o de alguna aleación base níquel disminuye o elimina la necesidad de utilizar una atmósfera protectora mientras las piezas son austenizadas para el tratamiento⁽⁷⁾. El resultado es una curva de Temperatura-Tiempo que refleja la remoción de calor característica del medio de temple, de la masa y el área superficial de la probeta.

Las curvas de enfriamiento proveen información relacionada con la velocidad de enfriamiento alcanzada en la pieza. En un acero específico, las velocidades de enfriamiento bajas usualmente producen una microestructura ferrítica mientras que una velocidad de enfriamiento alta produce una microestructura perlítica, bainítica y, finalmente, martensítica. Estas curvas de enfriamiento son también utilizadas para determinar el poder enfriante de un medio de temple y el sistema de temple. Además, se puede calcular la temperatura dentro de la pieza que va a ser templada así como los coeficientes de transferencia de calor, o los flujos de calor en una superficie determinada⁽⁸⁾.

Durante el temple en líquidos vaporizables, generalmente se consideran tres estados de extracción de calor, denominados A, B y C. En la Figura 2.9⁽⁶⁾ se presentan los tres estados de enfriamiento para un acero inoxidable tratado a 845 °C y templado en agua sin agitación.

La etapa de remoción de calor A, se caracteriza por la formación de una capa uniforme de vapor en la superficie de la pieza, esta capa se mantiene mientras el calor del interior de la pieza hacia la superficie excede la cantidad de calor necesaria para evaporar el medio de temple y mantener la fase vapor.

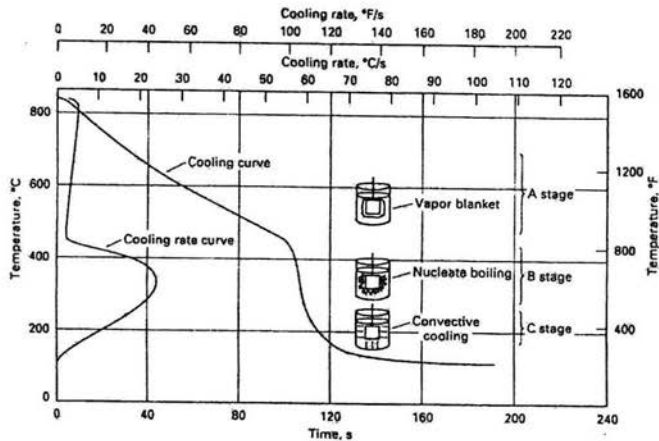


Figura 2.9 Curva de enfriamiento de un acero inoxidable templado en un medio líquido⁽⁶⁾.

El enfriamiento en esta etapa es relativamente lento debido a que el vapor actúa como un aislante de la pieza y el enfriamiento ocurre en este caso por radiación a través de la capa de vapor. Este paso no ocurre en piezas tratadas en soluciones acuosas que contienen más de 5% de material iónico como cloruro de potasio, hidróxido de sodio o ácido sulfúrico. Las curvas de enfriamiento para estas soluciones empiezan inmediatamente con la etapa B; la presencia de las sales en la intercara del metal y el medio de temple inicia rápidamente la ebullición. Además, cuando se utilizan sales fundidas como medios de temple no se observa este estado.

La etapa B de extracción de calor es donde se presenta la mayor velocidad de enfriamiento debido al estado de ebullición que se presenta. Durante este periodo, el vapor que envuelve a la pieza se colapsa y alcanza una alta velocidad extracción de calor asociada a la ebullición del medio de temple en la superficie del metal.

La etapa C es llamada el estado de enfriamiento del líquido. Esta inicia cuando la temperatura de la superficie del metal se reduce por debajo de la temperatura del punto de ebullición del medio de temple, la ebullición se detiene y comienza el enfriamiento por convección y conducción dentro del medio de temple. La velocidad de enfriamiento en este estado depende de la viscosidad del medio.

La agitación del baño de temple tiene una influencia significativa en la transferencia de calor pues causa la interrupción de la etapa A y aumenta la transición de la etapa B. Un incremento en la agitación produce un acortamiento de la etapa A y aumenta la velocidad de enfriamiento en las tres regiones.

2.4 Tratamientos térmicos subcero y criogénico

Las propiedades mecánicas de un metal, como son la dureza, resistencia al uso y la tenacidad, se encuentran en función de la composición y del tratamiento térmico aplicado. Para producir una dureza muy alta y la resistencia al desgaste requerida en herramientas, dados y engranes se fabrican aceros aleados a los que se les aplican tratamientos térmicos necesarios para este fin. Un ejemplo es el diagrama que se muestra en la Figura 2.10, el cual representa un tratamiento típico para un acero de alta velocidad M2.

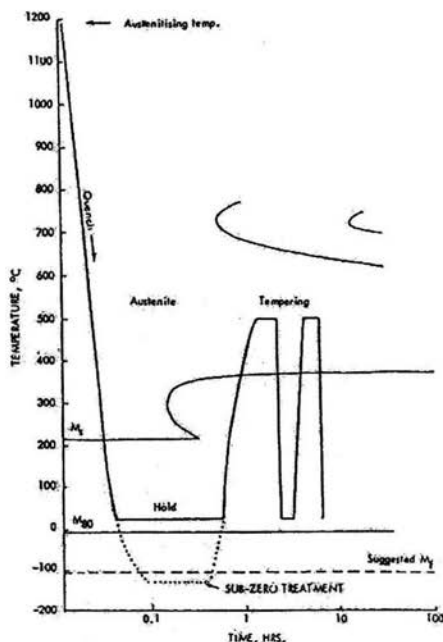


Figura 2.10 Tratamiento térmico subcero típico para un acero de alta velocidad M2⁽⁹⁾.

La temperatura de transformación M_s de los aceros para herramientas se encuentra en el rango de 200 °C a 300 °C. La transformación continúa hasta que se alcanza la temperatura M_f o la temperatura ambiente. A menudo, la temperatura M_f es menor a la temperatura ambiente, por lo que al final del tratamiento térmico se obtiene un porcentaje de 20% a 30% de austenita retenida.

Un factor importante que afecta a la temperatura M_f es el porcentaje de carbono que contiene el acero, como se puede ver en la Figura 2.11. Así como en la reducción de la dureza, la austenita retenida también afecta la maquinabilidad de un acero. Además, un acero con altos porcentajes de austenita retenida es propenso a agrietarse, a presentar propiedades de corte desiguales y tiene una inherente inestabilidad dimensional debido a la transformación de la austenita retenida durante el uso y almacenamiento de la pieza. Por esto es necesario tener una forma de transformar totalmente la austenita retenida. Esto puede ser realizado por el tratamiento térmico de revenido o por los tratamientos térmicos subcero o criogénico.

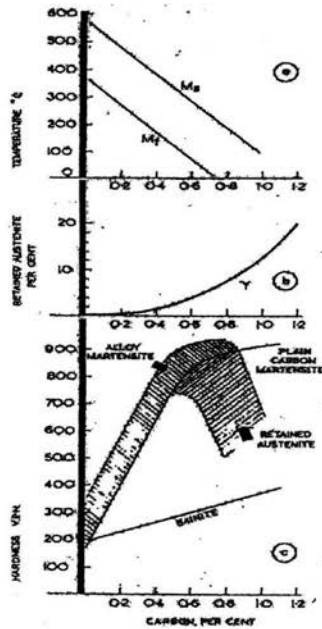


Figura 2.11 Incremento de la austenita retenida y la reducción de la dureza como efecto del porcentaje de carbono en el acero⁽⁹⁾.

El tratamiento térmico subcero se realiza a temperaturas cercanas a $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$, mientras que el tratamiento térmico criogénico se realiza alrededor de $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ (la temperatura del nitrógeno líquido⁽⁹⁾). El uso de baños de enfriamiento a estas temperaturas tiene como objetivo rebasar la temperatura M_f para así completar la

transformación de la austenita retenida. Este tratamiento es seguido por un revenido, para asegurar que no se tiene martensita frágil que no ha sido revenida y para obtener la dureza final en la pieza que será puesta en servicio.

Como la transformación de austenita a martensita es dependiente de la temperatura y no del tiempo, solo hay que mantener el tiempo necesario hasta que se alcance la temperatura M_f en toda la pieza. Posteriormente debe de ser seguido el tratamiento térmico por un ciclo de revenido a la temperatura adecuada para obtener la dureza deseada. En muchos aceros se debe realizar el tratamiento térmico subcero o criogénico antes de que pase una hora de que se realizó el temple, debido a que la austenita tiende a estabilizarse con el tiempo y es más difícil su transformación, una excepción a esta regla son los aceros carburizables⁽¹⁰⁾.

El tratamiento subcero es efectivo en cualquier acero que sea susceptible a formar austenita retenida. Las aleaciones utilizadas en el tratamiento criogénico son los aceros de alta velocidad y aceros para troqueles, aceros para fabricar engranes, aceros rolados en caliente y en frío, aceros carburizables, aceros inoxidables martensíticos. Trabajos realizados en este tipo de aceros muestran que la temperatura M_f usualmente tiende a estar dentro del rango de $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$; para aceros de alta aleación puede ser necesario un enfriamiento del orden de $-140\text{ }^{\circ}\text{C}$ ⁽¹⁰⁾.

En la práctica de los tratamientos subcero o criogénico existen básicamente tres maneras de controlar la temperatura: por medio de dióxido de carbono, por refrigeración mecánica o por medio de nitrógeno líquido.

Dióxido de carbono sólido: ha sido ampliamente utilizado como refrigerante desde hace varios años debido a su fácil manejo. El equipo consiste de un tanque aislado lleno con solvente de tricloroetileno o alcohol con bloques sólidos de dióxido de carbono. En este tipo equipos se recomienda el uso de termopares, pero rara vez se utilizan. Se pueden obtener temperaturas de $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$, con un límite inferior de $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$. La desventaja del sistema es que no se tiene un buen control ni de la velocidad de enfriamiento ni de la temperatura.

Refrigeración mecánica: existe un gran número de compañías que fabrican equipos de refrigeración mecánicos, que son capaces de enfriar hasta una temperatura de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Usualmente, los equipos tienen controles de temperatura y equipos indicadores con ventiladores para incrementar la velocidad de enfriamiento de los componentes. El costo de cada prueba es menor, pero el costo de mantenimiento puede ser alto, especialmente si el refrigerante es caro. La capacidad de enfriamiento es limitada, ya que se requieren ciclos largos cuando el enfriamiento es menor a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Sistemas de nitrógeno líquido: los sistemas de nitrógeno líquido dependen de la temperatura del nitrógeno en su forma líquida ($-196\text{ }^{\circ}\text{C}$). Se han desarrollado dos técnicas para el uso del nitrógeno líquido:

1. Consiste de un sistema de gas frío, que enfría la pieza por convección forzada de nitrógeno gaseoso frío a través de la pieza.
2. Otro sistema consiste en enfriar directamente la pieza por la inmersión en un baño de alcohol o tricloroetileno que es enfriado por el esparcido de nitrógeno líquido.

Ambos sistemas tienen controles de temperatura, las piezas pueden ser enfriadas a una velocidad y temperatura controlada ($-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ para el sistema de nitrógeno gaseoso y $-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ para el sistema de nitrógeno líquido). El enfriamiento es rápido, tomando alrededor de 30 minutos y el equipo es relativamente barato⁽¹⁰⁾.

Con los tratamientos subcero o criogénico se modifican las propiedades mecánicas de los aceros. Un ejemplo son los valores de dureza reportados por Collins y Dormir⁽¹¹⁾ después de aplicar un tratamiento térmico criogénico a un acero AISI D2; ellos reportan un aumento de dureza de 4.5 HRC en el acero austenizado a $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ y revenido a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$, además ellos encontraron que los valores de dureza se incrementan al aumentar la temperatura de austenizado.

Por otro lado, Molinari y sus colaboradores⁽¹²⁾ reportan un incremento de 3.2 HRC en un acero AISI H13 austenizado a $1020\text{ }^{\circ}\text{C}$. Estos incrementos en la dureza

después de un tratamiento criogénico se debe a que la austenita retenida es una fase blanda que transforma a martensita que tiene una dureza mayor.

La temperatura a la cual se realizan los tratamientos subcero o criogénico también tiene un efecto significativo sobre la dureza del material. En el mismo artículo de Collins y Dormir⁽¹¹⁾ se reporta que a una menor temperatura de tratamiento la dureza tiende a aumentar pero, alrededor de $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-110\text{ }^{\circ}\text{C}$, toda la austenita retenida transforma a martensita, siendo a esta temperatura cuando se produce la mayor dureza que se puede alcanzar para el acero AISI D2.

Con respecto al tiempo de permanencia, reportan un leve incremento de dureza durante el tratamiento criogénico; alrededor de dos horas de permanencia se cree que este incremento es debido a cambios cristalográficos presentes en la martensita. Después de algunas horas de permanencia el incremento de dureza es probablemente debido al incremento del número de partículas de carburos muy finos que se forman en la matriz⁽¹¹⁾.

Se ha encontrado experimentalmente que la dureza del material cambia con respecto al tiempo de almacenamiento antes de realizar los tratamientos subcero, ya que las probetas tratadas un día después de realizar el tratamiento térmico de temple presentan valores de dureza menores a los de probetas tratadas una hora después del temple. Además, en el mismo trabajo reportan que es posible alcanzar valores de dureza altos empleando temperaturas subcero, eliminando así la necesidad de utilizar nitrógeno líquido⁽¹³⁾.

Otra de las propiedades que se modifican al aplicar un tratamiento criogénico es la tenacidad. Yun y colaboradores⁽¹⁴⁾ realizaron el tratamiento criogénico ($-196\text{ }^{\circ}\text{C}$) a un acero de alta velocidad y encontraron que la tenacidad aumentó con respecto a un tratamiento de temple convencional con triple revenido. El mecanismo que ellos proponen es el de transformación de austenita retenida a martensita durante el tratamiento criogénico mientras la martensita se descompone y carburos ultrafinos precipitan difusivamente.

Al aplicar los tratamientos subcero y criogénico a aceros para herramientas se ha encontrado que aumenta considerablemente el tiempo de vida de las piezas. Se ha reportado un incremento del 3%, 10% y 10.6% en la vida útil de herramientas de aceros AISI T1, M2 y D3 que han sido tratadas criogénicamente sin sufrir un tratamiento de revenido⁽¹⁵⁾.

