



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

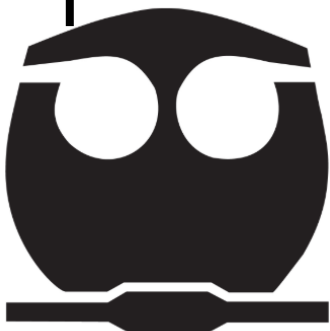
Obtención de los parámetros M_s (inicio de la transformación martensítica), tiempos de inicio y final de la transformación bainítica inferior para un diagrama TTT de un acero de medio carbono (4140) a través de un análisis térmico

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGINIERO QUÍMICO METALÚRGICO

PRESENTA:

CESAR DANIEL BAUTISTA ZEQUERA





Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

JURADO ASIGNADO:

PRESIDENTE: EUSEBIO CÁNDIDO ATLATENCO TLAPANCO

VOCAL: SERGIO GARCIA GALAN

SECRETARIO: BALBINA OJEDA RAMIREZ

1er. SUPLENTE: MANUEL MARIANO HERRERO TERAN

2° SUPLENTE: CLARA SARAID FLORES ROSAS

SITIO DONDE SE DESARROLLO EL TEMA: DEPARTAMENTO DE INGENIERIA QUÍMICA MATALÚRGICA, EDIFICIO D, FACULTAD DE QUÍMICA, UNAM

ASESOR DEL TEMA:

M. en M. Eusebio Cándido Atlatenco Tlapanco

SUSTENTANTE:

Bautista Zequera Cesar Daniel

Índice

Introducción.....	1
Hipótesis	3
Objetivo general.....	3
Objetivos particulares.....	3
Capítulo I ANTECEDENTES.....	4
1.1 Diagramas TTT para aceros hipoeutectoide, eutectoide e hipereutectoide	5
1.2 Interpretación y manejo de los diagramas TTT	9
1.3 Definición de las temperaturas en el diagrama TTT	11
1.4 Representaciones para calcular o determinar M_s	12
1.5 Usos y aplicaciones de los diagramas TTT.....	14
1.6 Transformaciones que ocurren en los diagramas TTT	14
1.6.1 Perlita	14
1.6.2 Bainita	17
1.6.3 Martensita	21
1.7 Técnicas actuales con que se generan los diagramas TTT.....	26
1.8 Análisis térmico.....	27
1.10 Método estadístico.....	29
Capítulo II Desarrollo experimental	33
2.1 Material.....	34
2.2 Equipo	35
2.3 Procedimiento	36
2.3.1 Material de llegada	36
2.3.2 Obtención de A_1 y A_3	39
2.3.3 Obtención de la temperatura M_s inicio de la transformación martensítica	40
2.3.4 Comprobación de la temperatura M_s	41
2.3.5 Comprobación del tiempo de inicio y final de la transformación bainítica	42
2.3.6 Preparación metalográfica	44
Capítulo III Resultados y Análisis de resultados	45
3.1 Primera parte.....	46

3.2 Segunda parte.....	48
3.3 Tercera parte	50
3.4 Cuarta parte.....	54
Capítulo IV Conclusiones	58
Capítulo V Bibliografía	60
Anexo.....	63

Introducción

El uso de los diagramas TTT es fundamental en la industria metalúrgica ya que con ellos se puede predecir estructuras a diferentes velocidades de enfriamiento y obtener diferentes propiedades mecánicas, desafortunadamente no existen en la literatura diagramas para tantas composiciones químicas, que ayuden al sector industrial.

El hecho es que en la industria se utilizan los diagramas que más se le parezcan a su aleación, disminuyendo las propiedades del producto o se limitan a utilizar una composición en la que exista un diagrama TTT y esto trae como consecuencia que el proceso de fabricación sea más costoso o resulte con algunas imperfecciones de la microestructura o no tenga las propiedades mecánicas deseadas.

Los métodos actuales para la elaboración de los diagramas TTT son:

- **La metalografía**, es un método que es tardado, en el que se utilizan numerosas piezas, calentándolas y enfriándolas a diferentes velocidades y en algunos casos las temperaturas son cualitativas.
- **La dilatometría**, es un método en el que el dispositivo llamado dilatómetro, va formando los diagramas a partir de la expansión y contracción de la probeta; cuando el metal se calienta los átomos vibran

a mayor velocidad haciendo que se separan entre sí y cuando se contrae ocurre lo contrario, al disminuir la temperatura la energía cinética disminuye haciendo que los átomos ocupen menos espacio.

- Este método es demasiado caro en el mercado ya que el dispositivo mide cambios muy sensibles en el material.

Este trabajo tiene como objetivo comparar las temperaturas A_1 , A_3 , M_s , y los tiempos de inicio y final de la transformación bainítica inferior, de un acero 4140 (medio carbono) reportadas en la literatura y poder demostrar que el método propuesto es más fácil, rápido y barato.

El método propuesto es por medio de un análisis térmico en transformaciones de fases, sólido-sólido, los cambios que ocurren en el proceso hacen que las señales captadas por el termopar tipo k se registren a diversas velocidades, obteniendo diferentes pendientes en la curva experimental, una vez registrada en la computadora se le aplica la primera derivada, obteniendo los puntos de interés.

Hipótesis

Empleando el análisis térmico en curvas de enfriamiento sólido- sólido, se pueden ubicar la temperatura M_s (inicio de la transformación martensítica), así como los tiempos de inicio y final de la transformación bainítica inferior para un acero 4140 (medio carbono).

Objetivo general

- Comprobar que los datos obtenidos por análisis térmico son comparables con los datos de los diagramas TTT para el acero utilizado.

Objetivos particulares

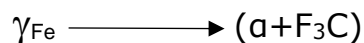
- Diseñar un método experimental para determinar la temperatura M_s y el tiempo de inicio y final de la transformación bainítica inferior.
- Determinar a través de un análisis térmico las temperaturas A_1 y A_3 en un calentamiento controlado.
- Comprobar los datos obtenidos de las temperaturas y tiempos en la literatura con el análisis térmico temperaturas y tiempos de transformación del acero 4140.

Capítulo I

ANTECEDENTES

1.1 Diagramas TTT para aceros hipoeutectoide, eutectoide e hipereutectoide

El diagrama de fases Hierro-carbono (figura 1) indica las fases de hierro y carburo de hierro (cementita) presentes bajo condiciones de equilibrio. Se da por hecho que los enfriamientos a cualquier composición desde una temperatura alta han sido lo suficientemente lentos para permitir que la austenita se descomponga en una mezcla de ferrita (α) y cementita (Fe_3C) hasta una temperatura ambiente. [1]



Esta reacción de descomposición, para un acero de medio carbono, requiere de difusión y otros procesos que dependen del tiempo y la temperatura para transformar al material, sin embargo, cuando el material es enfriado de manera rápida desde una temperatura de austenización, la austenita se transforma en una fase metaestable y el diagrama al equilibrio (figura 1) no es idóneo para seguir o describir las fases y microconstituyentes finales en la aleación.

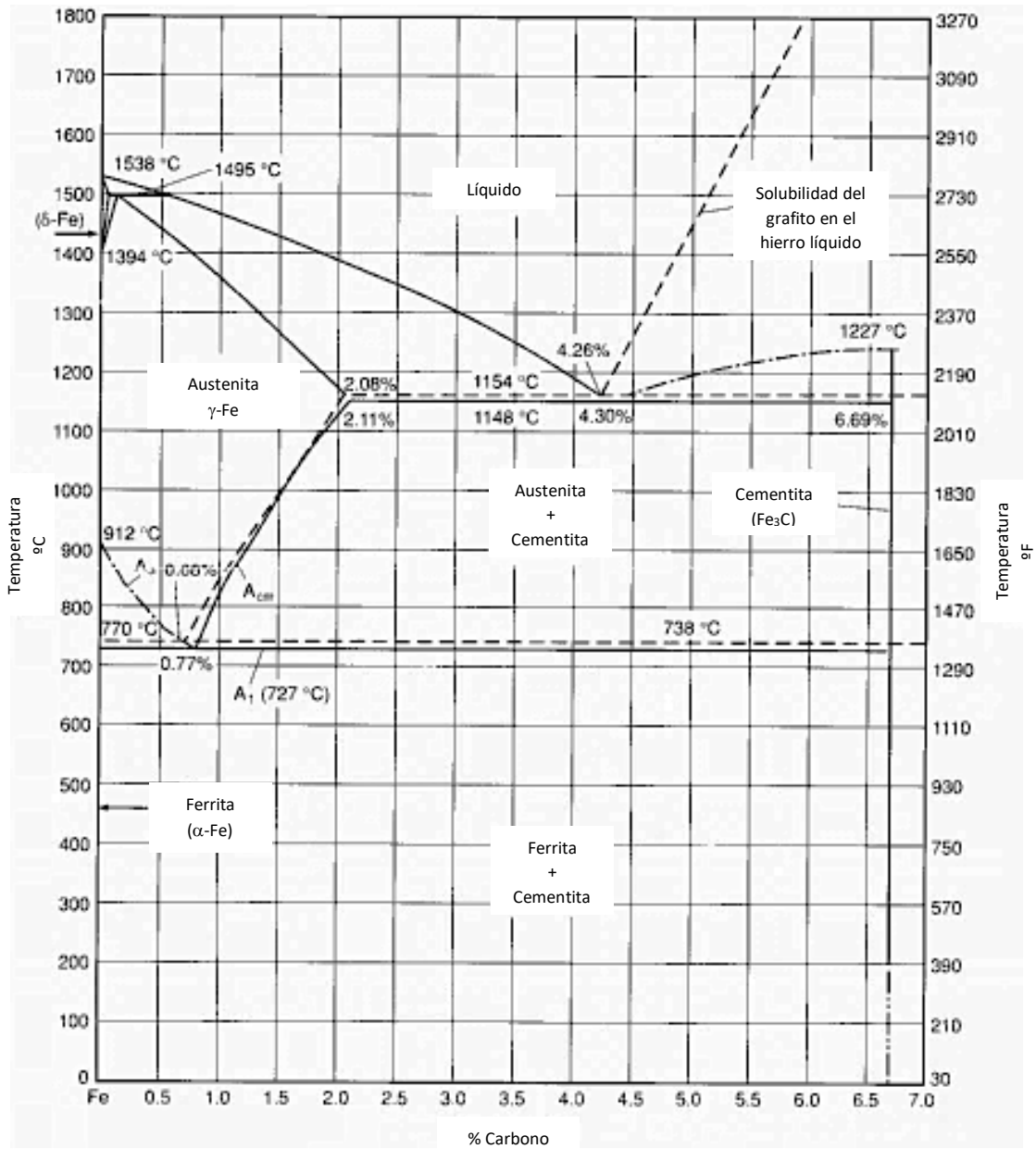


Figura 1. Diagrama de fases (Fe-Fe₃C) al equilibrio. [2]

Las transformaciones de la austenita (γ), que no están al equilibrio (enfriamiento rápido), pueden explicarse mejor usando los diagramas TTT (Tiempo-Temperatura-Transformación) que se ilustran en la figura 2 para un

acero eutectoide. El tiempo se representa de manera logarítmica a lo largo del eje horizontal y la temperatura en el eje vertical.

El ejemplo más común es la transformación para el acero eutectoide; la curva muestra como la velocidad de enfriamiento afecta la transformación de la austenita en las distintas fases, las cuales se pueden dividir en:

- 1) Formas alternativas de ferrita y cementita
- 2) Martensita

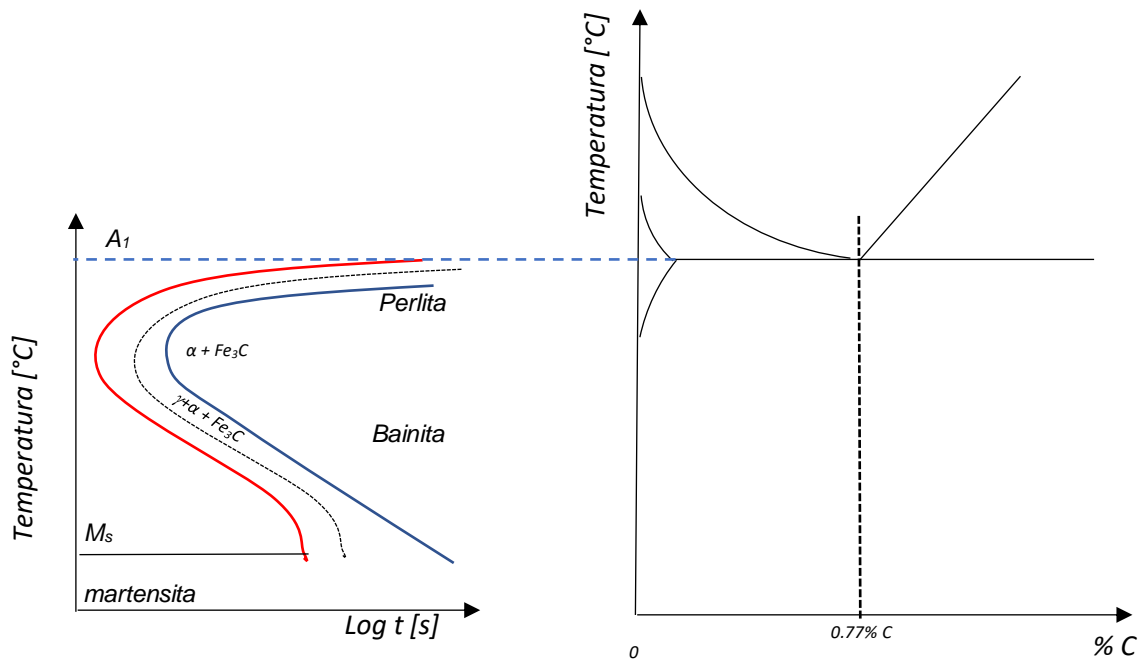


Figura 2. Diagrama TTT para un acero eutectoide (0.77% en carbono).