Se cree que el incremento de la resistencia al desgaste producido por un tratamiento criogénico es debido a dos razones: una es la transformación de la austenita retenida a martensita y el otro mecanismo que se propone en la literatura es la precipitación de carburos finos. Una investigación que refuerza esta idea es la realizada a un acero para herramientas AISI M2, donde los autores encontraron que la distribución de carburos es más homogénea en piezas tratadas criogénicamente que en piezas no tratadas y que la fracción volumétrica de carburos aumenta con el tratamiento criogénico. Entonces, la precipitación de carburos duros durante el tratamiento criogénico puede reducir la cantidad de carbono y elementos aleantes en la matriz, lo cual mejora la tenacidad de la misma. Ellos creen que la combinación del contenido de carburos y la tenacidad de la matriz mejoran la resistencia al desgaste de la pieza⁽¹⁵⁾. Collins y Dormer⁽¹¹⁾ también reportan cambios microestructurales y cristalográficos en acero AISI D2 tratado criogénicamente.

2.5 Aceros para herramientas

Un acero de herramientas es cualquier acero utilizado para fabricar herramientas de corte, conformado o piezas de diferentes geometrías para un componente con uso definido. Actualmente se cuenta con aceros de aleación compleja que contienen cantidades relativamente altas de tungsteno, molibdeno, manganeso y cromo, los cuales hacen posible incrementar las demandas de servicio y proveer mayor control dimensional evitando la formación de grietas durante los tratamientos térmicos. Varios aceros para herramientas tienen también un amplio uso en componentes de maquinaria y aplicaciones estructurales donde deberán cumplir con ciertos requerimientos, como son ciclos de calentamiento y enfriamiento rápidos, esfuerzos ultra altos, válvulas de propósitos especiales y rodamientos de varios tipos para servicio en altas temperaturas⁽⁶⁾.

La principal función de un elemento aleante en los aceros para herramientas es incrementar la dureza, formar carburos resistentes al desgaste e incrementar la resistencia al ablandamiento durante el revenido.

Los elementos de aleación más importantes de los aceros para herramientas son el C, W, Mo, Cr, y V. Los aceros para herramientas se clasifican de acuerdo a diferentes normas, una de ellas es la AISI la cual agrupa a los aceros en siete grupos principales, cada grupo tiene composición similar y las propiedades se identifican por una letra; dentro de cada grupo, los aceros se clasifican por un número que los diferencia. Los grupos de aceros AISI para herramientas son⁽⁶⁾:

- ❖ Aceros de alta velocidad:
 - aceros de alta velocidad al molibdeno(grupo M)
 - aceros de alta velocidad al tungsteno(grupo T)

- ❖ Aceros para trabajado en caliente:
 - aceros para trabajado en caliente al cromo(aceros H10 a H19)
 - aceros para trabajado en caliente al tungsteno(aceros H21 a H26)
 - aceros para trabajado en caliente al molibdeno(acero H42)

- ❖ Aceros para trabajado en frío:
 - aceros para trabajado en frío de media aleación endurecibles al aire(grupo A)
 - aceros para trabajado en frío de alto cromo y carbono(grupo D)
 - aceros para trabajado en frío endurecidos en aceite(grupo O)

- ❖ Aceros resistentes a “impactos”

- ❖ Aceros de baja aleación para propósitos especiales

- ❖ Aceros para molde

- ❖ Aceros endurecibles en agua

Dentro de esta clasificación se encuentran los aceros denominados AISI O1. Estos aceros son generalmente endurecibles en aceite y contienen 0.95% de carbono, 1.1% de manganeso, 0.6% de cromo y 0.6% de tungsteno como elementos de aleación. Entre sus características principales se encuentran su buena maquinabilidad, buena estabilidad dimensional durante los tratamientos térmicos y alta dureza superficial y tenacidad después del temple y revenido.

Las aplicaciones típicas de los aceros AISI O1 se encuentran en la fabricación de herramientas de corte y estampado, herramientas para tallado de roscas, herramientas para embutido, cuchillas, insertos de moldes para inyección de plásticos donde la dureza se encuentra en el rango de 54-62 HRC. También se emplean en la fabricación de punzones, matrices de corte de lámina y cuchillas para corte de metal donde la dureza necesaria es del orden de 54-60 HRC.

Las propiedades físicas del acero AISI O1 a varias temperaturas se presentan en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1: Propiedades físicas más importantes de los aceros para herramientas AISI O1⁽¹⁶⁾.

Temperatura	20°C	200°C	400°C
Densidad (kg/m ³)	7,800	7,750	7,700
Modulo de elasticidad (N/mm ²)	190,000	185,000	170,000
Coefficiente de expansión térmica (desde 20°C)	--	11.7X10 ⁻⁶	11.4X10 ⁻⁶
Conductividad térmica (W/m°C)	32	33	34
Capacidad calorífica (J/kg °C)	460	--	--

La temperatura de recocido de suavizado de los aceros O1 es de 780 °C aproximadamente, protegiéndolos de la oxidación. Después se enfrían en el horno a una velocidad de 15 °C/hora hasta alcanzar los 650 °C y posteriormente se pueden enfriar al aire libremente⁽¹⁶⁾.

Para realizar el temple a los aceros O1, se tiene que precalentar hasta la temperatura de 600-700 °C y posteriormente calentar hasta temperatura de austenizado que se encuentra en el rango de 790-850 °C. El tiempo y la temperatura de austenizado están en función de la dureza que se desea obtener, ver Tabla 2.2. Durante el austenizado se debe de proteger al metal de la descarburización y de la oxidación superficial.

Tabla 2.2 Tiempo de permanencia del acero para herramientas O1 durante el austenizado⁽¹⁶⁾.

Temperatura (°C)	Tiempo de permanencia (minutos)	Dureza después del revenido (HRC)
800	30	Aprox. 65
825	20	Aprox. 65
850	15	Aprox. 63

En la Figura 2.12, se muestran algunas propiedades físicas en función de la temperatura de austenizado. También se muestra el porcentaje de austenita retenida después del tratamiento térmico de temple como función de la temperatura, el cual aumenta conforme aumenta la temperatura.

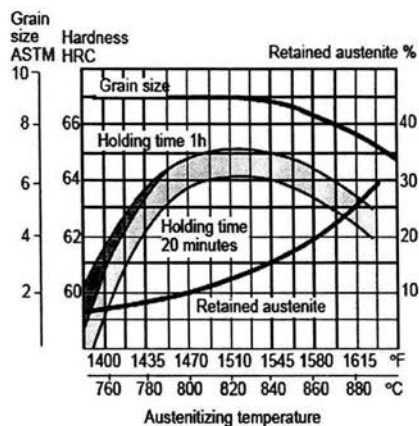


Figura 2.12 Gráfica representativa del comportamiento del acero para herramientas O1 en función de la temperatura⁽¹⁶⁾.

Por otro lado, la temperatura de revenido se elige en función de la dureza que se requiere en la pieza al final del tratamiento, Figura 2.13. Esta gráfica está referida a 2 horas de permanencia durante el tratamiento.

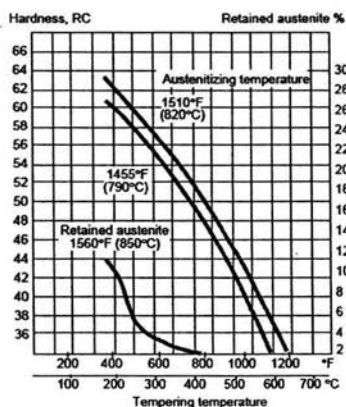


Figura 2.13 Gráfica de durezas y porcentaje de austenita retenida después del revenido en función de la temperatura⁽¹⁶⁾.

2.6 El problema inverso de conducción de calor ⁽¹⁷⁾

Si el flujo de calor o la historia térmica en las superficies de un sólido son conocidos como función del tiempo, entonces la distribución de temperaturas puede ser calculada. Esto constituye el llamado problema directo de conducción de calor. Sin embargo, en muchas situaciones de transferencia de calor dinámicas, el flujo de calor en la superficie y la historia térmica de un sólido deberá ser determinado por mediciones de temperatura en estado transitorio en uno o más puntos interiores; a esto se le llama problema inverso de conducción de calor (IHCP).

Así, el problema inverso de conducción de calor se define como una estimación del flujo de calor superficial dado por una o más mediciones de temperatura dentro de un cuerpo que es calentado o enfriado por conducción. El término estimación se utiliza debido a que existen errores de medición que afectan la exactitud del cálculo del flujo de calor. El IHCP es mucho más difícil de resolver analíticamente que el problema directo. Por otra parte, si bien es difícil medir la historia térmica de una superficie sólida durante el calentamiento o enfriamiento, es relativamente fácil medir con exactitud la historia térmica en el interior o en una superficie aislada de un cuerpo.

Existen varios problemas relacionados con el problema inverso de conducción de calor. Un ejemplo es la estimación del flujo de calor superficial en función del tiempo utilizando mediciones del interior de un cuerpo. Es un problema lineal si las propiedades son independientes de la temperatura y las condiciones de frontera son lineales. Un problema relacionado que involucra la condición de frontera convectiva es:

$$-k \frac{\partial T}{\partial x} \Big|_{x=0} = h[T_{\infty}(t) - T(0,t)]$$

La determinación del coeficiente de transferencia de calor es una técnica importante, por ejemplo, para investigar una curva de ebullición completa.

Una técnica comúnmente utilizada para la resolución del problema inverso de conducción de calor es el algoritmo secuencial de especificación de la función. La base de ésta técnica es la suposición, temporal, de que el flux de calor es conocido para un cierto número de pasos futuros. Esta suposición permite estabilizar numéricamente a la solución, incluso cuando los existe ruido experimental significativo. La metodología se basa en minimizar la diferencia entre la temperatura medida y la calculada en un punto del sistema, con respecto al flux de calor estimado. En este sentido, este algoritmo tiene semejanzas con la técnica de mínimos cuadrados.

3. OBJETIVO

El objetivo de este trabajo es evaluar, sistemáticamente, la respuesta microestructural de un acero para herramientas templado, sometido a un tratamiento subcero a -10 , -20 , -40 , -60 y -100 °C o bien a un tratamiento criogénico a la temperatura del nitrógeno líquido. Además de la temperatura, también se considera al tiempo de permanencia para el tratamiento térmico subcero o criogénico como una variable de proceso, dado que se han reportado en la literatura (aunque sin fundamento científico) mejoras en el desempeño de componentes tratados durante tiempos de permanencia largos.

Para cumplir con el objetivo principal se plantearon las siguientes metas:

- Encontrar un material que permita cuantificar de manera clara la cantidad de austenita retenida y martensita presentes después del temple y después de los tratamientos subcero o criogénico; Esto implica, también, encontrar un método para revelar la microestructura.
- Evaluar la respuesta térmica del material, para tratar de entender los fenómenos que se manifiestan durante los tratamientos subcero o criogénico y con esto poder hacer una comparación entre ellos.

4. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se presentan la estrategia experimental y los métodos utilizados en el desarrollo de la investigación. Se realizaron pruebas de tratamiento subcero a -10, -20, -40, -60 y -100 °C, durante 15 minutos y 2 horas de tratamiento cada una. También se realizaron tratamientos criogénicos en donde las piezas fueron expuestas a la temperatura del nitrógeno líquido durante 15 minutos, 2 horas, 1, 2 y 3 días.

El objetivo de la experimentación es evaluar la respuesta microestructural resultante después de tratamiento subcero (a diversas temperaturas) o criogénico, además de verificar los cambios provocados por los tratamientos en función del tiempo de permanencia de las probetas. Como parte de la estrategia de experimentación se realizaron experimentos preliminares para encontrar una microestructura inicial óptima.

Las probetas tratadas se prepararon metalográficamente para realizar mediciones de área de austenita retenida y también se midieron durezas de las probetas sometidas al tratamiento subcero. Además, se midió la respuesta térmica de las probetas para caracterizar las condiciones de enfriamiento en cada medio.

4.1 Tratamiento térmico subcero y criogénico

4.1.1 Materiales y equipo

Durante las pruebas se utilizaron los materiales siguientes:

- ✓ Probetas cilíndricas de acero AISI D2 y AISI O1, 1.6 cm dia. x 2 cm de altura.
- ✓ Termopares tipo K de 1/16 de pulgada de diámetro con cubierta de inconel.
- ✓ Nitrógeno líquido.
- ✓ Lijas del número 240, 320, 400 y 600.
- ✓ Alumina de 0.3 μm .
- ✓ Nital 1.

Y se requirió del siguiente equipo:

- ✓ Horno mufla marca Heraeus modelo M110.
- ✓ Cámara de enfriamiento marca Air Products modelo Cryo-Test chamber No. F831828E.
- ✓ Controlador marca Honeywell modelo 802T-BP (± 0.2 °C)
- ✓ Cortadora de disco de diamante marca Buehler Modelo ISOMET 1000.
- ✓ Pulidora marca Leco modelo Vari/pol VP 50.
- ✓ Durómetro marca Buehler modelo Macromet 3.
- ✓ Microscopio óptico marca Olympus modelo PMG 3.
- ✓ Adquisidor de imágenes software *Image-Pro plus*.
- ✓ Adquisidor de datos marca Keithley modelo SmartLink KNM-TC41&42.
- ✓ Software Net Acq versión 2.4.3.
- ✓ Espectrómetro de emisión (chispa) marca Spectrolab modelo LAVW 18B.

4.1.2 Experimentos previos

Inicialmente se adquirieron aceros¹ para herramientas AISI D2 y AISI O1 comerciales, con los cuales se realizaron pruebas de tratamiento subcero y criogénico. Al realizar los análisis metalográficos de las probetas tratadas se observó que las estructuras obtenidas no correspondían con las reportadas en la bibliografía⁽⁶⁾; lo que llevó a realizar el análisis químico de los aceros, encontrándose que la composición no correspondía con la esperada. Debido a esto, se adquirieron nuevos aceros² con los cuales se realizó el trabajo experimental definitivo.

Una vez verificada la composición química del material mediante análisis químico, el siguiente paso fue realizar pruebas de tratamiento térmico subcero o criogénico con el acero para herramientas D2; los tratamientos realizados se enlistan en la Tabla 4.1.

¹ Aceros Fortuna

² SISA

Tabla 4.1 Tratamientos térmicos subcero y criogénico aplicados al acero AISI D2

Temperatura (°C)	Tiempo (minutos)
-20	15 y 120
-40	15 y 120
-60	15 y 120
-100	15 y 120
-196 (criogénico)	5, 60 y 120

Estos tratamientos se realizaron controlando la velocidad de enfriamiento, disminuyendo 10 °C cada 5 minutos y registrando el enfriamiento. Esta forma de enfriar las piezas causó problemas, ya que la cámara de enfriamiento no está diseñada para trabajar a tan bajas temperaturas, por lo que el control del enfriamiento no fue el más adecuado.