En la figura 3 se muestra un diagrama TTT para una composición hipereutectoide, arriba de 0.77% de carbono. La diferencia más evidente del

diagrama en relación a la del eutectoide es la línea curva adicional que se extiende desde la "rodilla" o "nariz" hasta la línea horizontal superior A_3 ; esto corresponde al proceso difusional para la formación de cementita proeutectoide. Las temperaturas y reacciones martensíticas están más desplazadas hacia temperaturas menores comparados con el diagrama TTT eutectoide. [4]

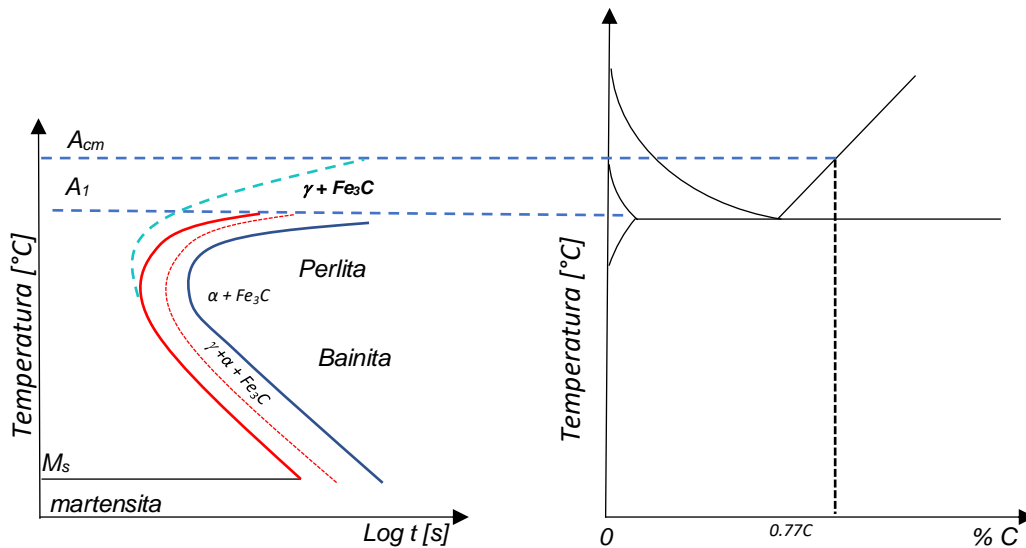


Figura 3. Curva TTT para un acero hipereutectoide.

Un diagrama TTT similar al anterior se muestra en la figura 4 para una composición hipoeutectoide; este diagrama incluye la formación de ferrita proeutectoide y la formación de martensita (M_s) a temperaturas más altas que las del acero eutectoide e hipereutectoide.

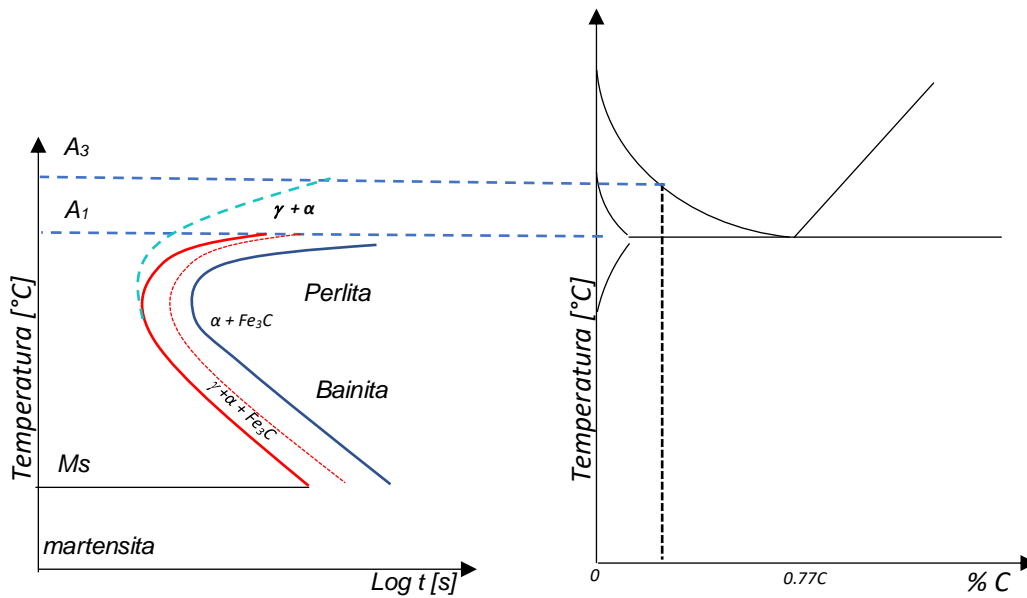


Figura 4. Curva TTT para un acero hipoeutectoide.

1.2 Interpretación y manejo de los diagramas TTT

Los diagramas TTT se manejan partiendo de la región de la austenita, por arriba de la línea A_3 para el caso de los aceros hipoeutectoides (figura 5), por debajo de esta temperatura la austenita se vuelve inestable e inicia su transformación a cualquiera de sus microconstituyentes; como las transformaciones toman un tiempo en específico, la curva TTT tiene una zona que está delimitada por dos curvas (rojas y azules) que son el inicio y final de la transformación, respectivamente; la curva punteada entre estas dos líneas es para marcar el 50% de la transformación.

La perlita se obtiene por un enfriamiento lento partiendo de la austenita de manera que la trayectoria cruce la línea A_1 y no rebase la nariz de la curva; esta zona se divide en dos estructuras, perlita gruesa (zona superior) y perlita fina (zona inferior). La zona subsecuente del diagrama está pasando la nariz de la curva y por encima de M_s , esta zona es la bainita la cual es una mezcla alternativa de ferrita y cementita que puede producirse mediante un enfriamiento inicial rápido y la siguiente un enfriamiento más lento para pasar la línea de inicio de la transformación bainítica. En esta zona también se divide en dos, bainita superior y bainita inferior.

Si el enfriamiento es demasiado rápido, velocidad necesaria para evitar la nariz de la curva, hasta llegar a la temperatura M_s la austenita se transforma en una fase llamada martensita. Durante el enfriamiento, la transformación de la martensita empieza a una temperatura M_s y termina a una temperatura más baja M_f .

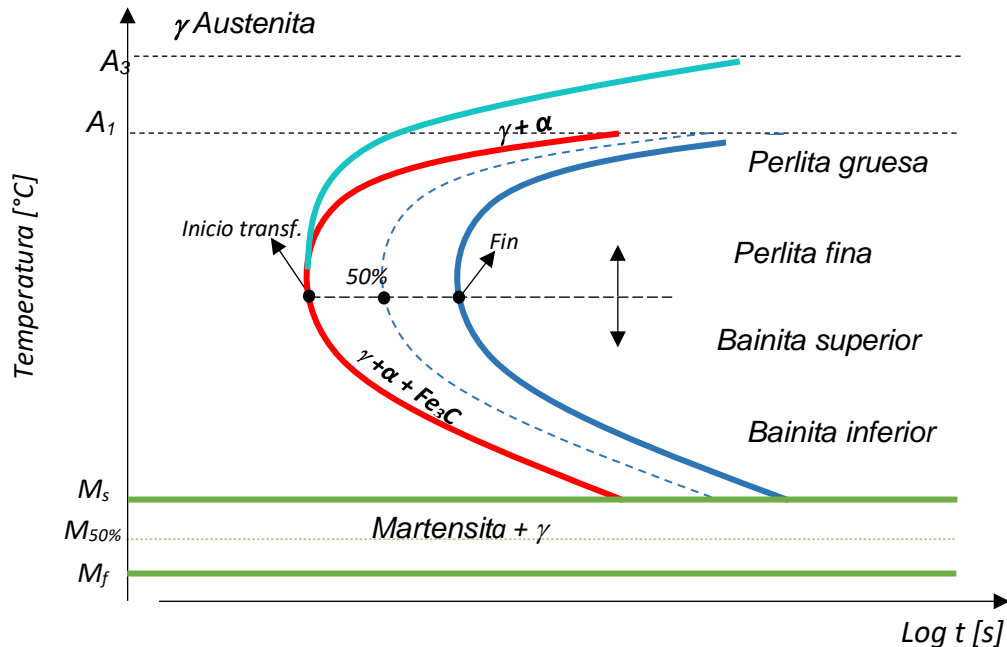


Figura 5. Zonas de un diagrama TTT hipoeutectoide.

1.3 Definición de las temperaturas en el diagrama TTT

Las definiciones de las temperaturas más relevantes asociadas a las transformaciones de fases para aceros son las siguientes:

- A_{rcm} : Temperatura a la que inicia la precipitación de la cementita en el enfriamiento para aceros hipereutectoides.
- A_{c1} : Temperatura a la que comienza la transformación de austenita durante el calentamiento.
- A_{c3} : Temperatura a la cual finaliza la transformación de austenita durante el calentamiento.

- M_s : Temperatura de inicio de la transformación de austenita a martensita en el enfriamiento.
- M_f : Temperatura a la que finaliza la transformación de austenita a martensita en el enfriamiento.

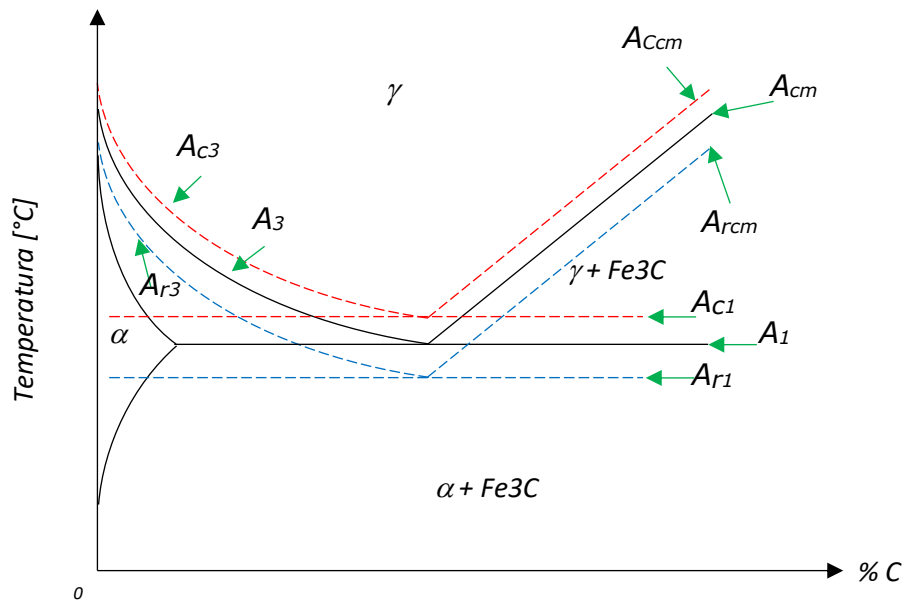


Figura 6. Diagrama de fases donde se señalan el desplazamiento de las transformaciones.

1.4 Representaciones para calcular o determinar M_s

Los experimentos de la transformación martensítica señalan que la temperatura M_s (inicio de la transformación martensítica), depende sólo de la composición química de la austenita que se transforma (no solo de la del acero, ya que puede ser distinta si han quedado carburos, nitruros, etc., sin disolver en la austenita o se han austenizado a una temperatura intercrítica). En la literatura se encuentran diferentes expresiones que relacionan M_s con la

composición química para diferentes tipos de aceros, entre ellas está la más famosa, la ecuación de Andrews; en la tabla 1 se muestran varias ecuaciones que se han desarrollado a lo largo de los años para aceros con diferentes elementos de aleación.

Tabla 1. Lista de ecuaciones para M_s .

Investigador	Año	Ecuación
Payson y Savage	1944	$M_s (^{\circ}\text{F}) = 930 - 570\text{C} - 60\text{Mn} - 50\text{Cr} - 30\text{Ni} - 20\text{Si} - 20\text{Mo} - 20\text{W}$
Carapella	1944	$M_s (^{\circ}\text{F}) = 925 \times (1 - 0.0620)(1 - 0.092)(1 - 0.033\text{Si})(1 - 0.045)(1 - 0.070\text{Cr})(1 - 0.029\text{Mo})(1 - 0.018\text{W})(1 - 0.120\text{Co})$
Rowland y Lyle	1946	$M_s (^{\circ}\text{F}) = 930 - 600\text{C} - 60\text{Mn} - 50\text{Cr} - 30\text{Ni} - 20\text{Si} - 20\text{Mo} - 20\text{W}$
Grange and Stewart	1946	$M_s (^{\circ}\text{F}) = 1000 - 650\text{C} - 70\text{Mn} - 70\text{Cr} - 35\text{Ni} - 50\text{Mo}$
Nehrenberg	1946	$M_s (^{\circ}\text{F}) = 930 - 540\text{C} - 60\text{Mn} - 40\text{Cr} - 30 - 20\text{Si} - 20\text{Mo}$
Steven y Haynes	1956	$M_s (^{\circ}\text{C}) = 561 - 474\text{C} - 33\text{Mn} - 17\text{Cr} - 17\text{Ni} - 21\text{Mo}$
Andrews	1965	$M_s (^{\circ}\text{C}) = 539 - 423\text{C} - 30.4\text{Mn} - 12.1\text{Cr} - 12.7\text{Ni} - 7.5\text{Mo}$

Otra de las investigaciones que realizó Andrews fue la de calcular A_1 y A_3 que se describen a continuación:

$$A_1 = 723 - 10.7(\%Mn) - 16.9(\%Ni) + 29.1(\%Si) + 16.9(\%Cr) + 290(\%As) + 6.38$$

(%W). (1)

$$A_3 = 910 - 203(\%C)^{1/2} - 30(\%Mn) - 15.2(\%Ni) - 20(\%Cu) - 44.7(\%Si) + 104(\%V) + 31.5(\%Mo) + 13.1(\%W) + 700(\%P) + 400(\%Ti) + 120(\%As).$$

(2)

1.5 Usos y aplicaciones de los diagramas TTT

La mayor aplicación que tienen las curvas TTT es el estudio y mecanismo de la descomposición de la austenita metaestable y conseguir diversos microconstituyentes que tiene el acero. Estos diagramas proporcionan la información necesaria para ejecutar algunos de los tratamientos isotérmicos.

Con el empleo de las curvas TTT se logran enfriamientos y calentamientos controlados, donde se dan varios procesos industriales de interés como aleaciones militares o aeroespaciales que utilizan estructuras martensíticas, así como los aceros bainíticos están siendo considerados para la aplicación en componentes mecánicos sometidos a condiciones severas de servicio.

1.6 Transformaciones que ocurren en los diagramas TTT

1.6.1 Perlita

Cuando los aceros hipoeutectoides se enfrían cerca del equilibrio, atravesando la temperatura A_3 , la austenita se transforma en ferrita

proeutectoide y cuando la temperatura continúa disminuyendo hasta A_1 esta ferrita permanecerá como tal, sin cambios. Para la transformación de austenita en ferrita proeutectoide es un proceso que requiere difusión; la ferrita se sobresatura de carbono expulsándolo a la austenita, posteriormente el remanente de austenita sin transformar se convertirá en perlita al descender la temperatura por debajo de A_1 y por arriba de la nariz de la curva TTT, esta velocidad se da de manera lenta por ejemplo el método más común es enfriar dentro del horno de manera controlada.

La perlita nuclea a un lado de los límites de grano de la austenita como se muestra esquemáticamente en la figura 7; la ferrita y la cementita crecen de manera cooperativa como una serie de colonias o nódulos. El crecimiento de la perlita es un proceso cooperativo que involucra las dos fases, la ferrita y la cementita. Como ya se mencionó existen dos formas de la perlita, la que está formada por placas gruesas de ferrita y cementita (enfriamiento casi al equilibrio muy cercana a la temperatura A_1), a este se le llama perlita gruesa y si está muy por debajo de A_1 casi llegando a la nariz formará placas delgadas de ferrita y cementita formando un microconstituyente que es llamado perlita fina.

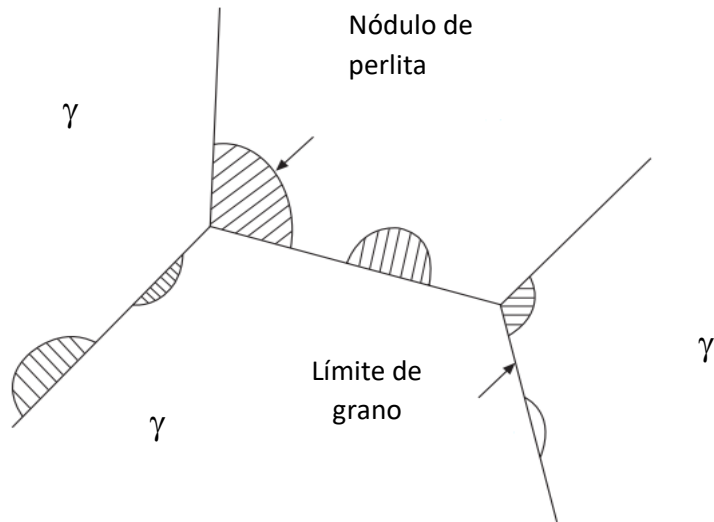


Figura 7. Esquema de la formación de la perlita que crece a partir de nódulos en los límites de grano de la austenita. [3]

La perlita en sus propiedades mecánicas tiene una resistencia de 80Kg/mm^2 y un alargamiento de 15 % aproximadamente. Una metalografía de la perlita con zonas de ferrita de un acero 4140 se presenta en la figura 8.

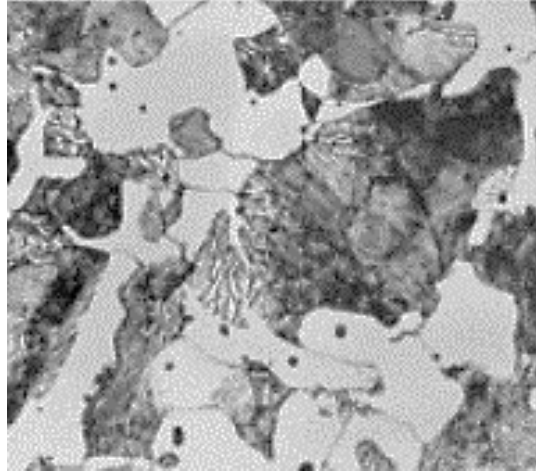


Figura 8. Metalografía de un acero 4140, las zonas claras corresponden a la ferrita y las zonas oscuras indican la perlita, austenizado 30 minutos a 900°C y enfriado al aire. Imagen original a 825X. [4]

1.6.2 Bainita

Si el acero se enfría a temperaturas por debajo de la nariz del diagrama TTT, la difusión del carbono se vuelve lenta, lo que resulta en una estructura alternativa de cementita y ferrita que es nombrado bainita. Los mecanismos de la formación de la bainita no se conocen de forma precisa y son de polémica en la literatura especializada, parece estar claro que las transformaciones bainítica se desarrolla en varias etapas.

La zona de la bainita también se divide en dos, la bainita superior que aparece a temperaturas por debajo de la transformación perlítica y la bainita inferior que es a una temperatura menor. La clasificación fue presentada por R.F. Hehemann, la cual se distingue por la morfología de la microestructura

que se explica por la cantidad de carbono que difunde de la placa. En la bainita superior, la difusión de carbono permite que los carburos precipiten en la interfase ferrita / austenita y en bainita inferior la difusión es casi nula haciendo que los carburos precipiten dentro de la ferrita. Sin embargo, esta clasificación solo es consistente con una teoría sin difusión basada en la formación de una placa de ferrita supersaturada con carbono, de forma esquemática se muestra en la figura 9, para la formación de bainitas superior e inferior. [7]

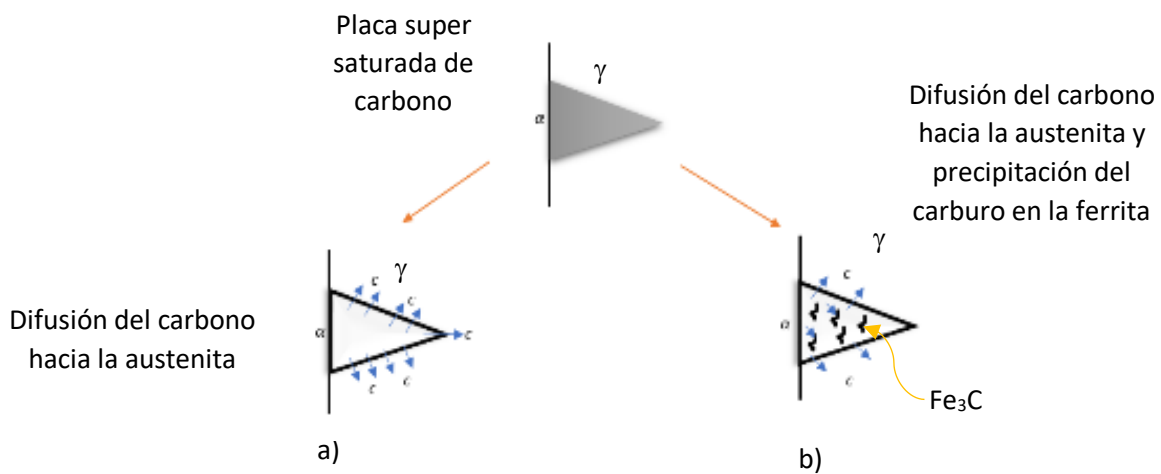


Figura 9. Esquema de la microestructura de la bainita, a) superior (alta temperatura) y b) inferior (baja temperatura).

La diferencia que existe entre las dos bainitas son la microestructura y las propiedades mecánicas por lo tanto es de gran ayuda diferenciar los dos tipos.

- Bainita superior: se forma a temperaturas próximas al de la nariz de la curva y se desplaza hacia abajo. En estas condiciones, la difusión del carburo es lo suficientemente rápida para que las placas de ferrita de unas 10 μm de largo y unos 0.2 μm de ancho, se descARBUREN completamente de modo que las partículas de cementita precipiten y aparezcan entre las placas de ferrita. Estas placas resultan relativamente anchas, de modo que la observación microscópica presenta un aspecto arborescente (figura 10-a).
- La bainita inferior: aparece por arriba de las temperaturas M_s . La difusión no es lo suficientemente intensa para producir placas de ferrita libre de carburos, observándose la presencia de partículas de cementita precipitadas en su interior.

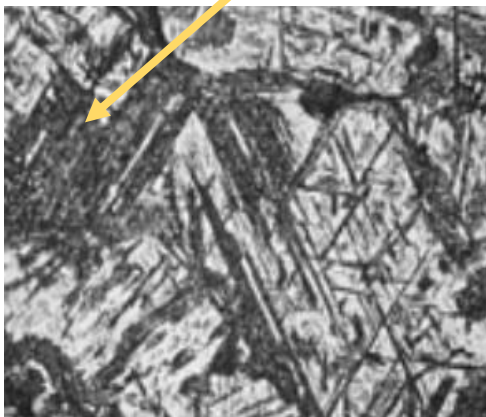
Estos precipitados de cementita son extremadamente finos, su ancho es de unos pocos nanómetros y su largo del orden de las centenas de nanómetros, y precipitan de forma coherente, suelen estar los carburos de Fe_3C alineados 60° respecto al eje de las placas de ferrita. Las placas de la bainita inferior son más estrechos que la bainita superior, apareciendo en el microscopio óptico con una morfología acicular como se muestra en la figura 10-b).

La diferencia entre ambas formas de la bainita se traduce también en distintas propiedades mecánicas según se puede ver en la tabla 2.

Tabla 2. Propiedades mecánicas de la bainita superior e inferior para un acero de medio carbono. [9]

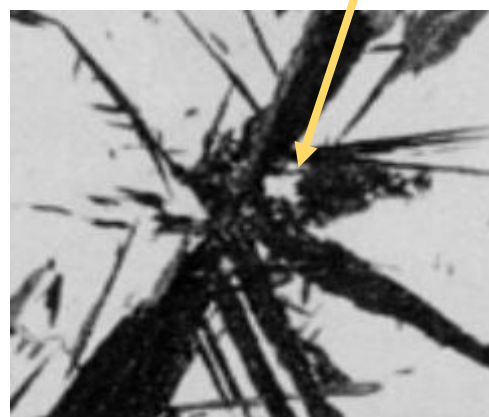
	Bainita superior	Bainita inferior
Resistencia a la tracción [Mpa]	1600 - 2000	1700 - 2300
HRC	43 - 55	55 - 60
Alargamiento [%]	3-10	1-6

Arborescente



a)

Acicular



b)

Figura 10. Las dos principales formas de la bainita de diferentes tipos de aceros, a) acero 1045 bainita superior y b) acero 4360 bainita inferior.

Imágenes originales a 500X. [4]

1.6.3 Martensita

La martensita como fase es conocida por su resistencia y dureza, pero no por su ductilidad y se origina al someter una estructura austenítica a un enfriamiento muy rápido; la transformación de austenita a martensita se forma mediante el rápido crecimiento de nuevas placas, no se producen efectos de difusión, y el cambio de la estructura se forma en virtud de un pequeño movimiento atómico de reorientación.

El progreso de la transformación no depende del tiempo, sino solamente de la temperatura. La transformación comienza de forma instantánea a una temperatura M_s y finaliza a otra temperatura M_f ; si una pieza de acero se enfría entre estas dos temperaturas aparece la martensita y un remanente llamada austenita retenida.

El mecanismo para la formación de la martensita es un desplazamiento cortante de átomos. El enfriamiento rápido desde la austenita, en donde la austenita tiene una red cristalina fcc, impide la difusión de carbono para formar cementita, obligando que la red fcc se reacomode en una red tetragonal centrada en el cuerpo bct, red cristalina de la martensita, a través de una deformación de corte sin el movimiento o difusión del carbono a esto se le llama, transformación adifusional.

La martensita se origina desde un núcleo y se expande en una región completa del cristal, provocando una deformación cortante y una expansión de volumen. Este cambio de forma y tamaño provoca una deformación plástica en el material. El cambio de orientación produce un relieve, cuando la martensita se forma cerca de una superficie libre como se muestra en la figura 11. [12]

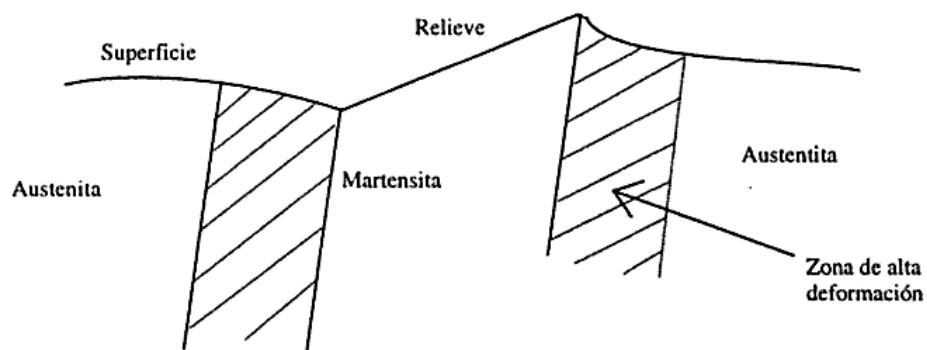


Figura 11. Representación de la formación de la martensita en la que se provoca una deformación cortante. [12]

La cantidad de martensita formada aumenta al disminuir la temperatura, pero no sigue una relación de proporcionalidad. Para conseguir la transformación de las últimas fracciones de austenita es necesario que la temperatura disminuya considerablemente.

La martensita presenta propiedades mecánicas mostradas en la tabla 3 y en la figura 12 se muestra una metalografía de la martensita.

Tabla 3. Rango de propiedades mecánicas de la martensita.