Una vez completados los tratamientos térmicos subcero o criogénico al acero D2, el siguiente paso fue revelar la estructura. Al analizarla se encontró que la fase austenita retenida y la fase martensita eran muy difusas, esto provocó que la observación microscópica fuera muy difícil; además, la cantidad de austenita retenida presente era insuficiente lo que hizo muy difícil su cuantificación.

Por otro lado, con el acero AISI O1 (sometido a un tratamiento de temple específico) se observaron claramente las fases austenita retenida y martensita. Por esto, se decidió trabajar únicamente con el acero O1.

4.1.3 Análisis químico

Para confirmar que el acero que se utilizó en las pruebas tenía la composición química correspondiente, se realizó un análisis de chispa en el espectrómetro de emisión. Los resultados se muestran en la Tabla 4.2, junto con la composición nominal del acero AISI O1. La muestra analizada fue un cilindro de 1.9 cm de diámetro y 1.5 cm de altura pulida en ambas caras.

Tabla 4.2 Composición química del acero AISI O1 (medida y nominal ⁽¹⁶⁾)

% medido	% nominal
0.94 %C	0.95 % C
1.13 % Mn	1.1 % Mn
0.47 % Cr	0.6 % Cr
n.d.	0.6 % W

4.1.4 Homogeneizado del acero

Una vez que se caracterizó químicamente al material, el paso siguiente fue homogeneizar la estructura del acero. Esto se realizó calentando a 800 °C las barras de 22 cm de longitud durante 4 horas y se encontraban dentro de un tubo de acero rodeadas con arena de moldeo ⁽¹⁶⁾. El tubo fue sellado con cemento refractario en una de sus tapas para protegerlas de la oxidación producida por la atmósfera. Posteriormente, las barras se enfriaron lentamente dentro del horno hasta alcanzar la temperatura ambiente.

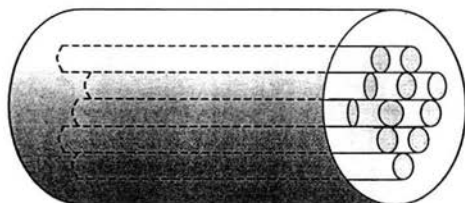


Figura 4.1 Contenedor de las barras de acero utilizado durante el tratamiento térmico de homogeneizado.

4.1.5 Preparación de las probetas

Las barras homogeneizadas no presentaron oxidación ni descarburización significativas, por lo que solo fue necesario limpiarlas para retirar la arena remanente. Una vez hecho lo anterior, se cortaron cilindros de 2 cm de longitud y 1.6 cm de diámetro, como se muestra en la Figura 4.2.

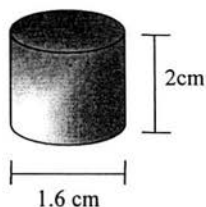


Figura 4.2 Cilindros utilizados para los tratamientos térmicos de acero para herramientas AISI O1.

4.1.6 Tratamiento térmico de temple

El tratamiento térmico de temple consistió en calentar las probetas desde temperatura ambiente hasta alcanzar los 600 °C (temperatura de precalentamiento), manteniéndolas a esta temperatura durante un periodo de 30 minutos. Posteriormente se calentaron hasta la temperatura de 950 °C, donde el tiempo de permanencia fue de 60 minutos. Después se realizó el temple de las probetas en un baño de aceite quieto el cual se encontraba a temperatura ambiente. El ciclo térmico se presenta, esquemáticamente, en la Figura 4.3.

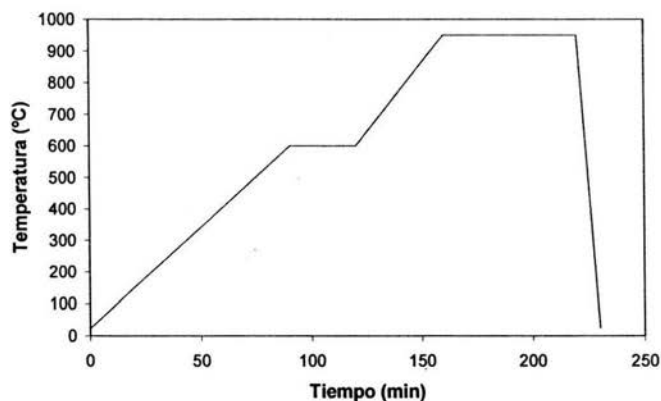


Figura 4.3 Curva de tratamiento térmico de temple realizado a las probetas de acero para herramientas AISI O1.

4.1.7 Tratamientos térmicos subcero y criogénico

Las probetas templadas se sometieron a tratamientos térmicos de baja temperatura (subcero o criogénico). Estos tratamientos se realizaron en un tiempo menor a una hora después de haber realizado el tratamiento térmico de temple.

El tratamiento criogénico consistió en sumergir las probetas en un baño de nitrógeno líquido, el cual se encontraba contenido en un tanque termo con una capacidad

de 10 litros a una temperatura de $-194\text{ }^{\circ}\text{C}$. Las probetas se mantuvieron a esta temperatura durante periodos de 15 minutos, 2 horas, 1, 2 y 3 días. Una vez alcanzado el tiempo de permanencia, se retiraron del baño de nitrógeno líquido y se dejaron suspendidas por medio de un alambre de cobre para que alcanzaran la temperatura ambiente, Figura 4.4.



Figura 4.4 Sujeción de las probetas tratadas criogénicamente durante el calentamiento hasta temperatura ambiente.

El tratamiento térmico subcero consistió en llevar las probetas desde temperatura ambiente hasta la temperatura de -10 , -20 , -40 , -60 o $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, por periodos de permanencia de 15 minutos o de 2 horas, ver Tabla 4.3. La cámara de enfriamiento utilizada para los tratamientos cuenta con un sistema de alimentación de nitrógeno líquido a una presión de trabajo de 1.5 kg/cm^2 , el flujo de nitrógeno líquido se controla por medio de una válvula solenoide (normalmente cerrada), un ventilador para homogeneizar la atmósfera y un controlador de temperatura, Figura 4.5.

Tabla 4.3 Temperaturas y tiempos de permanencia de los tratamientos térmicos subcero.

Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Tiempo (minutos)
-10	15
-20	15 y 120
-40	15 y 120
-60	15 y 120
-100	15 y 120

El procedimiento para realizar los tratamientos subcero consistió en fijar la cámara de congelación a la temperatura del tratamiento; adicionalmente, dentro de la cámara se colocó una charola de acero con un doble fondo para evitar que el flujo de nitrógeno impactara violentamente en la superficie de las probetas; una vez que se había alcanzado y equilibrado la temperatura al interior de la cámara, se introdujeron las probetas por medio de un alambre de cobre a través de una perforación existente en la tapa de la cámara, éstas descansaban verticalmente en el fondo de la charola de metal. Una vez alcanzado el tiempo del tratamiento, las probetas se desalojaban de la cámara por medio del mismo alambre de cobre, con lo que se evitaba abrir la cámara y que la temperatura interna aumentara.

Al igual que en el caso de las probetas tratadas criogénicamente, se sacaron las probetas de la cámara y se dejaron suspendidas con el fin de que alcanzaran la temperatura ambiente.



Figura 4.5 Cámara de enfriamiento utilizada en el tratamiento subcero.

4.1.8 Revenido de las probetas tratadas

Posterior al tratamiento criogénico o subcero se realizó un tratamiento térmico de revenido a las piezas con el objetivo de revelar la estructura final del acero. El tratamiento se realizó calentando una estufa a 200 °C; una vez que había alcanzado la temperatura, se introdujeron las probetas y se mantuvieron por un periodo de 2 horas. Posteriormente se retiraron las probetas de la estufa y se sumergieron en un baño de agua para alcanzar la temperatura ambiente lo más pronto posible.

4.2 Caracterización de las probetas

4.2.1 Preparación de las probetas tratadas

Las probetas revenidas se cortaron transversalmente en una cortadora de disco de diamante. Los cortes se realizaron a aproximadamente 4 mm de la superficie a una velocidad de corte de 250 rpm, aplicando una carga de 250. Con esto se eliminó material que pudo haber sufrido descarburización y oxidación durante el tratamiento térmico de temple.

La preparación de las probetas para su observación con el microscopio consistió en desbastarlas con lijas y posteriormente pulirlas a espejo en una pulidora con paño fino y alumina de 3 μm . Finalmente se atacaron con NITAL 1 para revelar las microestructuras.

Adicionalmente, se prepararon las probetas de llegada, la probeta homogeneizada y la probeta de tratamiento térmico de temple, para adquirir sus imágenes correspondientes y tener un punto de referencia durante el análisis.

4.2.2 Medición de áreas de austenita retenida

Las probetas preparadas se observaron con el microscopio óptico a 100X y se adquirieron dos fotomicrografías por cada probeta con ayuda del software *Image-Pro plus*. Las imágenes adquiridas se analizaron para cuantificar el porcentaje de austenita retenida presente en cada probeta.

El análisis de las imágenes adquiridas se realizó con el mismo software *Image-Pro plus*. Este programa permitió realizar la cuantificación de la fase austenita retenida presente después de los tratamientos térmicos debido a que ésta presenta una apariencia blanca después del ataque (ver Figura 4.6).

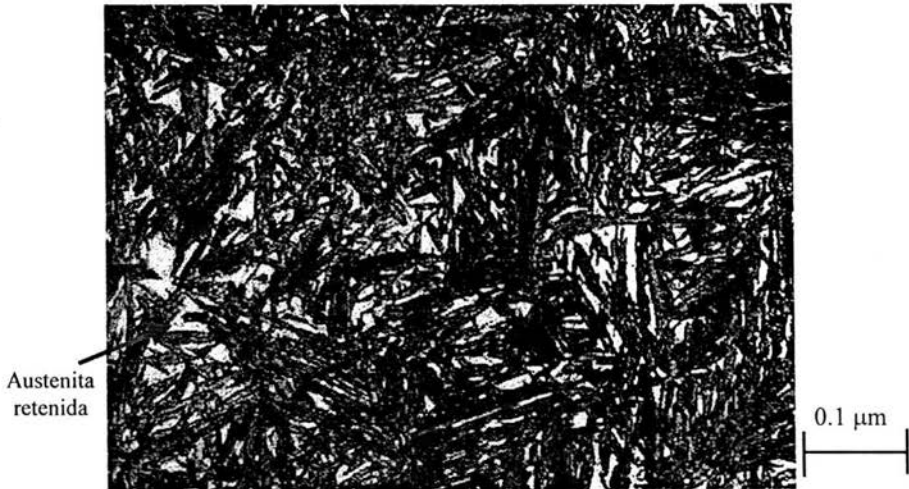


Figura 4.6. Fotomicrografía de una muestra típica después del temple en aceite quieto, mostrando áreas de austenita retenida.

La metodología de cuantificación del área de austenita retenida presente en cada probeta tratada se describe a continuación. Se seleccionaron seis cuadros de la misma área en la microfotografía, como se representa en la Figura 4.7. Una vez definidas las áreas totales de medición, el siguiente paso fue seleccionar las áreas donde existía la fase austenita retenida, para lo cual se utilizó la función count and measure objects del software *Image-Pro plus*. Posteriormente el software *Image-Pro plus* utilizó las porciones blancas seleccionadas para calcular el área (en μm^2) correspondiente a la austenita retenida. El porcentaje de austenita retenida se calcula simplemente como el área de las porciones blancas dividida por el área total de análisis.

Las mediciones para cada prueba se realizaron a dos fotomicrografías por cada probeta tratada térmicamente, por lo que el porcentaje total fue la suma de las áreas de austenita retenida medidas en cada fotomicrografía. El punto de referencia para el análisis de los datos fue la cantidad de austenita retenida presente en la probeta a la cual solo se le aplicó el tratamiento térmico de temple.

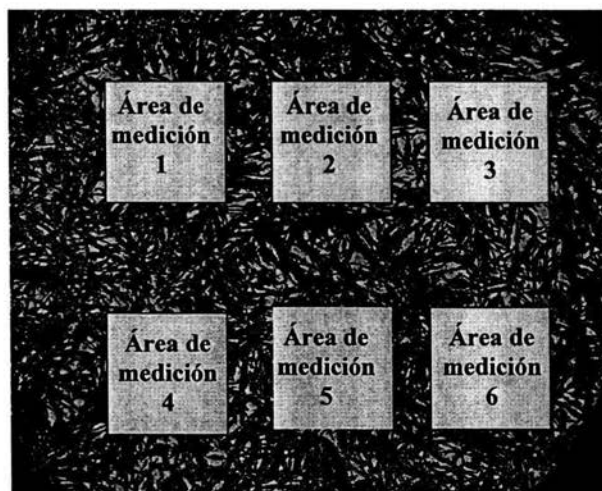


Figura 4.7 Esquema de las áreas de medición utilizadas durante la determinación de austenita retenida en las probetas tratadas térmicamente.

4.3 Medición de curvas de enfriamiento

En todos los tratamientos se utilizó una probeta instrumentada con un termopar en el centro para caracterizar la extracción de calor en los ciclos térmicos, Figura 4.8.

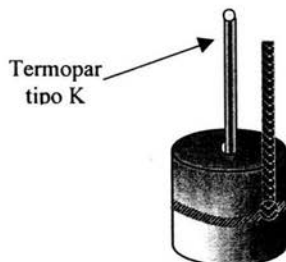


Figura 4.8 Probeta instrumentada para medir la respuesta térmica durante los tratamientos térmicos.

Adicionalmente, se realizaron experimentos con probetas instrumentadas con dos termopares colocados uno a 1.8 mm de la superficie de la probeta y el otro en el centro (ver Figura 4.9), para estudiar el comportamiento térmico del sistema bajo estudio.

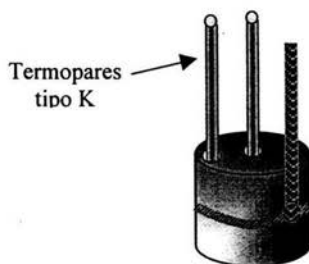


Figura 4.9 Probeta instrumentada con dos termopares utilizada para medir la respuesta térmica durante los tratamientos.

Para realizar las mediciones de temperatura se utilizó un adquisidor de datos marca Keithley. Este a su vez se encontraba conectado a una computadora donde se

almacenaban los datos generados durante las mediciones utilizando el programa *Netacq* 2.0.

5. RESULTADOS

A continuación se presentan los resultados del trabajo experimental. Se mostrarán las curvas de enfriamiento obtenidas durante los tratamientos térmicos, así como las fotomicrografías generadas a partir de cada probeta tratada y la cuantificación del porcentaje de área.

Cabe mencionar que para realizar las mediciones de austenita retenida se adquirieron dos fotografías por cada probeta tratada, pero en la presentación de los resultados solo se mostrará una, debido a la gran similitud entre ellas.

5.1 Tratamiento térmico de temple

La Figura 5.1 muestra la curva de enfriamiento (temperatura como función del tiempo de proceso) registrada en el centro de la probeta durante el tratamiento térmico de temple en aceite quieto de acero para herramientas AISI O1. Esta curva se obtuvo partiendo de 950 °C y hasta alcanzar la temperatura ambiente. Se ve el enfriamiento típico de este medio. Se puede distinguir que se alcanza la temperatura de 220 °C aproximadamente en 28 segundos y los 50 °C en 200 segundos.

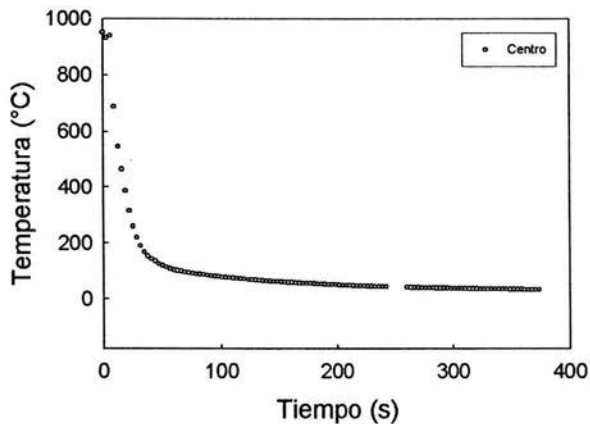


Figura 5.1 Curva de enfriamiento obtenida en el centro de la probeta durante el temple de un acero para herramientas AISI O1 en aceite quieto desde 950 °C.

La Figura 5.2 muestra la microestructura de la probeta templada. En esta imagen se puede observar una gran cantidad de austenita retenida, además de martensita, producto del tratamiento térmico de temple y de la temperatura de austenizado. La austenita retenida se observa como zonas blancas y la martensita se diferencia por su forma de agujas oscuras que se encuentran alrededor de la austenita retenida, esto debido a que la martensita crece a partir de la fase austenita.

Cabe mencionar que todos los experimentos se realizaron partiendo del tratamiento térmico de temple, por lo que está fotomicrografía es la imagen de comparación con las probetas tratadas subcero y criogénicamente.



Figura 5.2 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada en aceite quieto desde 950 °C. Para revelar la microestructura, la probeta se revinió a 200 °C durante 2 horas.

Se realizaron mediciones de porcentaje de austenita retenida a dos microfotografías de la misma probeta; los resultados se muestran en la Tabla 5.1. El área total de cada segmento medido fue de $1,529 \mu\text{m}^2$. Con el área total se calculó el porcentaje de austenita retenida promedio; para esta probeta este valor fue de 16.9%, con un margen de error de $\pm 1.1\%$.

Tabla 5.1 Áreas de austenita retenida resultantes de las mediciones realizadas a la probeta templada en aceite quieto a la temperatura de 950 °C.

Medición	Área (Microfotografía 1)	Área (Microfotografía 2)
1	171.2	216.9
2	229.3	222.1
3	300.7	228.6
4	258.6	237.3
5	384.0	285.0
6	214.5	351.9
Total	1,558.2	1,541.8
Promedio	259.7	257.0
Porcentaje	17%	16.8%
Porcentaje promedio	16.9 %	

La dureza medida para esta probeta es de 59.3 HRC. Todas las mediciones de dureza tienen un porcentaje de error de $\pm 0.8\%$.

5.2 Tratamiento térmico subcero

5.2.1 Tratamiento térmico subcero a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos

En la Figura 5.3 se muestra la curva de enfriamiento producida por el enfriamiento de las probetas sometidas al tratamiento térmico subcero a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ después de ser templada.

La probeta se preparó con dos termopares, uno a 1.8 mm de la orilla y otro en el centro, para registrar los perfiles de temperatura producidos en la probeta durante enfriamiento.

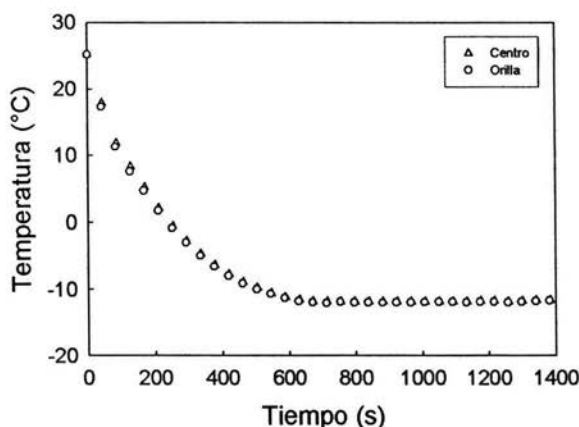


Figura 5.3 Curva de enfriamiento de un acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento térmico subcero a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Iniciando a $25\text{ }^{\circ}\text{C}$, la probeta tarda aproximadamente 600 segundos en alcanzar la temperatura de $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$. No se observa una diferencia significativa entre las dos respuestas térmicas, por lo que puede concluirse que el enfriamiento es newtoniano (sin gradientes térmicos). En esta figura se puede ver un ligero cambio en la pendiente de la curva alrededor de $8\text{ }^{\circ}\text{C}$ aproximadamente, lo que puede indicar el inicio de transformación de la austenita retenida.

La Figura 5.4 muestra la microfotografía obtenida con el tratamiento subcero a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 15 minutos de permanencia. En esta fotomicrografía la cantidad de austenita

retenida ha disminuido ligeramente con respecto a la fotomicrografía obtenida en el tratamiento térmico de temple.



Figura 5.4 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 sometida al tratamiento subcero a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos. Para revelar la microestructura, la probeta se revinió a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas.

Las mediciones de porcentaje de austenita retenida para esta probeta se presentan en la Tabla 5.2. El porcentaje de austenita retenida es de 13.8%, lo que confirma la transformación de austenita retenida a martensita observada en la Figura 5.4.

Tabla 5.2 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos.

Medición	Área fotografía 1	Área fotografía 2
1	289.9	212.2
2	121.5	198.8
3	159.6	257.2
4	259.2	262.5
5	172.6	217.3
6	180.4	208.3
Total	1,183.2	1,356.4
Promedio	197.2	226.1
Porcentaje	12,9 %	14,8 %
Porcentaje promedio	13.8 %	

La dureza medida para esta probeta es de 60.2 HRC.

5.2.2 Tratamiento térmico subcero a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos

En la Figura 5.5 se presenta la curva de enfriamiento registrada durante el tratamiento subcero hasta alcanzar la temperatura de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Las mediciones corresponden a la temperatura en el centro y en la orilla de la probeta. Estas mediciones se realizaron con una probeta a la cual se le aplicó el tratamiento térmico de temple antes del tratamiento criogénico.

Se requiere de casi 800 segundos para alcanzar la temperatura de tratamiento. En la figura se puede ver un mayor cambio de pendiente en la curva alrededor de $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ y hasta $-7\text{ }^{\circ}\text{C}$ aproximadamente, lo que indica que a esta temperatura es posible que se presente la transformación de austenita retenida a martensita. Estas temperaturas de posible transformación son cercanas a las observadas para el tratamiento térmico subcero a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$.

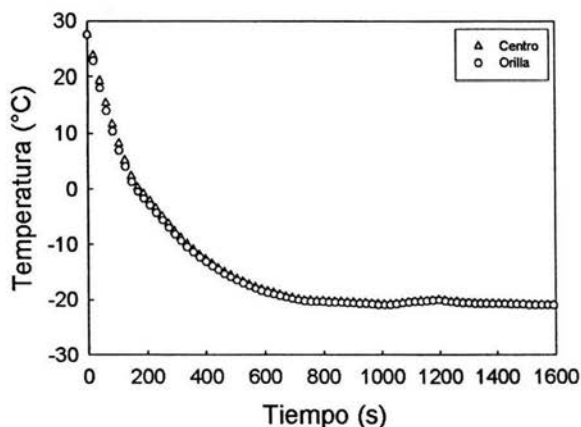


Figura 5.5 Curva de enfriamiento de un acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento térmico subcero a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$.

En la Figura 5.6 se muestra la imagen de la probeta tratada a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 15 minutos de permanencia. Se puede ver la fractura generada en la superficie de la probeta durante el enfriamiento.

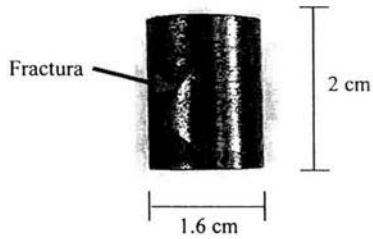


Figura 5.6 Fotografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos.

La Figura 5.7 muestra la fotomicrografía adquirida a partir de la probeta a la que se le realizó el tratamiento térmico subcero a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 15 minutos de permanencia.

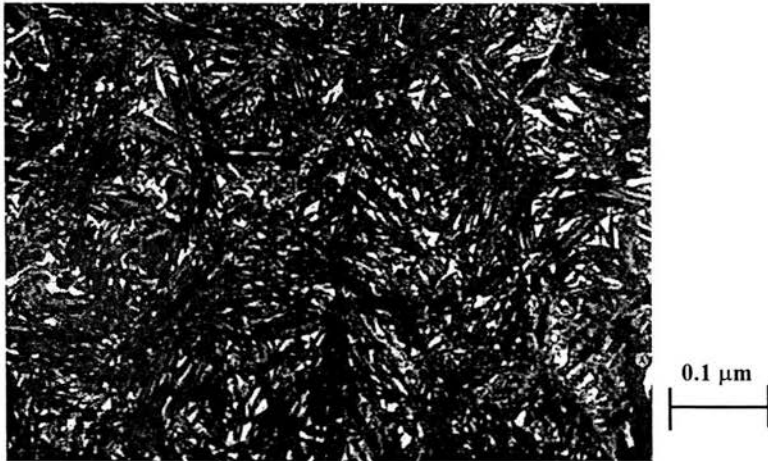


Figura 5.7 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 sometida al tratamiento subcero a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos. Para revelar la microestructura, la probeta se revinió a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas.

En esta imagen, al igual que en la Figura 5.4, se observa un porcentaje de austenita retenida menor comparado con la fotomicrografía de temple, debido a la disminución de la temperatura en el tratamiento subcero.

En la Tabla 5.3 se presentan las mediciones de austenita retenida obtenidas de las dos fotomicrografías de la probeta tratada a -20 °C y 15 minutos de permanencia. Las mediciones indican un porcentaje de austenita retenida de 10%. Este valor indica que hay una tendencia a disminuir el porcentaje de austenita retenida conforme disminuye la temperatura.

La dureza registrada en esta probeta es de 61.7 HRC, que es 2.5 HRC mayor que la de la probeta templada.

Tabla 5.3 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a -20 °C durante 15 minutos.

Medición	Área fotografía 1	Área fotografía 2
1	112.5	105.9
2	161.4	134.2
3	159.1	140.9
4	127.7	195.5
5	220.8	145.6
6	129.8	200.0
Total	911.3	922.2
Promedio	151.9	153.7
Porcentaje	9.9 %	10 %
Porcentaje promedio	10 %	

5.2.3 Tratamiento térmico subcero a -20 °C durante 2 horas

En la Figura 5.8 se muestra la fotografía de la probeta tratada a -20 °C y 2 horas de permanencia, en esta imagen se puede observar la probeta agrietada durante el tratamiento subcero.

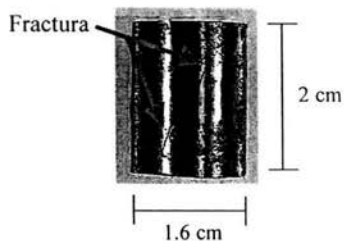


Figura 5.8 Fotografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas.

En la Figura 5.9 se puede observar la fotomicrografía de la probeta tratada a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 2 horas de permanencia. Pese a que el tiempo de permanencia a la temperatura de tratamiento subcero es mayor, la cantidad de austenita retenida presente no cambia significativamente.



Figura 5.9 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 sometida al tratamiento subcero a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas. Para revelar la microestructura, la probeta se revinió a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas.

En la Tabla 5.4 se muestran los porcentajes de austenita retenida cuantificados bajo las condiciones de tratamiento subcero de -20 °C y 2 horas de permanencia. El porcentaje de austenita retenida presente en esta probeta es de 9.9%, siendo casi la misma que se obtuvo con 15 minutos de tratamiento subcero.

Tabla 5.4 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a -20 °C durante 2 horas.

Medición	Área fotografía 1	Área fotografía 2
1	158.1	146.4
2	212.7	117.3
3	141.9	145.3
4	203.8	130.3
5	171.9	118.9
6	107.6	166.1
Total	996.0	824.4
Promedio	166.0	137.4
Porcentaje	10.9 %	9 %
Porcentaje promedio	9.9 %	

La dureza obtenida en la probeta tratada a -20 °C y 2 horas de permanencia es de 61.8 HRC.

5.2.4 Tratamiento térmico subcero a -40 °C durante 15 minutos

La Figura 5.10 muestra la curva de enfriamiento obtenida a -40 °C durante 15 minutos de tratamiento subcero. Esta curva también se generó con una probeta a la cual se le aplicó el tratamiento térmico de temple antes del tratamiento criogénico. Para esta temperatura de proceso, el cambio de pendiente provocado por la transformación ya no es tan marcado.

Se observa que se alcanza la temperatura del tratamiento subcero después de 900 segundos iniciando el enfriamiento desde una temperatura de 24 °C. Este tiempo es mayor al tiempo que le tomó alcanzar la temperatura de tratamiento subcero de -20 °C.

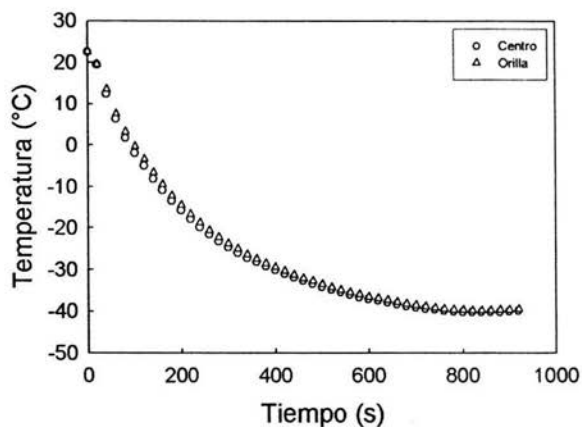


Figura 5.10 Curva de enfriamiento de un acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento térmico subcero a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$.