Resistencia [kg/mm²]	Dureza HRC	Alargamiento [%]
170 - 250	50 - 68	2.5 - 5

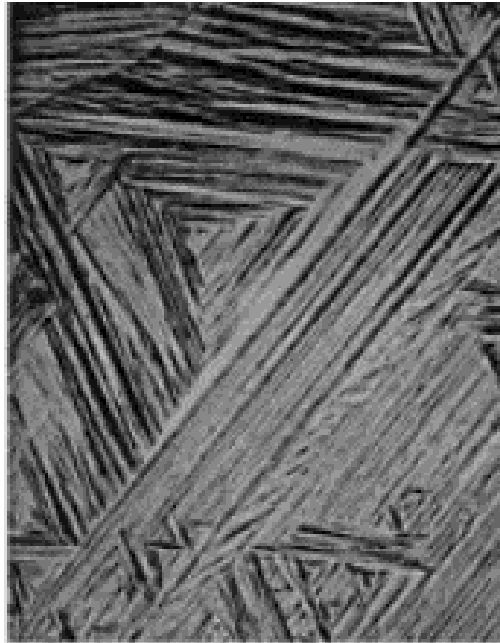


Figura 12. Estructura martensítica de un acero de bajo carbono(0.2% C), atacada con nital. Imagen original tomada a 175X. [4]

En la figura 13 se han trazado rutas de tres tratamientos isotérmicos para mostrar las microestructuras resultantes ya mencionadas de un acero hipoeutectoide sobre una curva TTT:

- a) Perlita gruesa
- b) Bainita superior
- c) Martensita

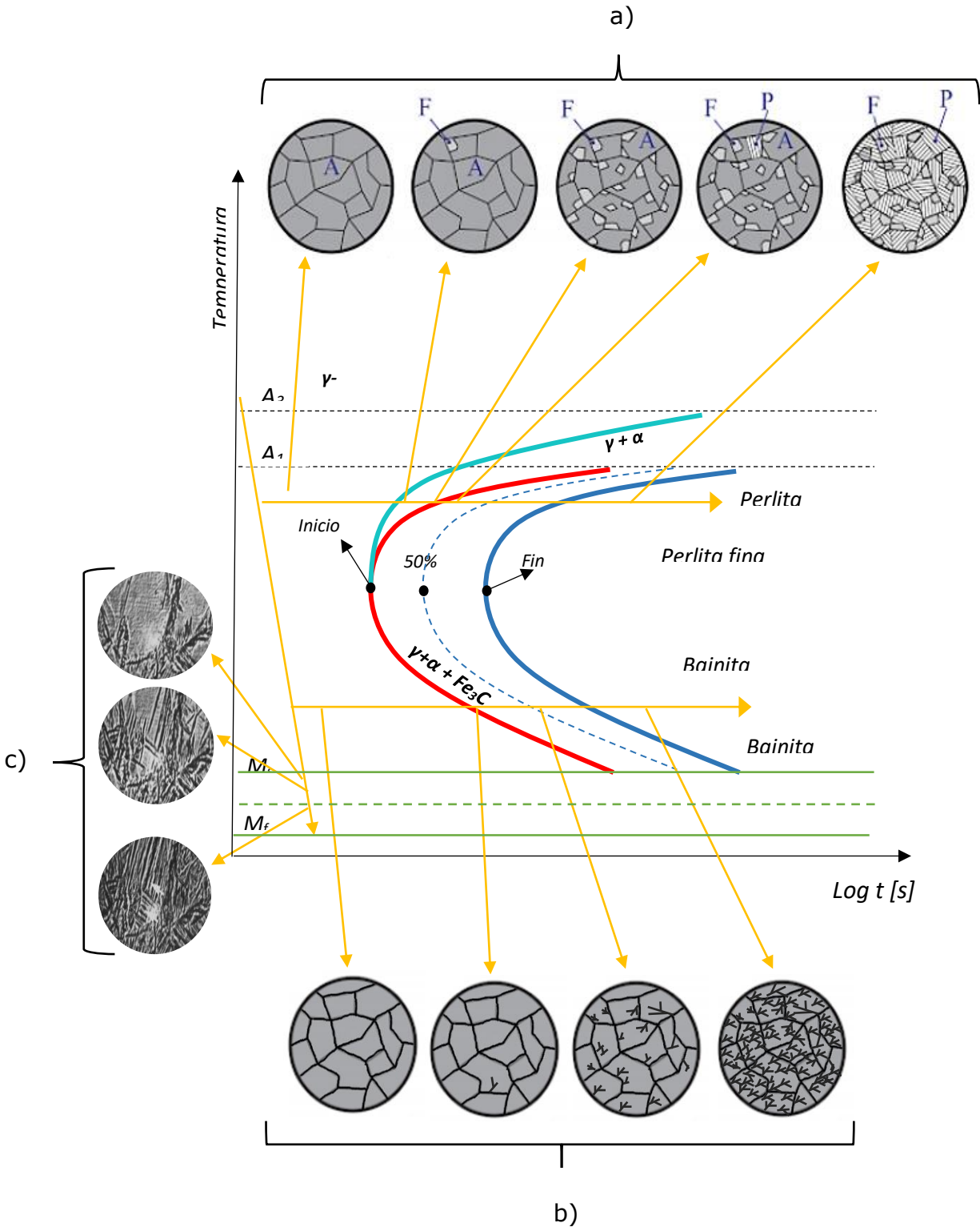


Figura 13. Transformación de austenita para un acero hipoeutectoide, a) perlita gruesa, b) Bainita inferior y c) martensita.

1.7 Técnicas actuales con que se generan los diagramas TTT.

Para determinar las curvas TTT de los aceros se emplea principalmente dos métodos: el metalográfico y el dilatométrico.

Si se emplea el método metalográfico, primero las probetas se austenizan homogéneamente para que la transformación sea total, luego se pasan a baños de sales o plomo fundido y a continuación se sacan del baño a intervalos sucesivos de tiempo, enfriándolas rápidamente para detener la transformación; examinando luego las estructuras con ayuda de un microscopio, estudiando el porcentaje de austenita transformada y la clase de microestructura.

Otra técnica utilizada hoy en día es la dilatometría que se utiliza para la medición de la expansión térmica de los materiales para rangos de temperatura de -260°C hasta 2800°C dependiendo de la marca y el modelo.

La dilatometría es una técnica que mide el cambio dimensional o de expansión térmica lineal de un material en función de la temperatura mientras la probeta es sometida a cambios bruscos de temperatura. Varias normas internacionales, como DIN 51045, ASTM E831, ASTM E 228 y ASTM D 3386 detallan la técnica y el procedimiento. [11]

Los dilatómetros son una herramienta para la determinación de la expansión térmica y el coeficiente de expansión. En la industria se utiliza para diferentes campos como la investigación, control de calidad de sólidos etc. Un dilatómetro, utilizado actualmente, se muestra en la figura 14, en el cual se registran los datos en un archivo y luego se analizan en un software especializado.



Figura 14. Dilatómetro horizontal, modelo 402 DIL Expedit. [10]

1.8 Análisis térmico

El análisis térmico es un proceso que es relativamente más rápido y económico que se utiliza en varios procesos. En él se miden los cambios de temperatura en una muestra que se producen cuando ésta se calienta o se enfría a través de intervalos de tiempo. El registro de temperaturas es un perfil que puede analizarse para, obtener las características de transformación de una muestra. [15]

En el presente trabajo, con la ayuda de un termopar se realizó el registro de las temperaturas para el análisis térmico de curvas de calentamiento y enfriamiento para obtener puntos de interés. Durante el proceso de calentamiento o enfriamiento, las transformaciones que ocurren dentro del acero desde una temperatura de austenización son:

- El cambio de conductividad térmica de las fases.
- Microconstituyentes que aparecen en las transformaciones.

Esto se observa y se interpreta como un cambio en la pendiente en la curva experimental, así mismo en casos especiales, aparecen cambios de pendiente que son difíciles de detectar a simple vista, por lo que se emplea la primera derivada $\left(\frac{dT}{dt}\right)$ para analizar de mejor forma estos datos. En la figura 15 se ejemplifica una curva donde se le aplica la primera derivada; los picos o valles son los cambios de velocidad de una curva experimental.

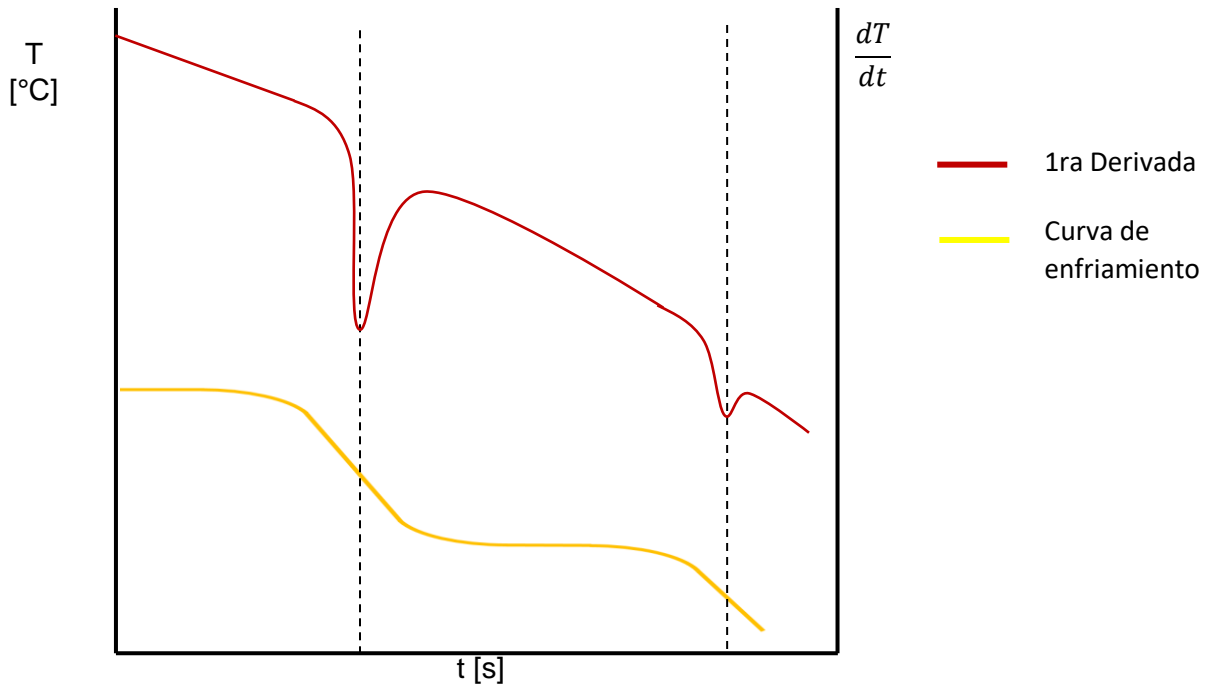


Figura 15. Relación entre la curva de enfriamiento de una aleación y la primera derivada donde se señala los cambios de velocidad.

1.10 Método estadístico

La curva experimental suele tener algunas alteraciones, llamadas ruido, como se muestra en la figura 17, esto sucede debido al efecto de un campo magnético, de la variación en el voltaje eléctrico, de las perturbaciones térmicas y de los cambios de fases.

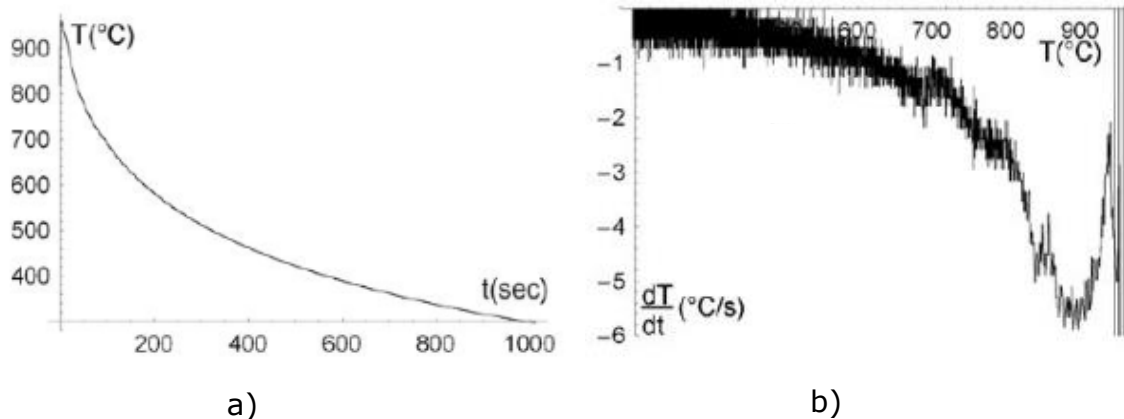


Figura 17. Curva de enfriamiento de una aleación metálica (Cu-Mg-Sn),
a) curva de enfriamiento experimental y b) primera derivada. [14]

Este tipo de ruido que se genera suele ser un problema a la hora de analizar o estudiar las curvas experimentales, por tal motivo se utilizan filtros o métodos estadísticos que suavizan los datos, en este trabajo se utilizó el método *Savitzky-Golay*. Este método, a grandes rasgos lo que hace es remplazar cada punto de datos por algún tipo de promedio para reducir el nivel de ruido sin alterar el valor obtenido.

El suavizado es una técnica gráfica, para guiar al ojo a través de una gran acumulación de puntos, todos con grandes barras de error. A la hora de aplicar esta técnica se puede suavizar en varios porcentajes sin alterar la gráfica, es decir al aplicar un porcentaje de 3% se visualiza la derivada como se muestra

en la figura 18 donde se observa mejor los puntos comparados con el de la figura 17-b).

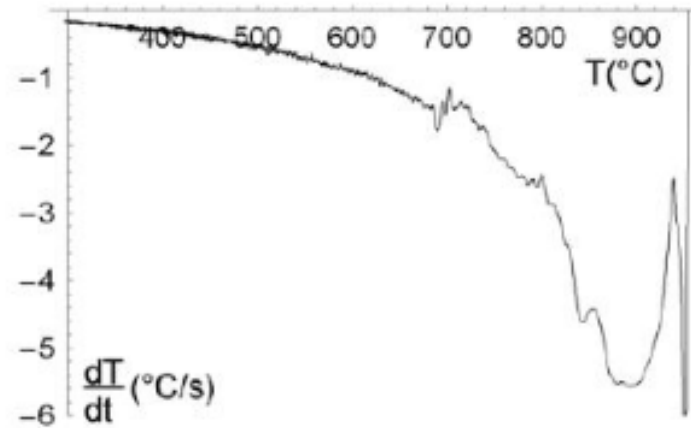


Figura 18. Primera derivada donde a la curva experimental se le aplicó un suavizado de 3%. [14]

La tendencia de la gráfica no se distorsiona y a partir de aquí es fácil interpretarla, pero se debe de tener cuidado a la hora de aplicar un porcentaje de suavización ya que se podría alterar demasiado la curva experimental y por consecuencia la primera derivada, alterando así puntos importantes como el de la figura 19 donde se le aplica un porcentaje de un 6%.

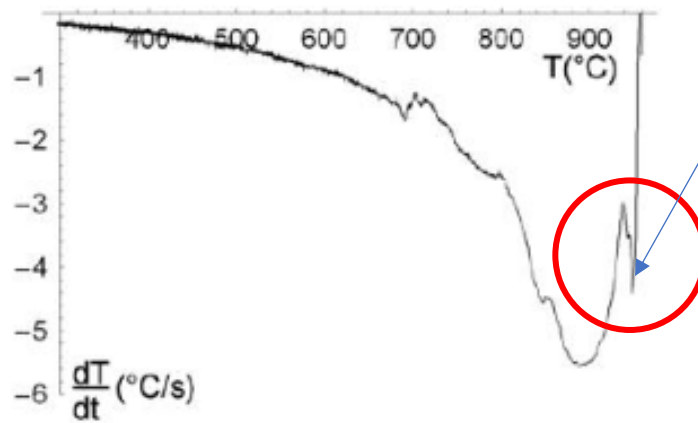


Figura 19. Primera derivada, donde a la curva experimental se le aplicó un suavizado de 6%. [14]

Capítulo II

Desarrollo experimental

2.1 Material

Para el experimento se utilizó un acero 4140 con la siguiente composición química analizada con un espectrómetro de emisión atómica, tabla 4.