En la Figura 5.11 se muestra la fotografía de la probeta tratada a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 15 minutos de permanencia donde se observa la fractura producida durante el tratamiento subcero.

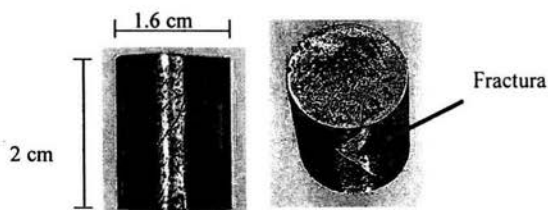


Figura 5.11. Fotografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos.

En la Figura 5.12 se muestra la fotomicrografía de la probeta tratada a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ con un tiempo de permanencia de 15 minutos. En esta figura se puede observar claramente que la cantidad de austenita retenida ha disminuido considerablemente, siendo las zonas claras menos abundantes que en el tratamiento térmico subcero a $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$. Por otro lado, sigue siendo patente la disminución de la fase austenita retenida conforme disminuye la temperatura de tratamiento.

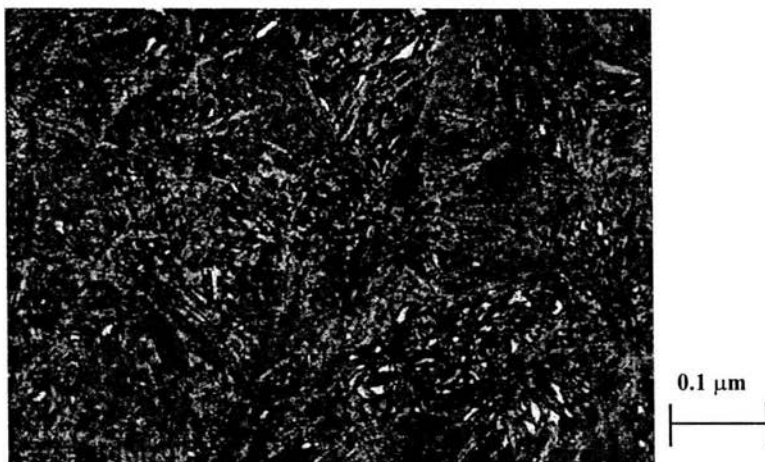


Figura 5.12 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 sometida al tratamiento subcero a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos. Para revelar la microestructura, la probeta se revinió a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas.

En la Tabla 5.5 se presentan los porcentajes de austenita retenida resultado de las mediciones realizadas a la probeta tratada a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 15 minutos de permanencia. En esta tabla se muestra que la austenita retenida se encuentra solo en un 5.1 %, lo que representa una disminución drástica si es comparada con el valor de la probeta de temple. La dureza obtenida para esta probeta es 59.7 HRC, que es mayor a la de temple.

Tabla 5.5 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos.

Medición	Área fotografía 1	Área fotografía 2
1	38.1	53.4
2	44.8	77.6
3	104.2	67.9
4	109.5	87.4
5	105.9	79.2
6	86.8	76.7
Total	489.2	442.2
Promedio	81.5	73.7
Porcentaje	5.3 %	4.8 %
Porcentaje promedio	5.1 %	

5.2.5 Tratamiento térmico subcero a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas

En la Figura 5.13 se muestra la fotomicrografía adquirida de la probeta tratada a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ con un tiempo de permanencia de 2 horas.

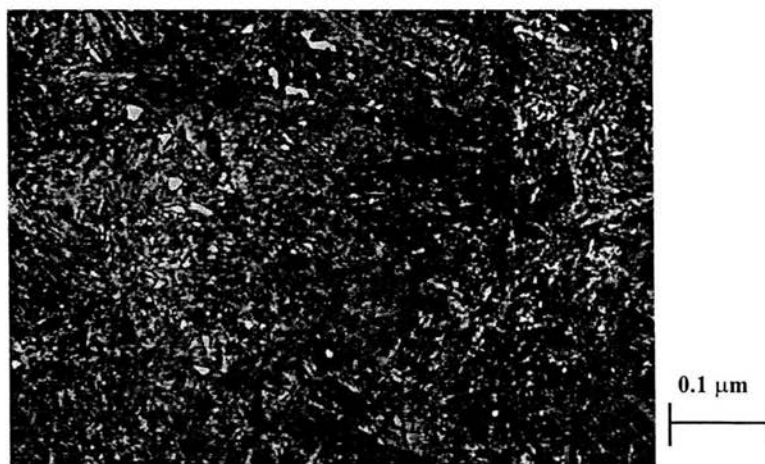


Figura 5.13 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a la temperatura de $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas. Para revelar la microestructura, la probeta se revinió a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas.

Se puede observar una gran similitud con la probeta tratada a la misma temperatura con un tiempo menor de permanencia.

La Tabla 5.6 enlista las mediciones realizadas a la probeta sujeta al tratamiento subcero a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 2 horas de permanencia. Las mediciones de austenita retenida que se muestran en esta tabla no muestran cambios significativos con respecto a la probeta tratada a la misma temperatura pero con menor tiempo de permanencia.

La dureza obtenida para la probeta tratada a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 2 horas de permanencia es de 59.9 HRC, que es ligeramente mayor a la dureza obtenida con el tratamiento térmico subcero a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 15 minutos de permanencia.

Tabla 5.6 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas.

Medición	Área fotografía 1	Área fotografía 2
1	98.2	70.9
2	51.1	67.2
3	42.6	112.9
4	40.9	97.5
5	49.0	107.0
6	67.3	98.6
Total	349	554.1
Promedio	58.2	92.4
Porcentaje	3.8 %	6.0 %
Porcentaje promedio	4.9 %	

5.2.6 Tratamiento térmico subcero a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos

La Figura 5.14 muestra la gráfica de enfriamiento obtenida durante el tratamiento térmico subcero. Esta gráfica se obtuvo con una probeta a la cual no se le aplicó el tratamiento térmico de temple antes del enfriamiento. El tiempo que tarda en alcanzar la temperatura del tratamiento subcero es de aproximadamente 800 segundos.

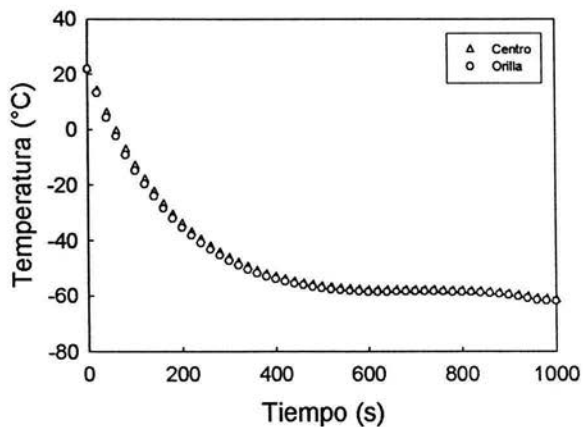


Figura 5.14 Curva de enfriamiento de un acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento térmico subcero a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$.

La Figura 5.15 muestra la fotomicrografía de la probeta tratada a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos. En esta imagen se puede ver que las zonas claras de austenita retenida ya casi han desaparecido.

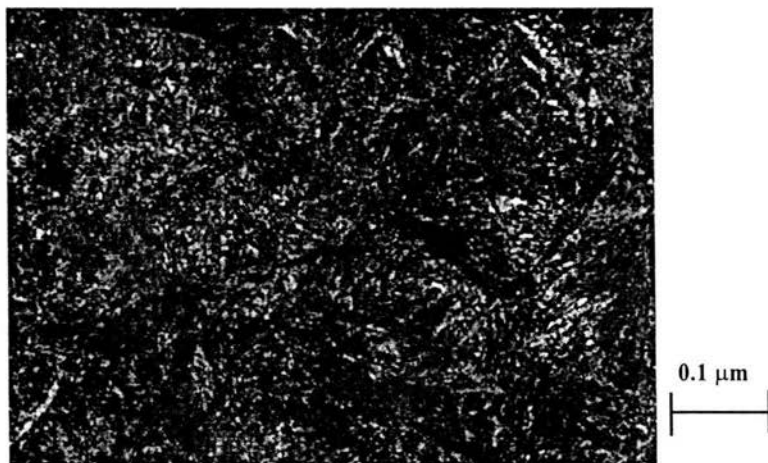


Figura 5.15 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a la temperatura de $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos. Para revelar la microestructura, la probeta se revinió a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas.

La Tabla 5.7 presenta las áreas de austenita retenida medidas en la probeta tratada a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ y 15 minutos de permanencia. El porcentaje medido de austenita retenida es de 3.1 %. Como era de esperarse, el porcentaje de austenita retenida continua disminuyendo conforme la temperatura de tratamiento subcero disminuye.

Tabla 5.7 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a -60 °C durante 15 minutos.

Medición	Área fotografía 1	Área fotografía 2
1	85.5	24.5
2	53.1	1.8
3	33.7	15.4
4	65.7	59.1
5	48.5	75.4
6	46.8	53.4
Total	333.4	229.5
Promedio	55.6	38.3
Porcentaje	3.6 %	2.5 %
Porcentaje promedio	3.1 %	

El valor de dureza de la probeta tratada bajo estas condiciones es de 60 RHC. Este valor de dureza es muy parecido al obtenido con -40 °C de tratamiento subcero.

5.2.7 Tratamiento térmico subcero a -60 °C durante 2 horas

En la Figura 5.16 se muestra la fotomicrografía de la probeta tratada a -60 °C durante 2 horas. La microestructura presente en esta imagen no cambia demasiado comparada con la probeta tratada a la misma temperatura pero con menor tiempo de permanencia. Se puede apreciar una cantidad muy baja de austenita retenida la cual se puede identificar por las zonas claras en la imagen.



Figura 5.16 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a la temperatura de $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas. Para revelar la microestructura, la probeta se revinió a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas.

La Tabla 5.8 presenta los porcentajes de área de austenita retenida medidos en la probeta tratada a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas. El valor de 2.3 % presente en esta probeta es ligeramente menor al de la probeta tratada a la misma temperatura por 15 minutos, esto puede ser debido a que la cuantificación de las fases puede producir errores por la cantidad tan baja de fase austenita presente. La dureza de la probeta es de 60.7 HRC. Comparando con la dureza que presenta la probeta tratada a menor tiempo, ésta presenta una dureza mayor.

Tabla 5.8 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas.

Medición	Área fotografía 1	Área fotografía 2
1	8.9	21.4
2	1.8	25.5
3	15.4	25.1
4	59.1	81.7
5	75.4	17.2
6	53.4	34.8
Total	213.9	205.6
Promedio	35.6	34.3
Porcentaje	2.3 %	2.2 %
Porcentaje promedio	2.3 %	

5.2.8 Tratamiento térmico subcero a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos

En la Figura 5.17 se muestra la gráfica obtenida durante el enfriamiento de las probetas tratadas a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Esta curva se obtuvo con una probeta sin tratamiento térmico de temple. Para esta probeta, el tiempo para alcanzar la temperatura del tratamiento es de 900 segundos iniciando a una temperatura de $25\text{ }^{\circ}\text{C}$.

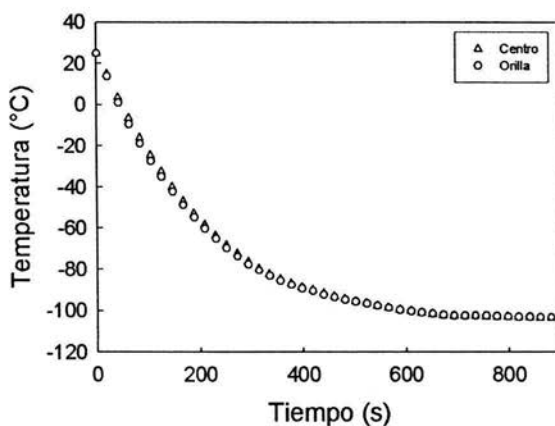


Figura 5.17 Curva de diferencias de temperatura entre la orilla y el centro obtenida durante el tratamiento térmico subcero a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ de un acero para herramientas AISI01.

En la Figura 5.18 se muestra la fotomicrografía de la probeta tratada a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos. En esta imagen se observa claramente que la cantidad de austenita retenida ha desaparecido casi completamente, salvo por algunas zonas claras presentes que, además, podrían ser carburos.

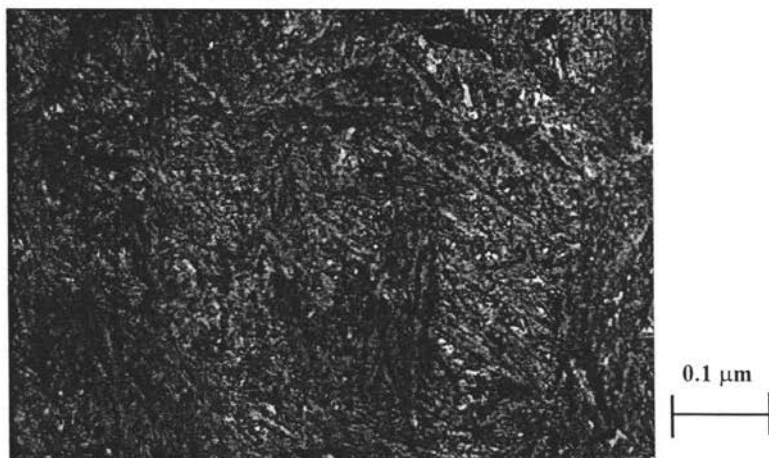


Figura 5.18 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a la temperatura de $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos. Para revelar la microestructura, la probeta se revinió a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 2 horas.

La Tabla 5.9 muestra los valores de áreas medidas de la probeta tratada a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ con 15 minutos de permanencia. La medición resultó en 1.3 % de austenita retenida, lo que quiere decir que la mayor parte de la austenita retenida a transformado a martensita. La dureza obtenida a está temperatura de tratamiento es de 61.7 HRC.

Tabla 5.9 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 15 minutos.

Medición	Área fotografía 1	Área fotografía 2
1	16.3	12.7
2	17.8	4.4
3	21.4	15.8
4	54.9	27.6
5	36.4	20.3
6	3.1	15.2
Total	149.9	96.0
Promedio	25	16.0
Porcentaje	1.6 %	1.0 %
Porcentaje promedio	1.3 %	

5.2.9 Tratamiento térmico subcero a -100 °C durante 2 horas

La Figura 5.19 muestra la fotomicrografía de la probeta tratada a -100 °C durante 2 horas. Esta imagen se asemeja a la Figura 5.21, donde la cantidad de austenita retenida es muy reducida.