Tabla 4. Composición química promedio del acero 4140.

%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Mo	%Fe
0.513	0.191	0.906	0.015	0.028	0.777	0.175	Balance

El material que se utilizó tuvo la forma de cilindros con las siguientes medidas (figura 20).

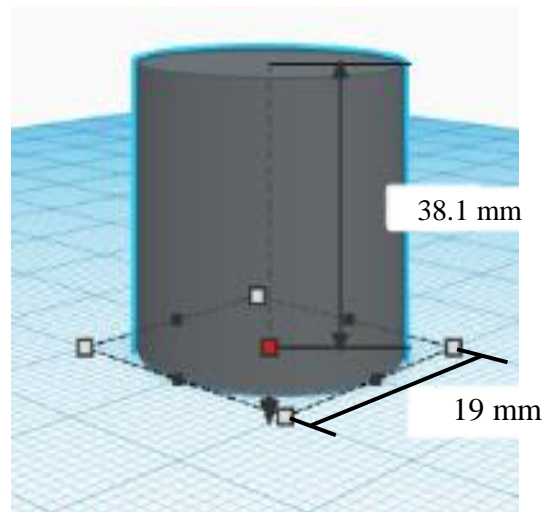


Figura 20. Dimensiones originales de la probeta.

2.2 Equipo

Mufla: Se adaptó haciéndole un orificio en la puerta, como se muestra en la figura 21, para facilitar la salida de la pieza de forma rápida y que permaneciera conectada al termopar.



Figura 21. Mufla acondicionada para el experimento.

Adquisidor de datos: La manera de conectar la extensión para el termopar fue en el canal 2, en vista de que el canal 1 tenía un desgaste por el uso continuo del aparato.

Baño de sales: En un horno de resistencia eléctrica se introduce un recipiente de acero inoxidable que contenía un baño de sales fundidas para altas temperaturas.

✓ LM-280: T_F (135°C) T_V (490°C)

Termopar tipo K: Tamaño del termopar es de 15 cm de largo.

2.3 Procedimiento

2.3.1 Material de llegada

1. A la pieza de llegada se le realizó una metalografía donde se observaron defectos de conformado mecánico y de microconstituyentes indeseables; todo lo anterior podría afectar a la investigación, por tal motivo se le realizó un tratamiento de recocido para homogenizar la estructura.

Para este recocido se realizaron los siguientes pasos:

- a. Se limpiaron las piezas para eliminar cualquier residuo de grasa o suciedad que pudiera afectar en el proceso.
- b. Las piezas se cobrizaron para evitar la descarburización durante el tratamiento.
- c. Las piezas se introdujeron a la mufla ubicándolas en la parte de atrás de la cámara.

- d. Una vez introducidas las piezas se prende la mufla hasta una temperatura de 830°C y el tiempo de permanencia fue de 7 horas.
- e. Las piezas se enfriaron dentro de la mufla hasta una temperatura de 500°C, atravesando esa temperatura se sacaron y se enfriaron al aire.
2. De las piezas recocidas se cortaron segmentos con las siguientes dimensiones.

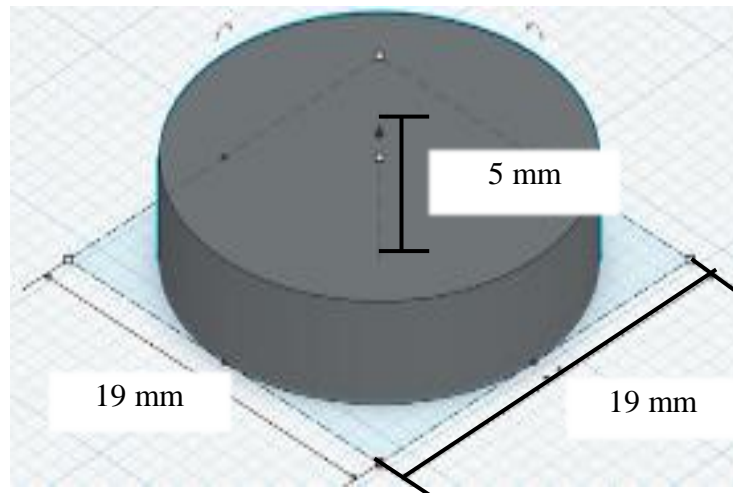


Figura 22. Forma y dimensiones de la pieza experimental.

3. Se hicieron dos perforaciones a 90° entre ellas, que terminaban en medio de la probeta (figura 23) y en el orificio más grande se le hizo una cuerda en la cual fue introducido el tornillo para sujetar el termopar.

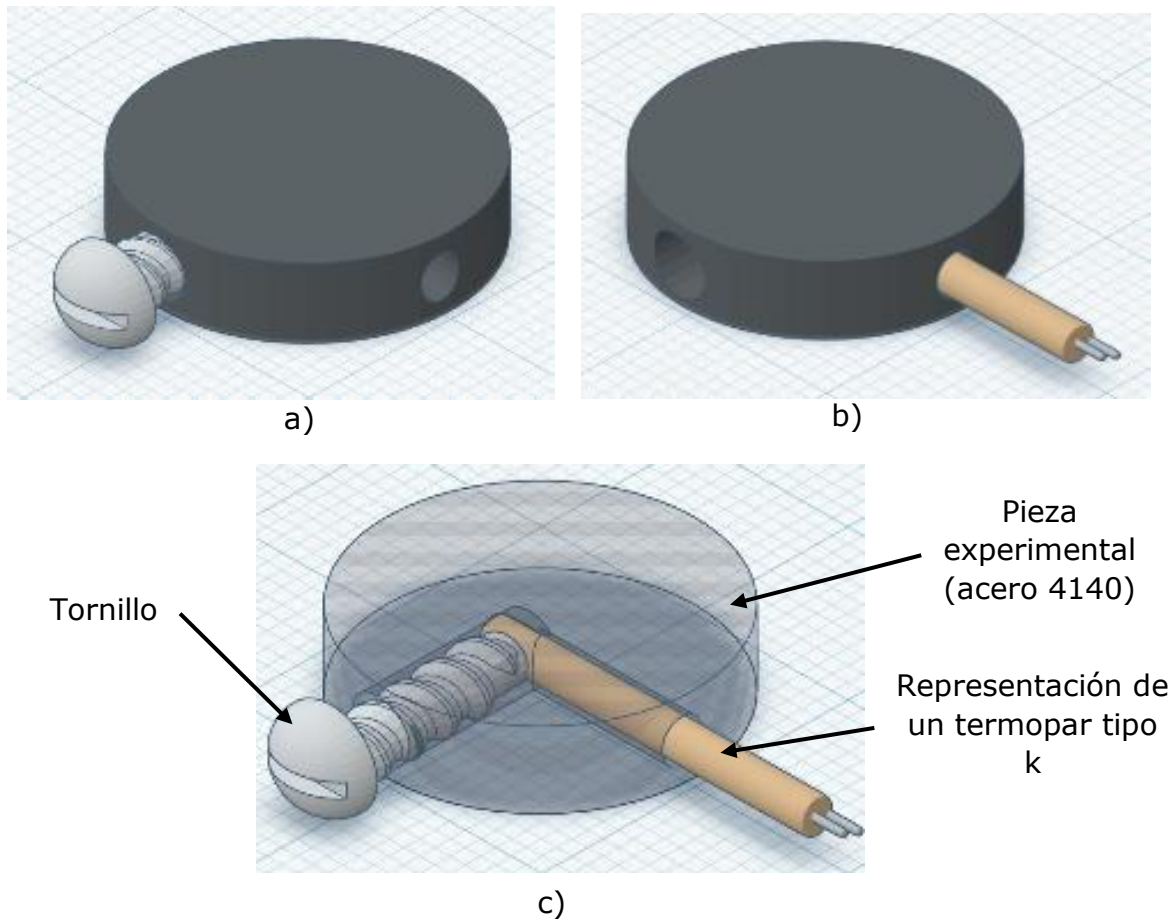


Figura 23. Pieza con las perforaciones realizadas, a) probeta con el maquinado y el tornillo, b) probeta con el termopar tipo K y c) Diseño representativo del ensamble que se hizo a las piezas.

2.3.2 Obtención de A_1 y A_3 .

1. En la figura 24 se muestra una representación del acomodo del equipo.
2. Cuando el interior de la cámara alcanzó la temperatura de 840°C (temperatura obtenida de la ecuación Andrews para obtener A_1 y A_3), la pieza se introdujo a la mufla.
3. Una vez que la pieza alcanzó la temperatura establecida, se extrajo de la cámara (el tiempo de permanecía fue de 400 segundos) y se dejó enfriar al aire.

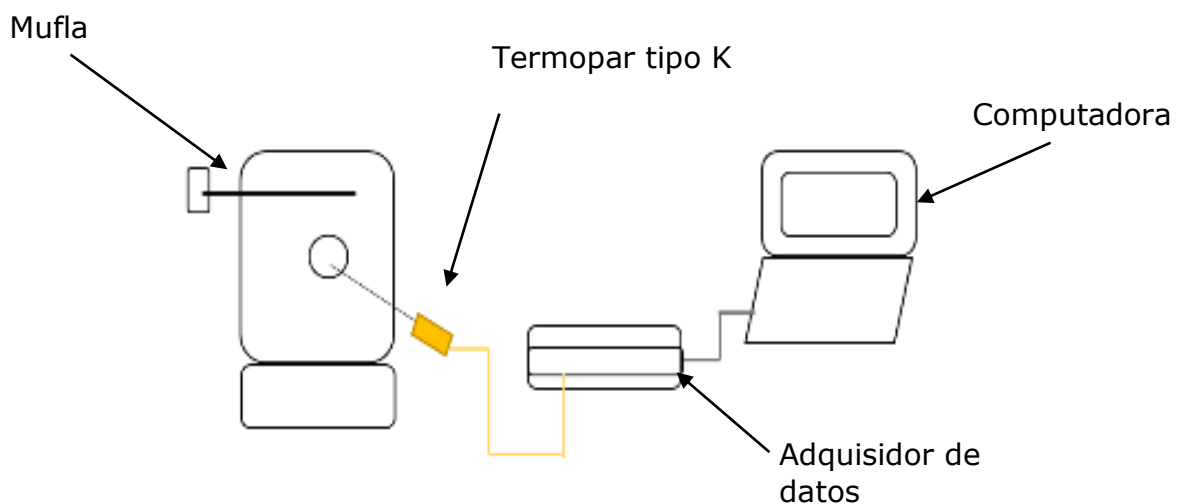


Figura 24. Representación del equipo montado.

2.3.3 Obtención de la temperatura M_s inicio de la transformación martensítica

1. En la figura 25 se muestra el arreglo que se le hace al diseño original (figura 24).
2. Se instaló, cerca de la mufla, un mecanismo de enfriamiento que cumple la función de eliminar la capa de vapor de la superficie de la pieza y una mayor extracción de calor al ser introducido al agua.
3. La probeta se metió a la mufla, 30°C por arriba de $A_{3\text{-experimental}}(781^\circ\text{C})$, con el termopar conectado y una vez que llegó a la temperatura deseada se dejó dos minutos para homogenizar la estructura.
4. La probeta se sacó de la mufla lo más rápido posible y se enfrió en el sistema de burbujeo indicado en la figura 25.

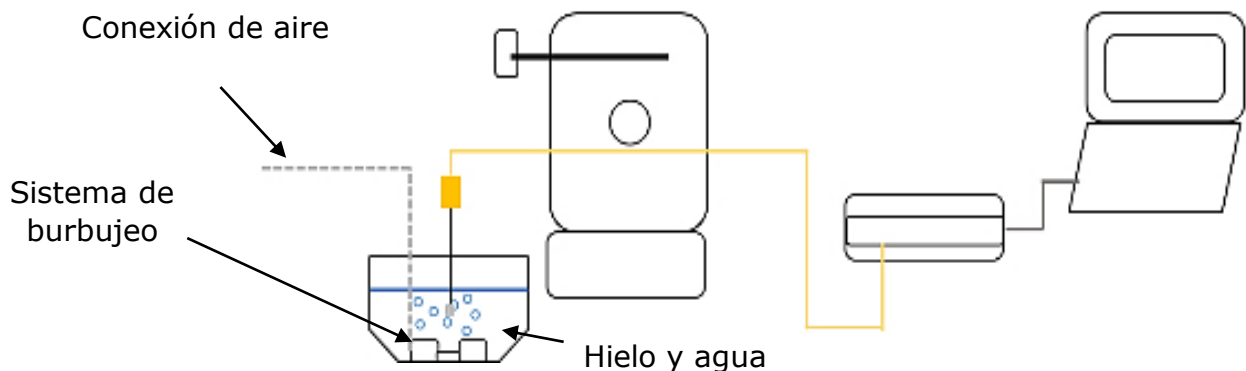


Figura 25. Diseño del equipo montado con el sistema de temple.

2.3.4 Comprobación de la temperatura M_s

1. En la figura 26 se muestra el arreglo que se le hizo al diseño original. El baño de sales se colocó lo más cerca de la mufla para que el enfriamiento sea solo en las sales fundidas.
2. La probeta conectada al termopar, se metió a la mufla a una temperatura de 810°C (30°C por arriba de $A_{3\text{-experimental}}$)
3. Se saca de la mufla y se introduce a las sales fundidas.
 - a) En la primera parte del experimento al introducir la probeta a las sales fundidas a una temperatura de 393°C , 30°C por arriba de $M_{s\text{-experimental}}$, se espera obtener una estructura bainítica, el tiempo de permanencia se buscó en la literatura (remitirse al diagrama TTT del acero 4140-anexo); se saca de las sales fundidas y se enfría en agua a una temperatura ambiente.
 - b) En la siguiente parte del experimento al introducir la probeta a las sales fundidas a una temperatura de 333°C , 30°C por abajo de $M_{s\text{-experimental}}$, se espera obtener una estructura martensítica, el tiempo de permanencia se buscó en la literatura (remitirse al diagrama TTT del acero 4140-anexo); se saca de las sales fundidas y se enfría en agua a una temperatura ambiente.