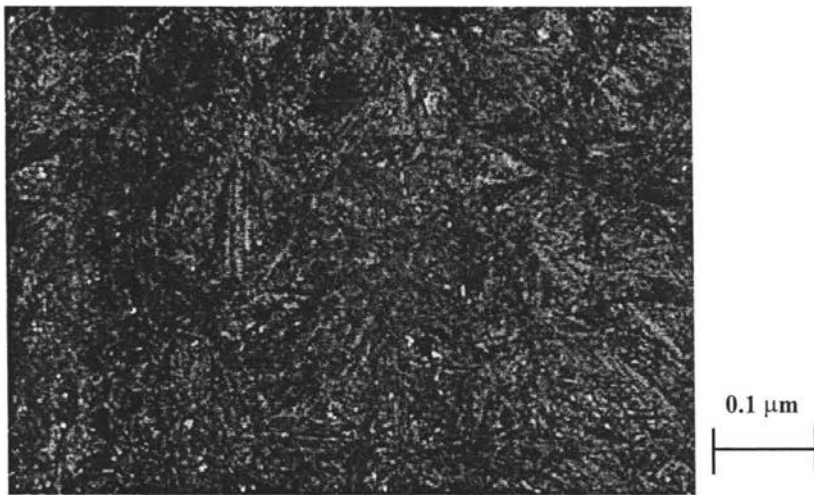


Figura 5.19 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y sometida al tratamiento subcero a la temperatura de -100 °C durante 2 horas. Para revelar la microestructura, la probeta se revinió a 200 °C durante 2 horas.

La Tabla 5.10 muestra las áreas de austenita retenida de la probeta tratada a -100 °C y 2 horas. El porcentaje de austenita retenida es ligeramente mayor al de la probeta tratada a -100 °C y 15 minutos.

Tabla 5.10 Áreas de austenita retenida resultantes de la probeta templada y sometida al tratamiento subcero a la temperatura de -100 °C durante 2 horas.

Medición	Área fotografía 1	Área fotografía 2
1	17.3	41.5
2	22.2	61.9
3	34.7	52.2
4	84.4	13.2
5	29.0	23.4
6	39.1	0.2
Total	226.8	192.4
Promedio	37.8	32.1
Porcentaje	2.5 %	2.1 %
Porcentaje promedio	2.3 %	

La dureza obtenida bajo éstas condiciones de tratamiento es de 62.8 HRC. El valor de dureza obtenido para el tratamiento térmico a -100 °C y 2 horas de permanencia es el mayor de todos los obtenidos con tratamientos subcero.

5.3 Tratamiento térmico criogénico

5.3.1 Tratamiento térmico criogénico durante 15 minutos

La Figura 5.20 muestra la imagen de la probeta tratada criogénicamente a la temperatura del nitrógeno líquido durante 15 minutos. En la fotomicrografía se puede ver una gran diferencia con respecto a la probeta de temple, ya que casi no existe austenita retenida. No se realizaron mediciones de área de austenita retenida pero, sobre la base de los resultados obtenidos con los tratamientos subcero puede afirmarse que existe menos del 2 % de austenita retenida.



Figura 5.20 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y tratada criogénicamente durante 15 minutos. Para revelar la microestructura, la probeta se revinió a 200 °C durante 2 horas.

5.3.2 Tratamiento térmico criogénico durante 1 día

La Figura 5.21 muestra la fotomicrografía de la probeta tratada criogénicamente durante 1 día. Se puede apreciar una matriz similar a la de la probeta tratada durante 15 minutos.

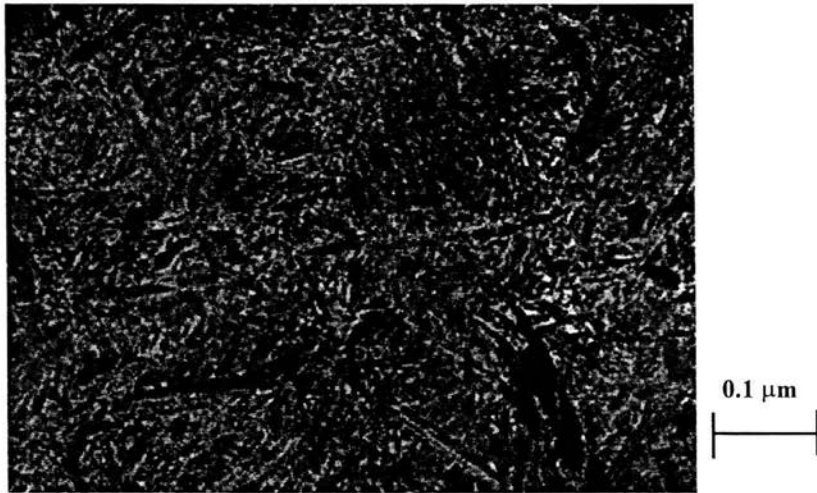


Figura 5.21 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y tratada criogénicamente a la temperatura del nitrógeno líquido durante 1 día. Para revelar la microestructura, la probeta se revinió a 200 °C durante 2 horas.

5.3.3 Tratamiento térmico criogénico durante 3 días

La Figura 5.22 muestra la fotomicrografía de la probeta tratada criogénicamente durante 3 días. Nuevamente, la probeta obtenida presenta una microestructura similar a las anteriores.

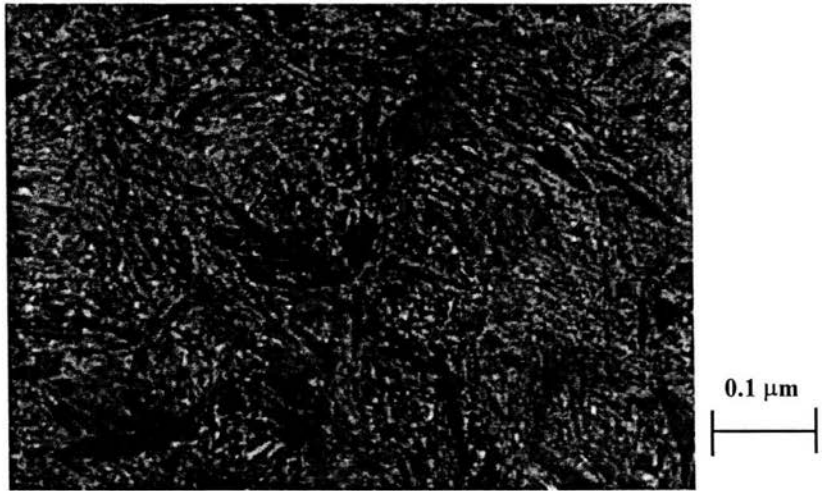


Figura 5.22 Fotomicrografía de la probeta de acero para herramientas AISI O1 templada y tratada criogénicamente a la temperatura del nitrógeno líquido durante 3 días. Para revelar la microestructura, la probeta se revinió a 200 °C durante 2 horas.

La Figura 5.23 muestra la curva de enfriamiento que se obtuvo durante el tratamiento criogénico de las piezas. En la gráfica se puede observar que a 32 segundos después de iniciar el enfriamiento se presenta un primer cambio de pendiente el cual continúa hasta aproximadamente 60 segundos, donde se ve un cambio de pendiente altamente marcado; posteriormente a 130 segundos se observa un tercer cambio de pendiente. Finalmente el enfriamiento continúa hasta alcanzar la temperatura del nitrógeno líquido.

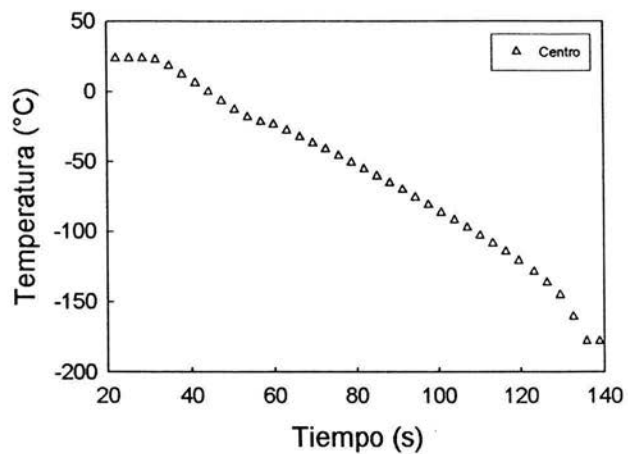


Figura 5.23 Curva de enfriamiento registrada durante el tratamiento térmico criogénico a la temperatura del nitrógeno líquido de un acero para herramientas AISI O1.

6. ANÁLISIS DE RESULTADOS

En este capítulo se analizarán los resultados obtenidos durante el desarrollo experimental de la tesis comparando los porcentajes de austenita retenida y las durezas obtenidas para cada tratamiento de baja temperatura. Por otro lado, se analizará el comportamiento térmico de las probetas. Además, se dará una explicación del agrietamiento de las probetas a las cuales se les aplicó el tratamiento subcero.

6.1 Transformación de austenita retenida a martensita

El tratamiento térmico de temple de las probetas se realizó a una temperatura de 950 °C, con un tiempo de permanencia de 1 hora. Con esta temperatura de austenizado se obtuvo un porcentaje de austenita retenida para la probeta templada. Éste porcentaje de austenita retenida es el que se utilizó como referencia para analizar la tendencia de los cambios producidos durante los tratamientos subceros y criogénicos. La curva de enfriamiento durante el temple en aceite medida experimentalmente se grafica sobre un diagrama TTT reportado en la literatura⁽¹⁸⁾ en la Figura 6.1.

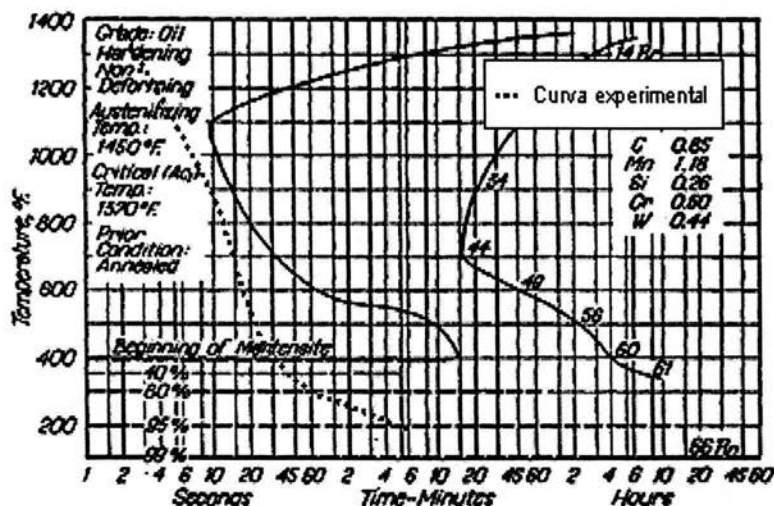


Figura 6.1 Diagrama TTT para el acero O1 comparado con la curva de enfriamiento producida durante el tratamiento térmico de temple⁽¹⁸⁾.

Se observa que el temple solo debería producir martensita. Cabe señalar que este diagrama muestra un porcentaje de martensita alto a temperaturas cercanas a la temperatura ambiente, debido a que el austenizado se realizó a 795 °C. En este trabajo la temperatura de austenizado en los tratamientos térmicos de temple fue mucho mayor que 795 °C, lo que provocó una mayor cantidad de austenita retenida final.

Revisando el diagrama anterior y realizando el cálculo de la temperatura de inicio de la transformación martensítica (reportada en el capítulo Antecedentes), puede verse que existe una diferencia de aproximadamente 50 °C (la temperatura de inicio de la transformación de la martensita es de 204 °C en el diagrama mientras que la calculada es de 156 °C), lo que hace pensar que el diagrama posiblemente tenga errores o que las condiciones en las cuales se construyó presentan resultados distintos. Además, comparando la cantidad de austenita retenida medida experimentalmente con los valores reportados en la Figura 2.11, existe una buena concordancia ya que, para la cantidad de carbono del acero AISI O1, la cantidad de austenita retenida formada debería ser aproximadamente 13%. En esa misma figura se aprecia que la temperatura M_f debería ser menor a 0 °C.

Las mediciones de porcentaje de austenita retenida de las probetas a las cuales se les aplicó el tratamiento subcero a -10, -20, -40, -60 y -100 °C muestran una clara tendencia en la disminución de austenita retenida conforme disminuye la temperatura de tratamiento. Esto concuerda con la hipótesis de que a menores temperaturas la reacción de austenita retenida forma martensita como está plasmado en la ecuación de Koistinen-Marburger⁽¹⁹⁾.

Por otro lado, entre las probetas tratadas durante 15 minutos y 2 horas no se presentan cambios significativos, como se muestra en la Figura 6.2. Por lo que realizar el tratamiento térmico subcero a una temperatura dada durante largos periodos de tiempo no influye sustancialmente en la cantidad de austenita retenida final. Al menos con el acero estudiado y al nivel de estudio realizado los cambios en porcentaje de austenita retenida son mínimos. Esto contrasta con observaciones reportadas en la literatura, que indican la necesidad de tiempos de tratamiento muy largos⁽¹¹⁾.

Solo a las temperaturas de -60 y -100 °C se presentan diferencias entre los porcentajes de austenita retenida con respecto al tiempo de permanencia. Esto puede deberse a que la cantidad de austenita retenida en las probetas es muy reducida, siendo las diferencias observadas posiblemente el resultado de la medición de los precipitados presentes en el acero lo que ocasiona las variaciones en los porcentajes. Por otro lado, las cantidades de austenita retenida obtenidas en éstas probetas es tan baja que puede despreciarse. Dado que todos los tratamientos térmicos subcero se realizaron bajo las mismas condiciones de temple, la cantidad de precipitados cuantificados en todas las mediciones es el mismo, por lo que el error producido es similar en todas las mediciones (de $\pm 1.1\%$).

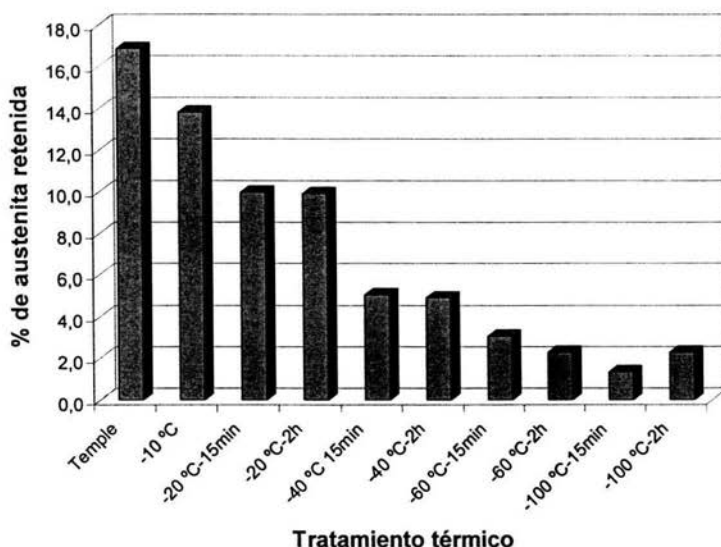


Figura 6.2 Porcentajes de austenita retenida obtenidos durante la aplicación de los tratamientos de temple + subcero a un acero para herramientas AISI O1 a diferentes temperaturas de tratamiento subcero.