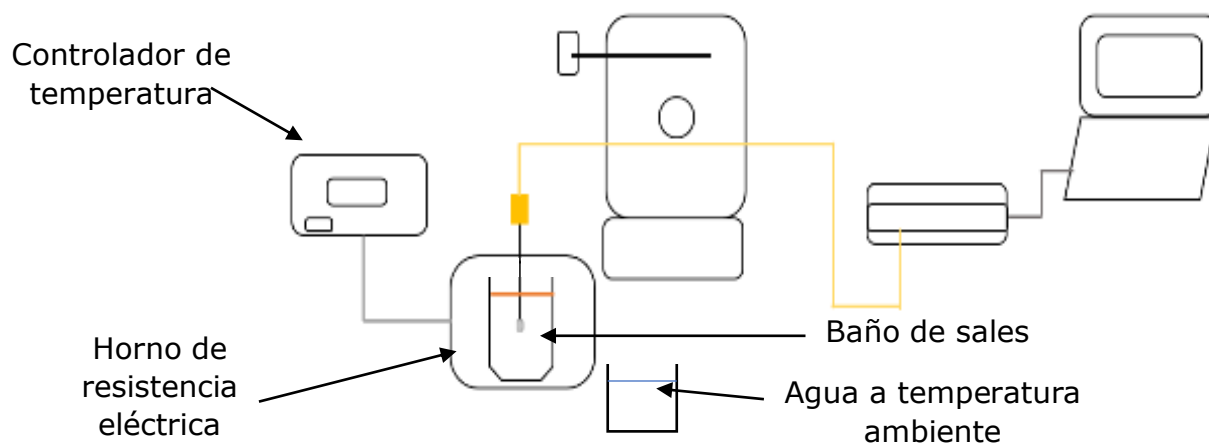


Figura 26. Diseño del equipo montado con el arreglo del baño de sales.

2.3.5 Comprobación del tiempo de inicio y final de la transformación bainítica

1. Se necesitó el mismo arreglo del equipo de la figura 26.
2. Se prepararon cuatro probetas para esta parte de la investigación, para encontrar diferentes porcentajes de la transformación bainítica inferior.
3. Cada probeta salió de la mufla a una temperatura de 30°C por arriba $A_{3\text{-experimental}}$.

a) Probeta 1: una vez que llegó a la temperatura de 810°C (30°C por arriba de $A_{3\text{-Experimental}}$), se metió al baño de sales a una temperatura de 393°C. Lo que se consideró, en la curva de enfriamiento, como el principio de la transformación bainítica inferior, se tomó como el inicio

del tiempo de transformación o de permanecía, el cual fue de 1 minuto para esta probeta.

b) Probeta 2: una vez que se llegó a la temperatura de 810°C (30°C por arriba de $A_{3\text{-Experimental}}$), se metió al baño de sales a la temperatura de 393°C . El tiempo de permanencia dentro del baño para esta probeta fue de dos minutos.

c) Probeta 3: cuando se alcanzaron la temperatura de 810°C (30°C por arriba de $A_{3\text{-Experimental}}$), se metió al baño de sales a la temperatura de 393°C . El tiempo de duración dentro del baño de sales fue de tres minutos para esta probeta.

d) Probeta 4: cuando se llegó a la temperatura de 810°C (30°C por arriba de $A_{3\text{-Experimental}}$), se metió al baño de sales a la temperatura de 393°C . El tiempo de permanencia dentro del baño fue de cuatro minutos.

4. Cada vez que las probetas salían del baño de sales se metían aun recipiente con agua a temperatura ambiente que se colocó cerca del experimento.

2.3.6 Preparación metalográfica

Se cortaron todas las piezas de forma longitudinal, se procuró cortar a la mitad cada pieza y se montaron en baquelita para la realización de la metalografía que consistió en:

- ✓ Desbaste grueso
- ✓ Desbaste fino
- ✓ Pulido
- ✓ Ataque con Nital 2, HNO₃(2% en Vol.) -Alcohol
- ✓ Microdureza Vickers

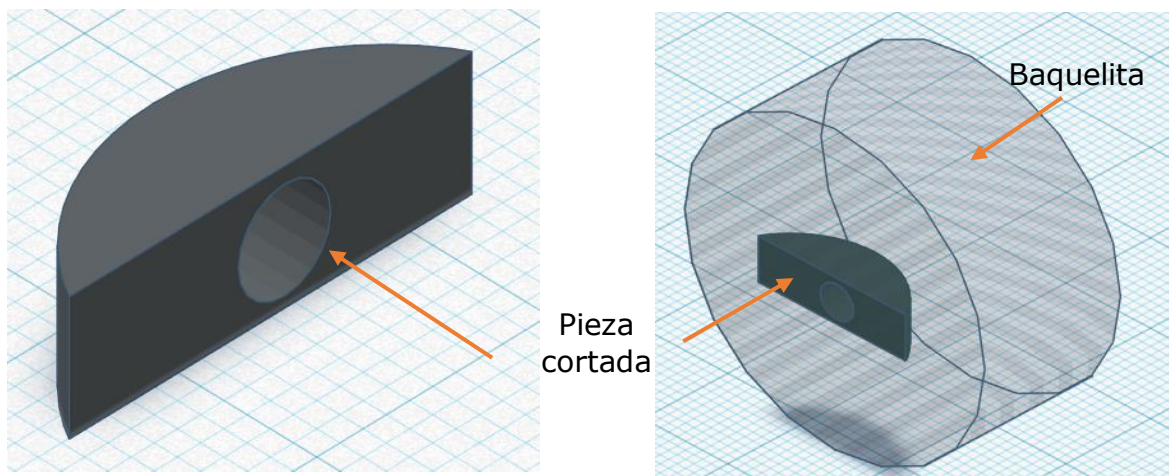


Figura 27. Representación de la pieza cortada y montada en baquelita

Capítulo III

Resultados y Análisis de resultados

3.1 Primera parte

En la figura 28 se muestran dos curvas, la línea roja es el experimento realizado y la línea amarilla es la primera derivada, donde se señala las dos temperaturas más importantes. Al principio de la curva experimental (curva roja), entre el rango de 100 a 400°C, la transferencia de calor del material no es homogénea presentando varios picos y valles por causa de que existen defectos cristalinos que afectan los datos.

Dentro de la curva experimental (curva roja) se presenta una zona en la que la temperatura empieza a ser constante, señalado con una línea horizontal, esto es el resultado de que la transformación de perlita a austenita acepta más energía en su estructura.

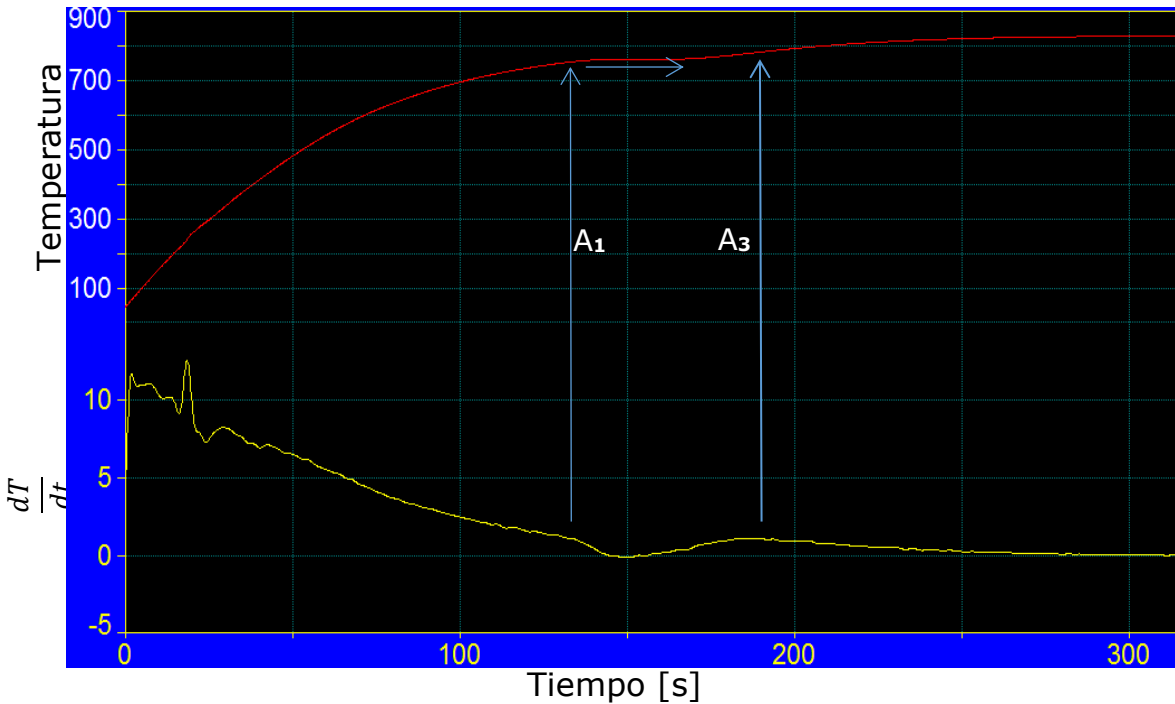


Figura 28. Curva de calentamiento del acero 4140 (línea roja) y primera derivada (línea amarilla) para determinar las temperaturas A_1 y A_3 .

En la tabla 5 se hace una comparación de las diferentes temperaturas recabadas por diferentes medios, estas son diferentes unas de otras debido a que en la temperatura experimental se toma en cuenta la composición química, defectos de conformado mecánico y defectos cristalinos, en la temperatura que se calcula con la ecuación de Andrews considera sólo la composición química y la temperatura que se obtuvo en la literatura, no se menciona cual fue el método mediante el cual se calculó.

Tabla 5. Comparación de las temperaturas adquiridas por diferentes medios para A₁ y A₃.

Transformación	Temperatura [°C] Experimental	Temperatura [°C] Reportada en literatura	Temperatura [°C] Ecuación de Andrews
A₁	761.53	740-741	730.81
A₃	781.22	781-782	832.95

3.2 Segunda parte

En la curva de la figura 29, la derivada reveló el momento en que inicia la transformación martensítica (M_s) indicada con una flecha, el cambio de la transformación de austenita (γ) a martensita hace que cambie la estructura cristalina de un FCC (austenita) a uno BCT (martensita), por tal motivo la transferencia de calor es diferente entre ellos (acomodo de los átomos), registrado por el software a través del termopar. Existen otros motivos que alteren la temperatura M_s como el tamaño de grano, los defectos de conformado mecánico y los elementos de aleación por eso es que difiere con la de la literatura (tabla 6).

En la figura 30 se amplifica la zona de la transformación para visualizar mejor el inicio de la transformación.

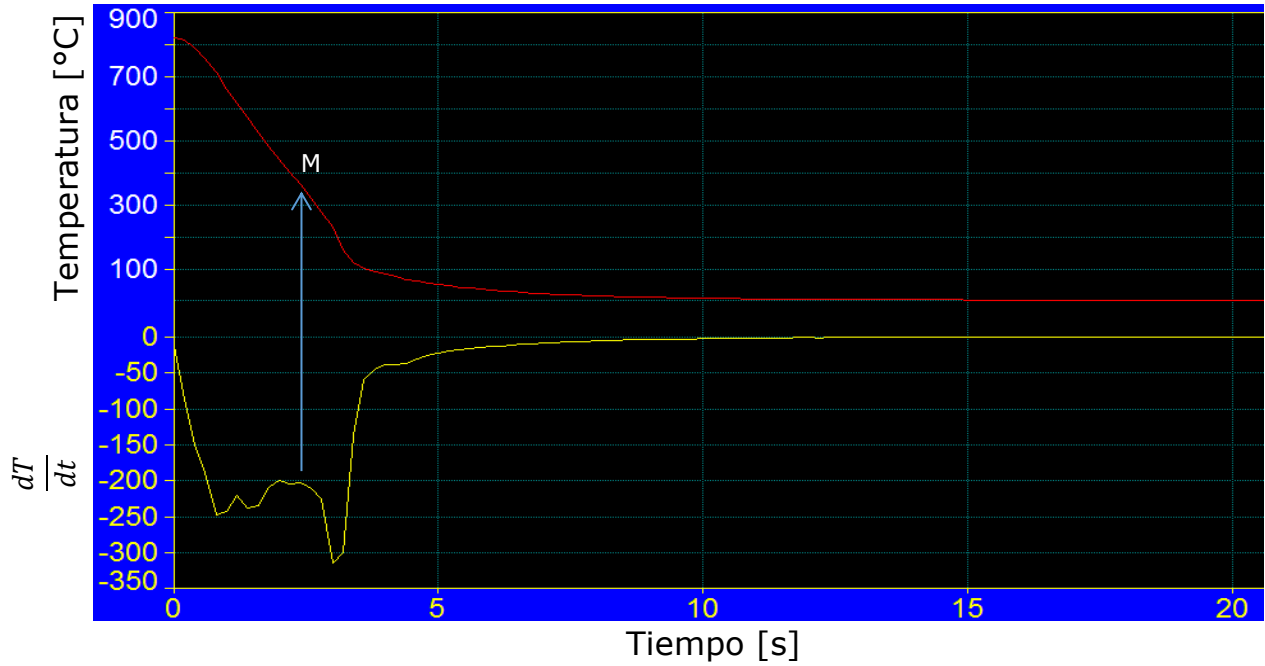


Figura 29. Curvas del análisis térmico para el temple, línea roja es el experimento realizado y línea amarilla es la primera derivada.

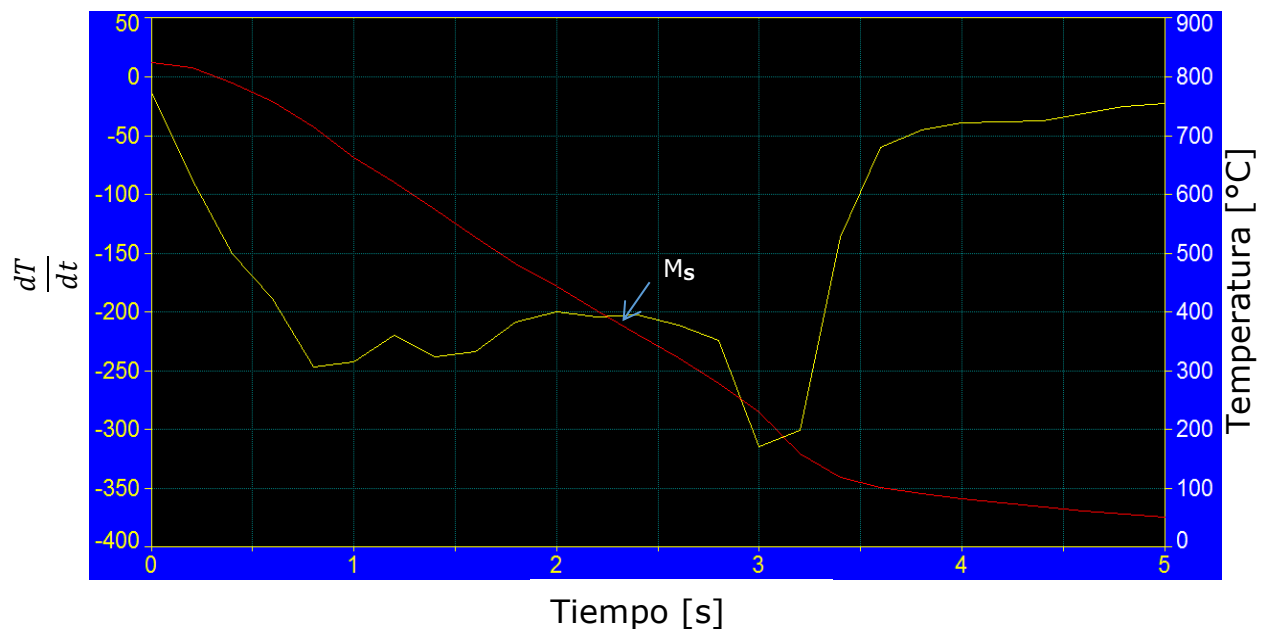


Figura 30. Ampliación del análisis térmico para el temple, línea roja es el experimento realizado y línea amarilla es la primera derivada.