Las fotomicrografías de las probetas tratadas criogénicamente presentaron muy poca austenita retenida, por lo que no se realizaron mediciones y solo se registraron las fotomicrografías de las probetas tratadas durante 15 minutos, 1 día y 3, días descartando las restantes ya que el resultado es el mismo.

Las diferencias entre cada una de las probetas tratadas criogénicamente son mínimas. Esto se debe a que la temperatura del tratamiento criogénico es muy baja (temperatura del nitrógeno líquido) lo que produce que toda la austenita retenida transforme por lo que, al nivel de observación al cual se realizó este trabajo, no se registraron cambios en la microestructura con respecto al tiempo de permanencia.

6.2 Curvas de enfriamiento

En la Figura 5.1 se presentó la curva de enfriamiento registrada durante el tratamiento térmico de temple. Esta curva no presenta una etapa significativa de ebullición con película de vapor, por lo que puede considerarse que la mayor parte del enfriamiento a alta temperatura ocurrió mediante el mecanismo de ebullición de transición.

Para los todos los tratamientos subcero se registraron las curvas de enfriamiento. La Figura 5.3 corresponde a la gráfica del tratamiento realizado a $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$; en está gráfica se puede observar un cambio de pendiente alrededor de $8\text{ }^{\circ}\text{C}$. El mismo fenómeno se observa para las probetas tratadas a -20 , $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$, siendo esté cambio a $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ respectivamente. El cambio en la pendiente de las curvas pudiera indicar una transformación de fase que esté generando energía. En ese caso, estos cambios de pendiente se asociarían con el reinicio de la transformación martensítica.

La temperatura a la cual se presenta el cambio de pendiente en cada tratamiento es muy cercana. Esta pequeña diferencia se debe a que las velocidades de enfriamiento para cada tratamiento son distintas, aumentando la velocidad de enfriamiento conforme disminuye la temperatura del tratamiento térmico subcero, Figura 6.3. Las máximas rapideces de enfriamiento alcanzadas en cada experimento fueron: -0.17 , -0.21 , 0.302 , 0.403 y $0.546\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ y ocurrieron a temperaturas de -10 , -20 , -40 , -60 y $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$, respectivamente. Debido al incremento en la velocidad de enfriamiento producida durante el enfriamiento, a temperaturas altas de tratamiento subcero, la austenita retenida tiende a reaccionar antes.

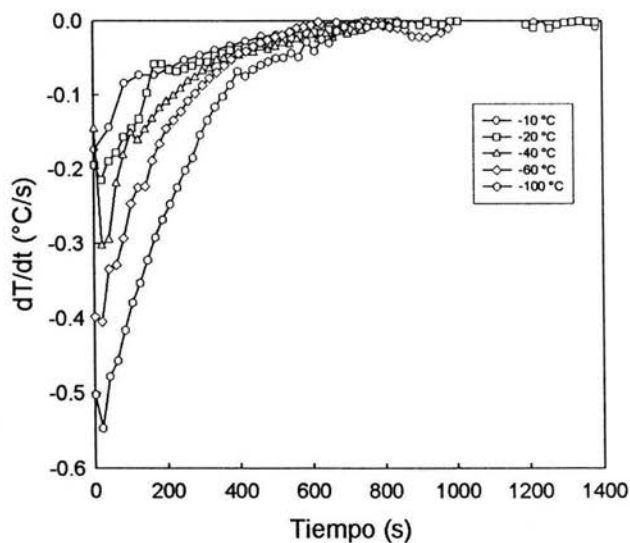


Figura 6.3 Rapidez de enfriamiento como función del tiempo de proceso, en el centro de la probeta, producidas durante el enfriamiento de las probetas de acero para herramientas AISI O1 a las cuales se les aplicó tratamiento subcero a las temperaturas indicadas.

Para los tratamientos térmicos subcero a $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ se utilizaron probetas sin tratamiento térmico de temple debido a que, para éstas temperaturas de proceso, se puede adelantar que los cambios de pendiente producidos durante la posible transformación son imperceptibles y no sería posible identificarlo. Esto se basa en los resultados obtenidos en la probeta tratada a $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$, donde el cambio de pendiente es muy tenue.

El objetivo de utilizar probetas instrumentadas con dos termopares en todos los tratamientos subceros fue el obtener los perfiles de temperatura presentes en la subsuperficie y el centro de la probeta producidos durante el enfriamiento. Estos perfiles de temperatura se muestran en la Figura 6.4.

En la Figura 6.4 se puede ver que conforme aumenta la temperatura de cada tratamiento, la diferencia aumenta, llegando casi a $3\text{ }^{\circ}\text{C}$ para la probeta tratada a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$

mientras que es de solo 0.7 °C para la probeta tratada a -10 °C. Las diferencias de temperatura entre la superficie y el centro de las probetas solo se presentan al inicio del tratamiento, disminuyendo conforme avanza el tiempo de tratamiento y tendiendo a ser cero a tiempos largos (cuando toda la probeta se ha equilibrado térmicamente).

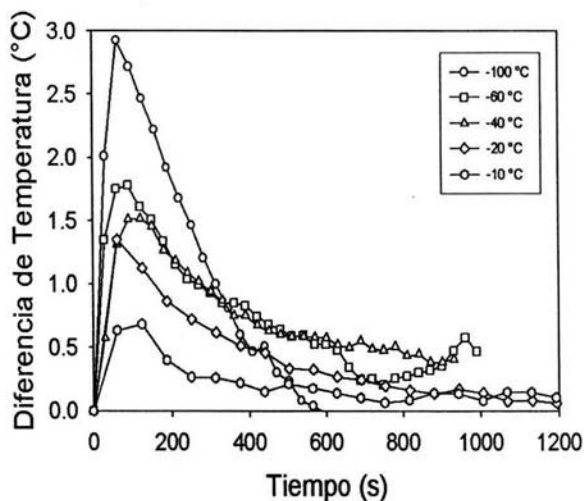


Figura 6.4 Diferencias de temperaturas entre la subsuperficie de las probetas y el centro generadas durante los tratamientos subcero de un acero de herramientas AISI O1.

Con estos resultados se puede explicar el fenómeno de las probetas agrietadas a la temperatura de -20 y -40 °C durante el tratamiento subcero. Durante el enfriamiento existe un cambio de volumen provocado en las probetas (contracción) pero adicionalmente se presenta otro cambio de volumen provocado por la transformación de austenita retenida a martensita (expansión). A altas temperaturas de tratamiento subcero el cambio de volumen por la transformación se combina con el cambio de volumen producido por el enfriamiento, provocando tensiones en la pieza que se manifiestan en la formación de grietas superficiales.

Un fenómeno similar de fractura se presenta durante la solidificación de algunos materiales cerámicos, como el cerámico de alúmina-sirconia-silica, en donde se presenta la formación de fracturas debido a la formación de esfuerzos localizados durante el

enfriamiento en el molde y durante la transformación de fase debida al enfriamiento, como se ha reportado en la literatura ^(20,21).

Por otro lado, la Figura 6.5 presenta la curva de enfriamiento registrada durante el tratamiento térmico criogénico en el baño de nitrógeno líquido. A pesar de que el enfriamiento se realizó en un medio vaporizable, esta curva, a primera vista, parece muy diferente respecto a la curva de enfriamiento que se obtendría durante un temple en aceite o agua. **Nota:** El sistema de adquisición de datos ya no registra temperatura correctamente por debajo de los -170 °C.

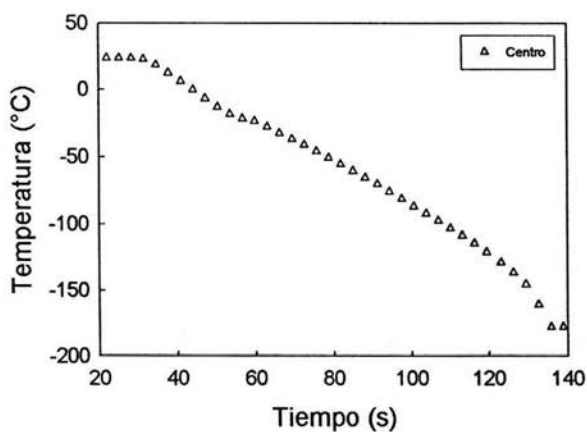


Figura 6.5 Curva de enfriamiento registrada durante el tratamiento térmico criogénico a la temperatura del nitrógeno líquido de un acero para herramientas AISI O1.

Una posible explicación del comportamiento observado es que la etapa de ebullición de película (descrita en el capítulo Antecedentes) sea muy prolongada. La capa de vapor inicia cuando se sumerge la probeta en el nitrógeno líquido y subsiste hasta alrededor de -130 °C donde se rompe y empieza la etapa de ebullición de transición que dura algunos segundos antes de que la probeta alcance la temperatura del nitrógeno líquido.

Lo anterior se pudo verificar realizando nuevamente el enfriamiento de una probeta en un recipiente transparente donde se colocó el nitrógeno líquido y se filmó el

enfriamiento. De la filmación se seleccionaron tres imágenes representativas de las etapas del enfriamiento (ver Figura 6.6); estas imágenes muestran claramente las tres etapas del enfriamiento, iniciando con la etapa de evaporación del nitrógeno líquido en la superficie(A) pasando a la etapa de ebullición la cual dura sólo algunos segundos(B) y finalmente la etapa de transferencia de calor por convección(C).

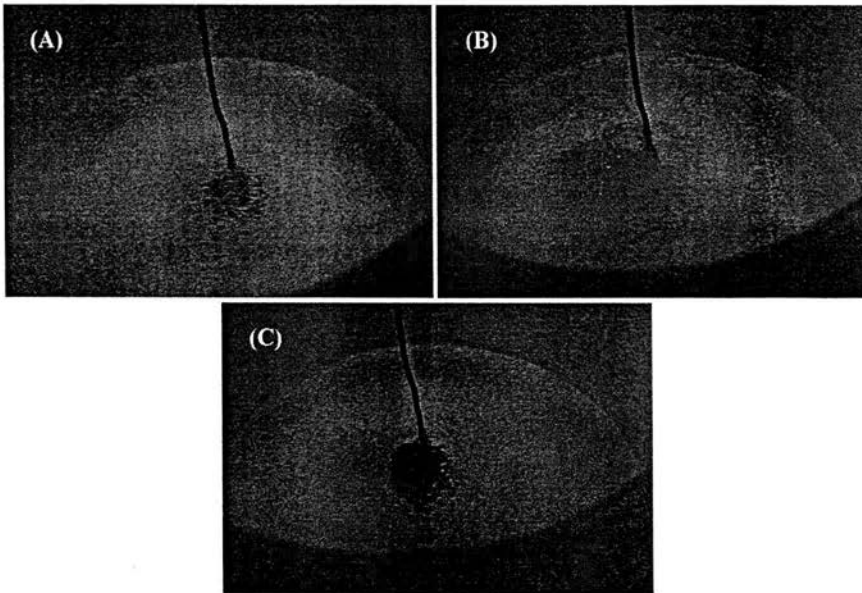


Figura 6.6 Imágenes obtenidas durante el enfriamiento de la probeta tratada criogénicamente a la temperatura del nitrógeno líquido.

Al realizar una comparación entre las curvas de enfriamiento del tratamiento subcero a $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ y del tratamiento criogénico (Figura 6.7) se observa que, a pesar que de que existe la formación de una capa de vapor durante el enfriamiento con nitrógeno líquido, la temperatura de tratamiento se alcanza en menor tiempo para el tratamiento criogénico.

Cabe mencionar que las piezas templadas tienen una distribución de esfuerzos residuales, que debería tomarse en cuenta en un análisis más detallado de la evolución de esfuerzos internos durante los tratamientos subcero y criogénico.

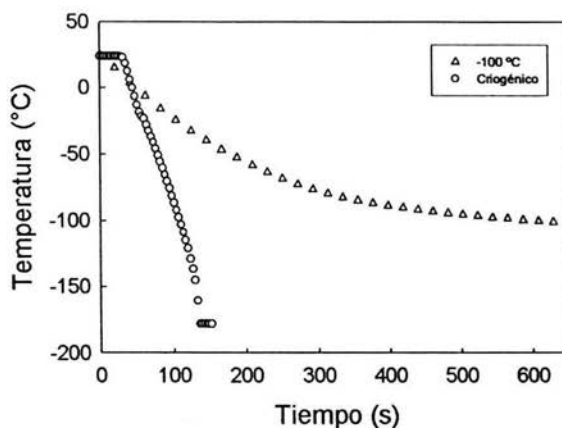


Figura 6.7 Curvas de enfriamiento registradas durante los tratamientos subcero a -100 °C y criogénico a la temperatura del nitrógeno líquido de un acero para herramientas AISI O1.

6.3 Dureza

La dureza de las probetas sometidas al tratamiento subcero se incrementó ligeramente respecto a la dureza después del temple (ver Tabla 6.1): la dureza de la probeta a la que se le aplicó el tratamiento térmico de temple y revenido es de 59.3 HRC y la de la probeta tratada a -100 °C es de 62.8 HRC, solo 3.5 HRC mayor con un margen de error de $\pm 0.8\%$. El incremento en el valor de dureza es producto de la transformación de austenita retenida a martensita.

La única tendencia encontrada se muestra en las probetas tratadas con tiempos mayores de permanencia, donde se presenta un ligero aumento con respecto a las probetas tratadas por 15 minutos, aunque el aumento es mínimo. La probeta que presenta una dureza mayor es la probeta tratada a -100 °C, esto es razonable ya que a esta temperatura, todo la austenita retenida a transformado.

Tabla 6.1 Durezas HRC resultantes de las mediciones realizadas a las probetas tratadas en la experimentación.

Temperatura de tratamiento (°C)	Dureza HRC (15 min. de permanencia)	Dureza HRC (2 horas de permanencia)
Temple a 950 °C	59.3	
-10	60.2	---
-20	61.7	61.8
-40	59.7	60
-60	60	60.7
-100	61.7	62.8

La dureza obtenida en la probeta templada y revenida puede compararse con la dureza reportada en la Figura 2.5. La dureza de la probeta es ligeramente menor a la que presenta la gráfica (61 HRC) debido a que existe una mayor cantidad de austenita retenida, producto de la temperatura de austenizado. Además, las mediciones reportadas en la Figura 2.5 se realizaron después de 2 horas de revenido.