La tabla 6 muestra una comparación con otras temperaturas obtenidas por otros medios y la que se le parece más es la que se reporta en la literatura.

Tabla 6. Comparación de las temperaturas adquiridas por diferentes medios para M_s .

Transformación	Temperatura [°C]	Temperatura [°C]	Temperatura [°C]
	Experimental	Reportada en literatura	Ecuación (Andrews)
M_s	363.96	342-343	282.52

3.3 Tercera parte

Para la siguiente parte del estudio se realizaron las metalografías por arriba y por debajo de M_s

Para la metalografía de la figura 31 (comprobación de M_s , obtención de una estructura bainítica), se observa ferrita proeutectoide, esto sucede debido a que la velocidad de extracción de las sales fundidas no es lo suficientemente rápido. También se remarca una de las zonas de la bainita, este ángulo cae en el rango de 52 a 63 grados para ser considerados bainita inferior, comparando la dureza de la bainita contra la de la martensita este es 16% menos duro (tabla 7).

En la figura 32 la pieza donde se obtuvo bainita inferior se llevó al microscopio electrónico de barrido (MEB) para verificar la presencia de los precipitados del carburo de hierro los cuales son señalados con una flecha.

En la metalografía de la figura 33 se observa la formación de ferrita proeutectoide (α), encerrado en un círculo, como ya menciono, esto es debido a que la extracción de calor no fue lo bastante rápido para evitar la nariz en la curva TTT, pasando la zona de ($\gamma+\alpha$), sí se logra cruzar la temperatura M_s , ya que se observan en las metalografías las placas de martensita y se confirma con una dureza alta comparado con la que reporta la literatura para un acero 4140 (tabla 7).

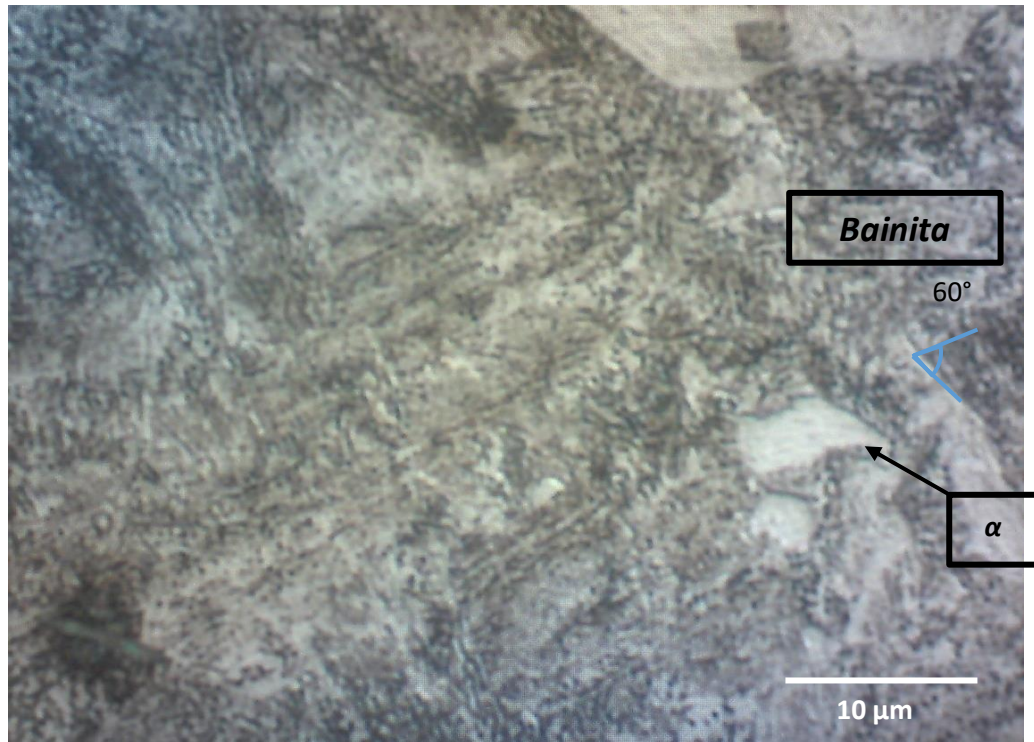


Figura 31. Metalografía del acero 4140 por arriba de M_s , atacada con Nital 2

a 2385X

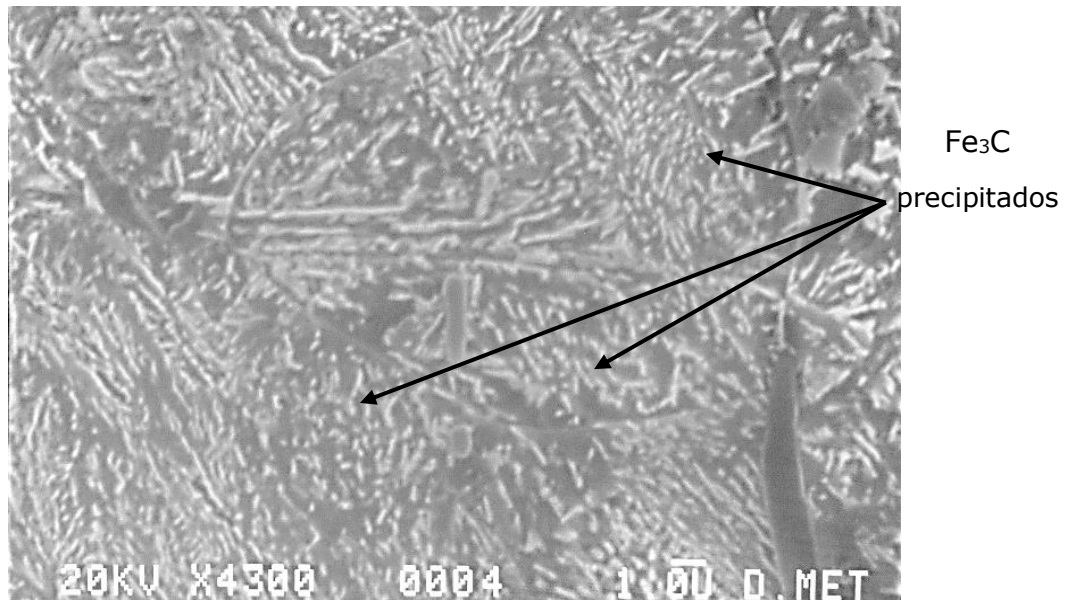


Figura 32. Superficie de la bainita inferior en el que se revelan precipitados de Fe₃C a X4300.

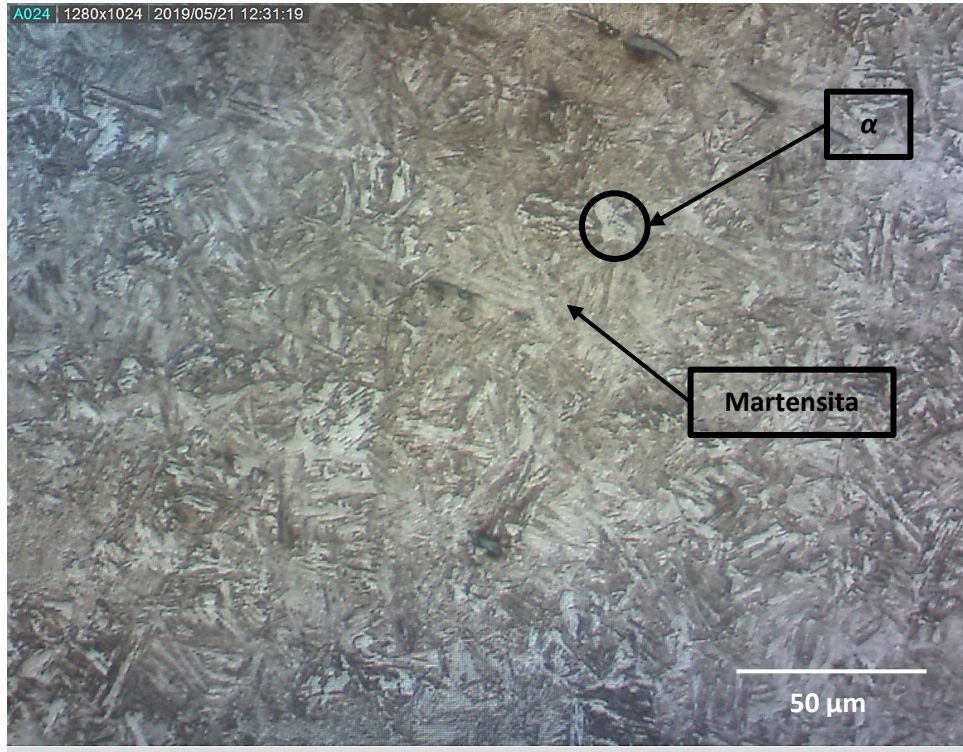


Figura 33. Metalografía del acero 4140 por debajo de M_s , atacada con Nital 2 a 477X

Tabla 7. Durezas correspondientes a las diferentes transformaciones.

	HRc Experimental	HRc Literatura [16]
Arriba de M_s (bainita)	38.67±1.53	37-45
Debajo de M_s (Martensita)	46.33±1.15	45-52

3.4 Cuarta parte

En la figura 34 se observa la curva de enfriamiento desde la temperatura de austenización hasta llegar a la bainita inferior, pero cuando alcanza la temperatura del baño esta empieza a tener una reacción exotérmica, esto quiere decir que se libera energía en el cambio de fases por ello se eligió este lugar como el inicio de la transformación bainítica, pero al transcurrir el tiempo no se ve ningún cambio trascendente en la curva ni siquiera aplicando la primera derivada esto puede suceder debido a que el cambio es tan rápido que el adquisidor de datos no lo registra; en la figura 35 se hace una ampliación de la gráfica para visualizar mejor el inicio de la transformación.

En la figura 36 se observa las metalografías para verificar el inicio de la transformación, en los minutos uno y dos de la figura 36-a) y 36-b) se resaltan las zonas importantes: ferrita proeutectoide, bainita y martensita.

En los minutos tres y cuatro, figura 36-c) y figura 36-d), también se señala la ferrita proeutectoide, y algunas zonas de la bainita, pero no se logra a distinguir la martensita en la metalografía; lo anterior lo confirma la dureza (tabla 8), ya que se ve una tendencia en disminuir la dureza debido a que permanece más tiempo en el baño de sales.

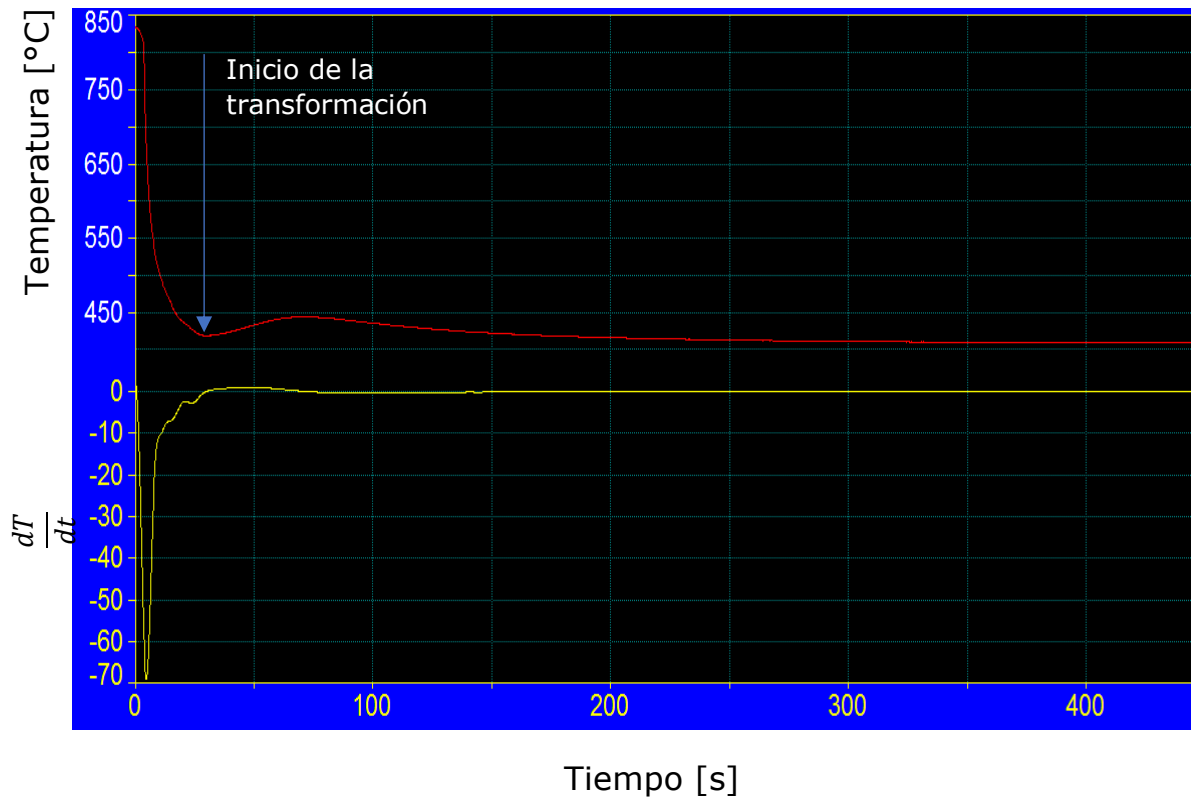


Figura 34. Curva de enfriamiento por arriba de la temperatura M_s , línea roja es el experimento realizado y línea amarilla es la primera derivada.