6.4 Extracción de calor

Adicionalmente se realizaron cálculos de extracción de calor utilizando el método de solución del problema inverso de conducción de calor. Los cálculos se presentan en la Figura 6.8.

Las gráficas calculadas presentan la forma típica de un enfriamiento con gases. Los máximo flujos de calor que se presentan para cada tratamiento son: -2,700, -3,600, -4,550, -8,000 y -9,000 W/m² para las temperaturas de -10, -20, -40, -60 y -100 °C respectivamente; además los máximos flujos de calor se presentan a menores temperaturas de superficie con respecto a los de tratamientos subcero. Este incremento en el flujo de calor es debido a que existe un gradiente mayor de temperatura conforme disminuye la temperatura de tratamiento subcero, que es la fuerza motriz del enfriamiento.

Para los tratamientos térmicos a los que se les aplicó un tratamiento térmico de temple antes del subcero, se puede observar un decremento en la extracción de calor alrededor de 8, -1 y -2 °C para los tratamientos subcero realizados a -10, -20 y -40 °C respectivamente. Este decremento en la cantidad de calor extraído es debido a la posible transformación de la austenita retenida a martensita lo que produce un incremento en la temperatura (la reacción es exotérmica). Los tratamientos realizados a -60 y -100 °C presentan un decremento alrededor de -2 y -2.5 °C, respectivamente, que al parecer son producto de variaciones en las mediciones realizadas durante la experimentación, ya que se distinguen puntos que no siguen una tendencia clara en el decremento del flujo de calor.

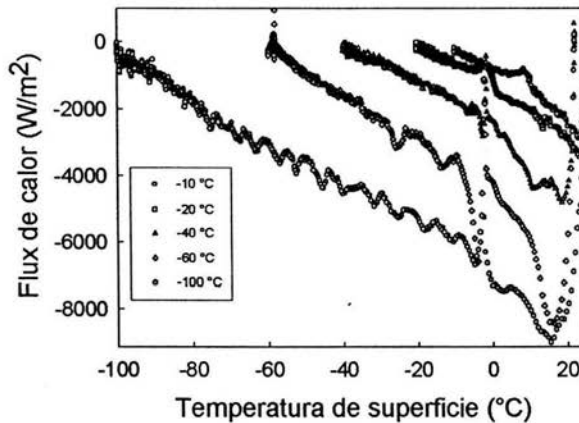


Figura 6.8 Curvas de flux de calor calculadas utilizando el método de solución del problema inverso para los tratamientos subcero a -10, -20, -40, -60 y -100 °C.

A partir del flux de calor se calculó el coeficiente de transferencia de calor utilizando la siguiente relación:

$$h = \frac{q_o}{T_o - T_f}$$

Donde q_o es el flux de calor y T_o es la temperatura evaluada en la superficie del cilindro y T_f es la temperatura del medio de enfriamiento⁽²²⁾.

Con estos valores se calculó el coeficiente promedio de transferencia de calor para las diferentes temperaturas de tratamiento subcero, utilizando el teorema del valor medio:

$$\bar{h} = \frac{\int h(T_s) dT_s}{\int dT_s}$$

Los valores promedio se presentan en la Figura 6.9. Se observa que el valor del coeficiente de transferencia de calor promedio se encuentra entre los valores de 70 a 80 $W/m^2 \text{ } ^\circ C$.

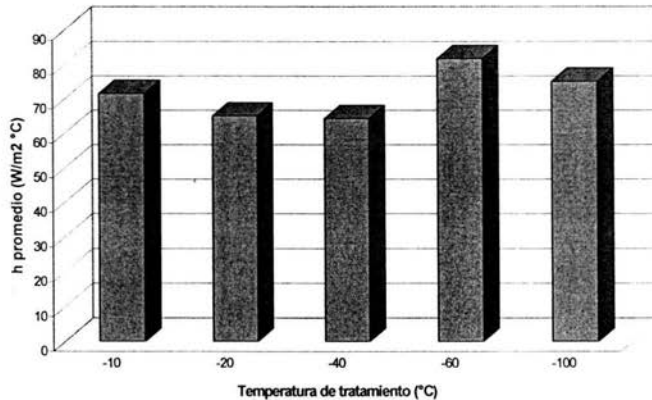


Figura 6.9 Coeficientes de transferencia de calor promedio calculados a partir de los flux de calor de los tratamientos térmicos subcero aplicados a un acero para herramientas AISI O1.

Estos valores son congruentes y las diferencias en los valores de los coeficientes promedio de calor para la temperatura de $-40 \text{ } ^\circ C$ son debidas a que existen variaciones significativas en los fluxes de calor calculados para temperaturas de tratamiento subcero.

Los cálculos de flux de calor y de coeficientes de transferencia promedio pueden validarse realizando el cálculo de la temperatura en función del tiempo utilizando un coeficiente de transferencia promedio y considerando un enfriamiento newtoniano⁽²²⁾:

$$-V\rho Cp \frac{dT}{dt} = hA(T - T_f)$$

que al integrar resulta en:

$$\frac{T - T_f}{T_i - T_f} = \exp\left(\frac{-hAt}{\rho CpV}\right)$$

La curva de enfriamiento calculada para -60 °C se compara con la información experimental en la Figura 6.10.

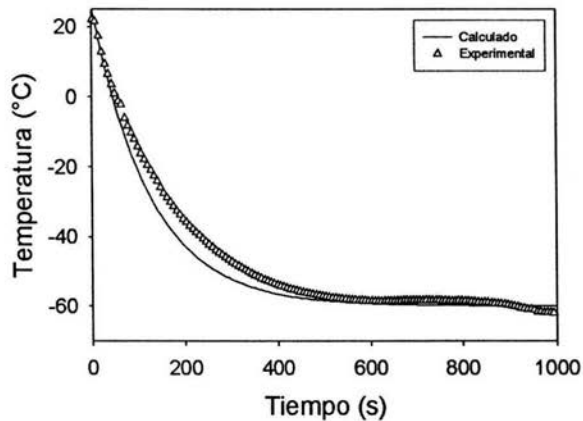


Figura 6.10 Curvas de enfriamiento calculada (líneas) y experimental (símbolos) para un tratamiento subcero a -60 °C de un acero para herramientas AISI O1.

La máxima diferencia entre la temperatura calculada y la temperatura experimental se presenta a 200 segundos, siendo el valor de la temperatura de -35 °C para la experimental y de -44 °C para la calculada.

Además, se preparó una gráfica donde se comparan la curva de enfriamiento en la superficie calculada durante la solución del problema inverso de conducción de calor con la curva experimental en la posición cercana a la superficie de la pieza (Figura 6.11). La máxima diferencia entre ambas curvas es de 0.5 °C.

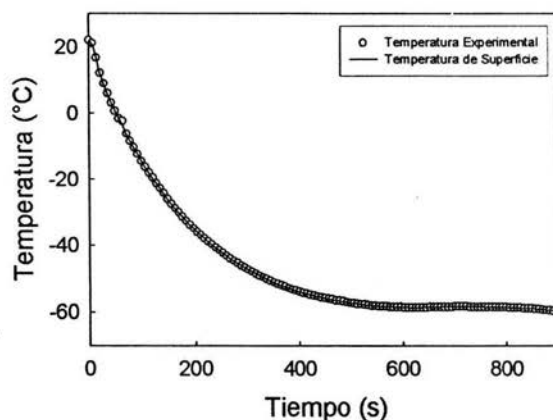


Figura 6.11 Curvas de enfriamiento calculadas con el IHCP (en la superficie) y experimental (en la subsuperficie) para el tratamiento subcero a -60 °C de un acero para herramientas AISI O1.

En ambas gráficas se observa una buena correspondencia entre los datos experimentales y los calculados, con lo que se asegura que los cálculos de flux de calor y de coeficientes de transferencia de calor se realizaron adecuadamente.

7. CONCLUSIONES

Los resultados obtenidos durante la aplicación del tratamiento subcero a diferentes temperaturas o criogénico del acero para herramientas AISI O1 muestran lo siguiente:

- ✓ La cantidad de austenita retenida después de un tratamiento subcero o criogénico se encuentra en función de la temperatura, siendo menor la cantidad presente conforme disminuye la temperatura.
- ✓ La cantidad de austenita retenida presente al final de un tratamiento subcero o criogénico no depende del tiempo de permanencia.
- ✓ Las fracturas generadas en las probetas a las que se les aplicó un tratamiento subcero pueden ser provocadas debido a los cambios de volumen generados en las probetas (contracción) durante el enfriamiento y a los cambios de volumen provocados por la transformación de austenita retenida a martensita (expansión) lo que provocó tensiones en la pieza.
- ✓ La dureza obtenida con los distintos experimentos varía muy poco, por lo que no son muy útiles para caracterizar estos tratamientos.
- ✓ El coeficiente de transferencia de calor promedio para los enfriamientos subcero es de 70 a 80 W/m² °C.
- ✓ Los resultados obtenidos con un tratamiento subcero a -100 °C o con un tratamiento criogénico son similares, por lo que la aplicación de un tratamiento subcero a bajas temperaturas es suficiente para obtener un porcentaje de austenita retenida bajo.
- ✓ La aplicación de un tratamiento subcero o criogénico permite generar una estructura con una cantidad menor de austenita retenida, evitando así, futuras transformaciones en uso o almacenaje de las piezas.

Las recomendaciones para profundizar en el conocimiento de esta área son:

- ✓ Realizar un estudio a nivel submicroscópico para poder entender los efectos y mecanismos presentes durante los tratamientos subcero o criogénico en la matriz metálica.

- ✓ Desarrollar pruebas experimentales con el fin de encontrar y demostrar su aplicación directa y sus beneficios económicos en la industria nacional.

8. BIBLIOGRAFÍA

1. K.-E. Thelning, **Steel and its heat treatment**, 2a. ed., Butterworths, England, 1984.
2. J. D. Verhoeven, **Fundamentos de metalurgia física**, Editorial LIMUSA, México, 1982.
3. G. P. Shewmon, **Transformations in metals**, J. Williams Book Company, E.U.A., 1983.
4. **The making, shaping and treatment of steel**, Edited by W. T. Lankford, N. L. Samways, R. F. Craven, H. E. McGannon, 10a. Ed., United States Steel, E.U.A., 1985
5. R. E. Reed-Hill, **Principios de metalurgia física**, Cia. Editorial Continental, S.A., 1985.
6. **ASM Handbook**, Vol. 3, Properties and selection: stainless steels, tool materials and special purpose metals, ASM International, U.S.A. 1992.
7. J. Bodin y S. Segerberg. "Measurement and Evaluation of the Quenching Media for Hardening". En **"Quenching and Carburising": Proc. of the Third Int. Symp. of the International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering**. The Institute of Metals, 1993, pp. 33-54.
8. C.E. Bates, G. Totten y K.B. Orzak. "Quench Severity Effects on the Properties of Selected Steel Alloys". En **"Quenching and Carburising": Proc. of the Third Int. Symp. of the International Federation for Heat Treatment and Surface Engineering**. The Institute of Metals, 1993, pp. 55-70.
9. J.Y. Huang, Y. T. Zhu, X. Z. Liao, I. J. Beyerlein, M. A. Bourke, T. E. Mitchell, "Microstructure of cryogenic treated M2 tool steel", *Materials science & engineering*, 2003 A339, p.p. 241-244.

10. R. G. Bowes, "The theory and practice of sub-zero treatment of metals", *Heat treatment of metals*, 1974.1, p.p. 29-32
11. D. N. Collins, J. Dormer, "Deep cryogenic treatment of a D2 cold-work tool steel", *Heat treatment of metals*, 1997.3, p.p. 71-74.
12. A. Molinari, M. Pellizzari, S. Gialanella, G. Straffellini, K. H. Stiasny, "Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steels", *J. of materials processing technology*, 2001-118, p.p. 350-355.
13. Lázaro A. López Ramírez, **Evolución de un tratamiento subcero industrial para aceros de herramientas**, Tesis, UNAM, 2000.
14. D. Yun, L. Xiaoping y X. Hongshen, "Deep cryogenic treatment of high-speed steel and its mechanism", *Heat treatment of metals*, 1998.3, p.p. 55-59.
15. D. Mohan Lal, S. Renganarayanan, A. Kalanidhi, "Cryogenic treatment to augment wear resistente of tool and die steels", *Cryogenics*, 2001-41, p.p. 149-155.
16. <http://www.uddeholm.com/>
17. J.V. Beck, B. Blackwell and C.R. St. Clair Jr. **Inverse Heat Conduction: Ill-Posed Problems**. Wiley-Interscience, New York, 1985.
18. P. Payson, J. L. Clein, *Trans. ASM*, 31 (1943) 218-256.
19. D.P. Koistinen y R.E. Marburger. "A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure carbon-iron alloys and plain carbon steels" *Acta Metallurgica*, 1959-7, p.p. 59-60.
20. S. L., Cockcroft, J. K. Brimacombe, D. G. Walrod y T. A. Myles, "Thermal stress analysis of fused-cast AZS refractories during production: Part I, industry study", *J. Am. Ceram. Soc.*, 1994, 77(6), p.p. 1505-1511.

21. S. L., Cockcroft, J. K. Brimacombe, D. G. Walrod y T. A. Myles, "Thermal stress analysis of fused-cast AZS refractories during production: Part II, Development of thermo-elastic stress model", *J.Am. Ceram. Soc.*, 1994, 77(6), p.p. 1512-1521.
22. D.R. Poirier and G.H. Geiger. **Transport Phenomena in Materials Processing**. The Minerals, Metals & Materials Society, Warrendale, PA, USA, 1994.
23. D. N. Collins, "Cryogenic treatment of tool steels", *Advanced materials & processes*, 1998, Vol. 12, p.p. 23-29.
24. Y. Kohno, H. Konishi, K. Shibata, K. Watanabe, S. Awaji, "Effect of reheating after solution treatment and magnetic fields on α' martensite formation in SUS304L steel during isothermal holding at cryogenic temperature", *Materials science & engineering*, 1999, A273-275, p.p. 333-336.
25. L. E. Samuels, **Optical microscopy of carbon steel**, American Society for Metals, E.U.A. 1980
26. **ASM Handbook**, Vol. 4, Heat treating, ASM International, U.S.A. 1997.
27. **ASM Handbook**, Vol. 9, Metallography and microstructure, ASM International, U.S.A. 1992.