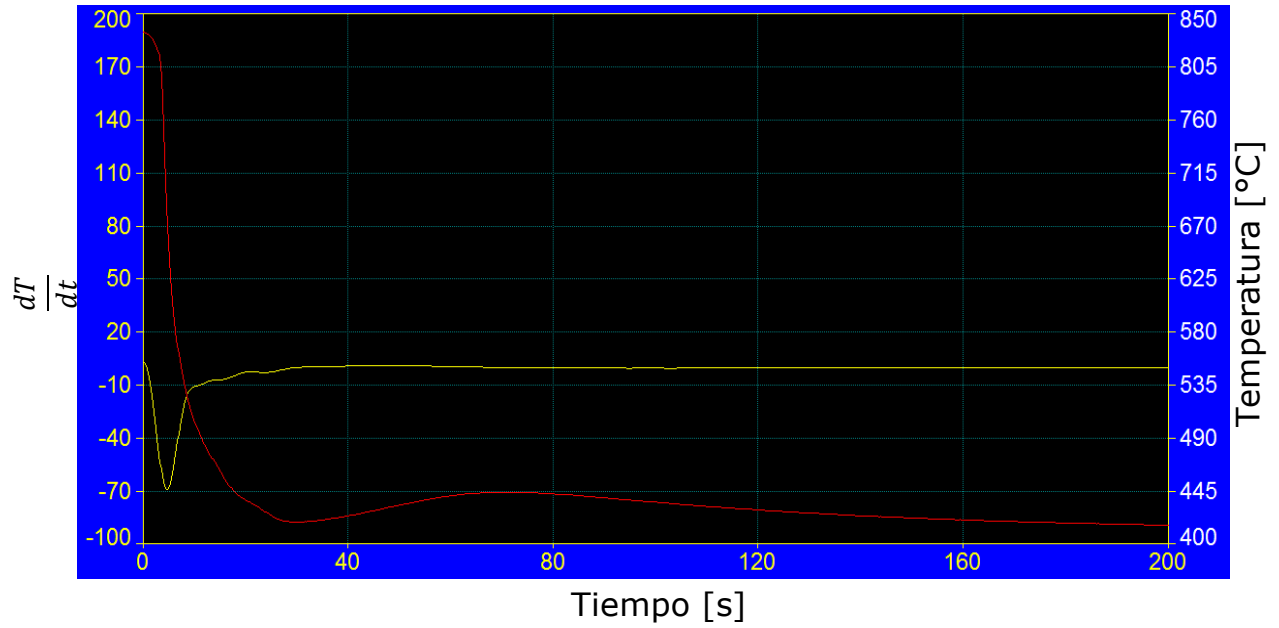
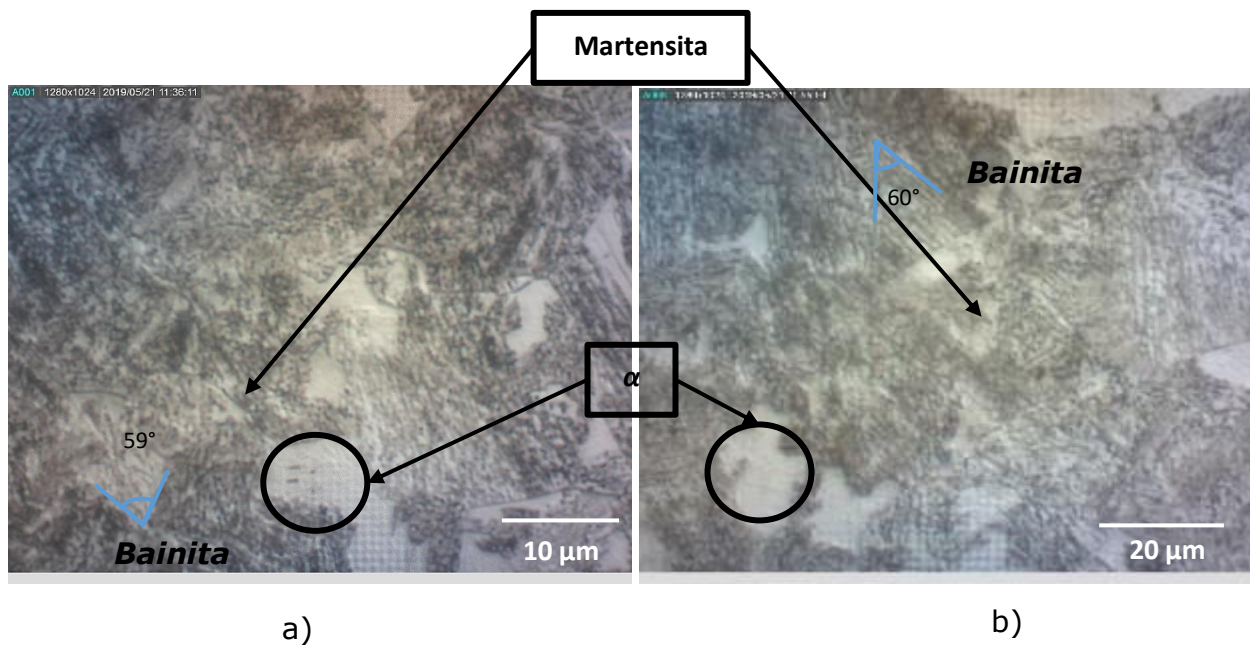


Figura 35. Ampliación de la curva de enfriamiento por arriba de M_s , línea roja es el experimento realizado y línea amarilla es la primera derivada.



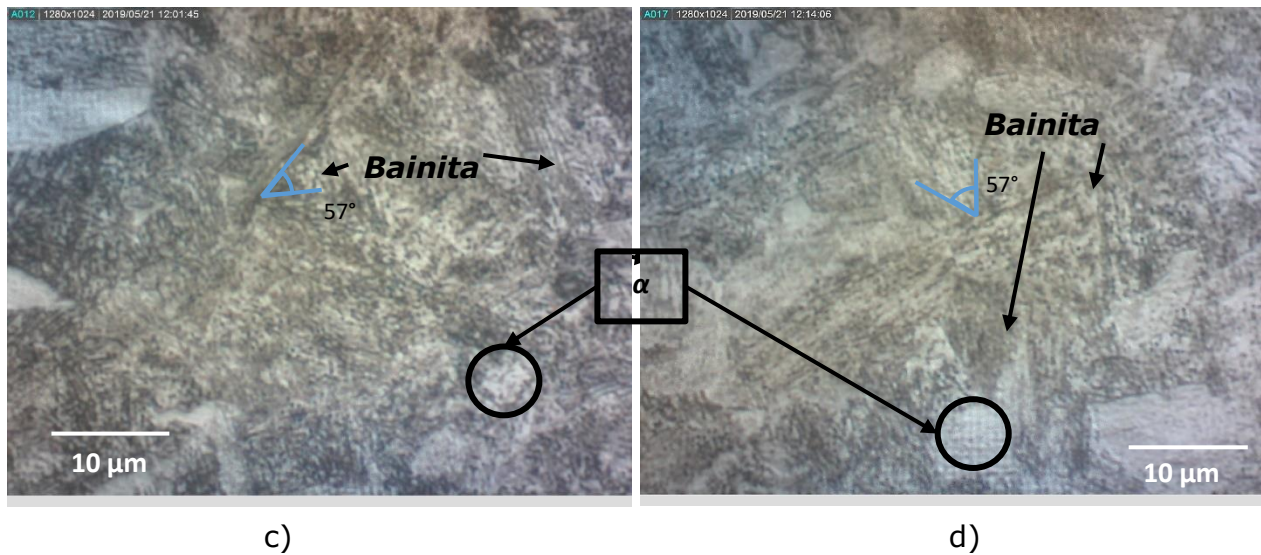


Figura 36. Metalografía del acero 4140 a diferentes tiempos de transformación, atacada con Nital 2, todas observadas a 2385X, a)1 min, b) 2 min, c) 3 min y d) 4 min.

Tabla 8. Durezas a diferentes tiempos de transformación de la bainita.

Tiempo	HRC
1 minuto	40 ± 0.10
2 minutos	38.33 ± 1.52
3 minutos	35 ± 1.00
4 minutos	38.6 ± 3.05

Capítulo IV

Conclusiones

- ✓ Las temperaturas experimentales $A_1(761^\circ\text{C})$ y $A_3(781^\circ\text{C})$ difiere aproximadamente 20°C y 1°C respectivamente con la que se reporta en la literatura para un acero 4140.
- ✓ El inicio de la transformación martensítica M_s (363°C) experimental varía 20°C con la que se reporta en la literatura para un acero 4140.
- ✓ Al obtener la bainita y martensita en la comprobación de M_s , no se alcanzó el 100% en la transformación debido a la aparición de la ferrita proeutectoide, pero se corroboró la temperatura de M_s .
- ✓ Con el método del análisis térmico se pudo determinar el inicio de la transformación bainítica para el acero 4140.
- ✓ El inicio de la transformación bainítica inferior inicia cuando hay una liberación exotérmica debido a que hay un cambio en la estructura cristalina.
- ✓ No se pudo encontrar el final de la transformación bainítica con el método del análisis térmico debido a cambios rápidos en la transformación.
- ✓ La implementación del análisis térmico de las curvas obtenidas es un método fácil, rápido y accesible para obtener información del material como las temperaturas A_1 , A_3 , M_s y el inicio de la transformación bainítica.

Capítulo V

Bibliografía

1. Apraiz Barreiro, J. (1974). Tratamientos térmicos de los aceros. 8th ed. MADRID: DOSSAT, pp.136-138.
2. Akstens, Frank W., Allen, C. Michael. (1990). ASM Handbook Volume 1 Properties and Selection: Irons, Steels, and High Performance Alloys. 10th Ed. USA: ASM international Handbook.
3. Pereloma, Elena, Edmonds, David V., Embury, D. (2012). Phase Transformations in Steels. Volumen 1: fundamentals and difusión-controlled transformations. 1st ed. UK: WOODHRAD PUBLISHING, pp. 276-278.
4. Aaronson, Hubert I., Abraham John K. (1985). ASM Handbook Volume 9 Metallography and Microstructures. 9th Ed. USA: ASM international Handbook, pp 329, 1436, 1446
5. Groover, M. (1997). Fundamentos de manufactura moderna: materiales, procesos y sistemas. 1st ed. México: PERSON Prentice Hall, pp.150-152.
6. Shackelford, J. (1995). Ciencia de materiales para ingenieros. 3rd ed. México: Pearson Educación, pp. 270-274.
7. Blázquez Martínez, V. & Lorenzo Esteban, V. (2014). Ingeniería y ciencia de los materiales. 1st ed. España: EXTRA, p.231.
8. Krauss, G. (2005). STEELS Processing Structure, and Performance. 5th ed. Ohio: ASM International, pp.60-62.

9. Fidalgo Sánchez, J., Fernández Fernández, M. and Fernández Fernández, N. (2016). TECNOLOGÍA INDUSTRIAL II. 1st ed. Madrid: Paraninfo, pp.70-71.
10. <http://www.directindustry.es/prod/netzsch-geraetebau-gmbh/product-39926-1633957.html> recuperado 25/02/19
11. <http://www.proquinorte.com/es/productos/analisistermico/documentos/Dilatometria.pdf> recuperado 25/02/19
12. Gonzáles, Jorge L. (2003). Metalurgia Mecánica. 1st ed. México. Editorial LIMUSA, pp 135
13. Incropera P. Frank., y De Witt David P. (1999). Fundamentos de Transferencia de calor. 5 ed. México. Prentice Hall, pp 3
14. Bravo, A., Schouwenaars R., y Ortiz A., (2010). Desarrollo de las técnicas de producción y estudio de la solidificación de las aleaciones Cu-Mg-Sn para aplicaciones tribológicas. *Ingeniería Mecánica. Tecnología y Desarrollo* (4). pp 151
15. Marchwica, Paul C. (2012). Microstructural and Thermal Analysis of Aluminum-Silicon and Magnesium-Aluminum Alloys Subjected to High Cooling Rates (tesis de licenciatura) University of Windsor, Canadá.
16. Vander Voort, G. F. (2007). Atlas of Time-Temperature Diagrams for Iron and Steels. 4th ed. USA. ASM international pp. 33

Anexo

Program: FE-10

11/16/2018 12:21:44 PM

Comment: FACULTAD DE QUIMICA UNAM ACEROS BAJA ALEACION

Single spark(s)

Elements: Concentration

Muestra No: ACERO 4140

Quality:

Usuario: BAUTISTA ZEQUERA CESAR

Analista: DR. ADRIAN M. AMARO VILLEDA

Comentario: PROYECTO

No	C %	Si %	Mn %	P %	S %	Cr %	Mo %	Ni %	Al %
1	0.511	0.1891	0.892	0.0138	0.0260	0.771	0.1736	0.0680	0.0096
2	0.517	0.1890	0.899	0.0143	0.0266	0.773	0.1738	0.0677	0.0087
3	0.511	0.1935	0.927	0.0162	0.0312	0.787	0.1774	0.0726	0.0087

No	Co %	Cu %	Nb %	Ti %	V %	Pb %	Fe %
1	0.0096	0.1968	<0.0000	0.0031	<0.0000	0.0051	97.1
2	0.0095	0.1971	<0.0000	0.0031	<0.0000	0.0052	97.1
3	0.0101	0.2094	0.0012	0.0033	<0.0000	0.0051	97.0

Program: FE-10

11/16/2018 12:21:44 PM

Comment: FACULTAD DE QUIMICA UNAM ACEROS BAJA ALEACION

Average (n=3)

Elements: Concentration

Muestra No: ACERO 4140

Quality:

Usuario: BAUTISTA ZEQUERA CESAR

Analista: DR. ADRIAN M. AMARO VILLEDA

Comentario: PROYECTO

	C %	Si %	Mn %	P %	S %	Cr %	Mo %	Ni %	Al %
\bar{x}	0.513	0.1906	0.906	0.0148	0.0280	0.777	0.1749	0.0694	0.0090

	Co %	Cu %	Nb %	Ti %	V %	Pb %	Fe %
\bar{x}	0.0097	0.2011	0.0003	0.0032	<0.0000	0.0052	97.1

Figura 37. Composición del acero 4140 que se obtuvo por medio del espectrómetro de emisión atómica.



Figura 38. Equipo montado para obtener las curvas experimentales.

Type: 4137/4140

Composition: Fe - 0.37% C - 0.77% Mn - 0.98% Cr - 0.21% Mo
Grain size: 7-8 Austenitized at 843°C (1550°F)

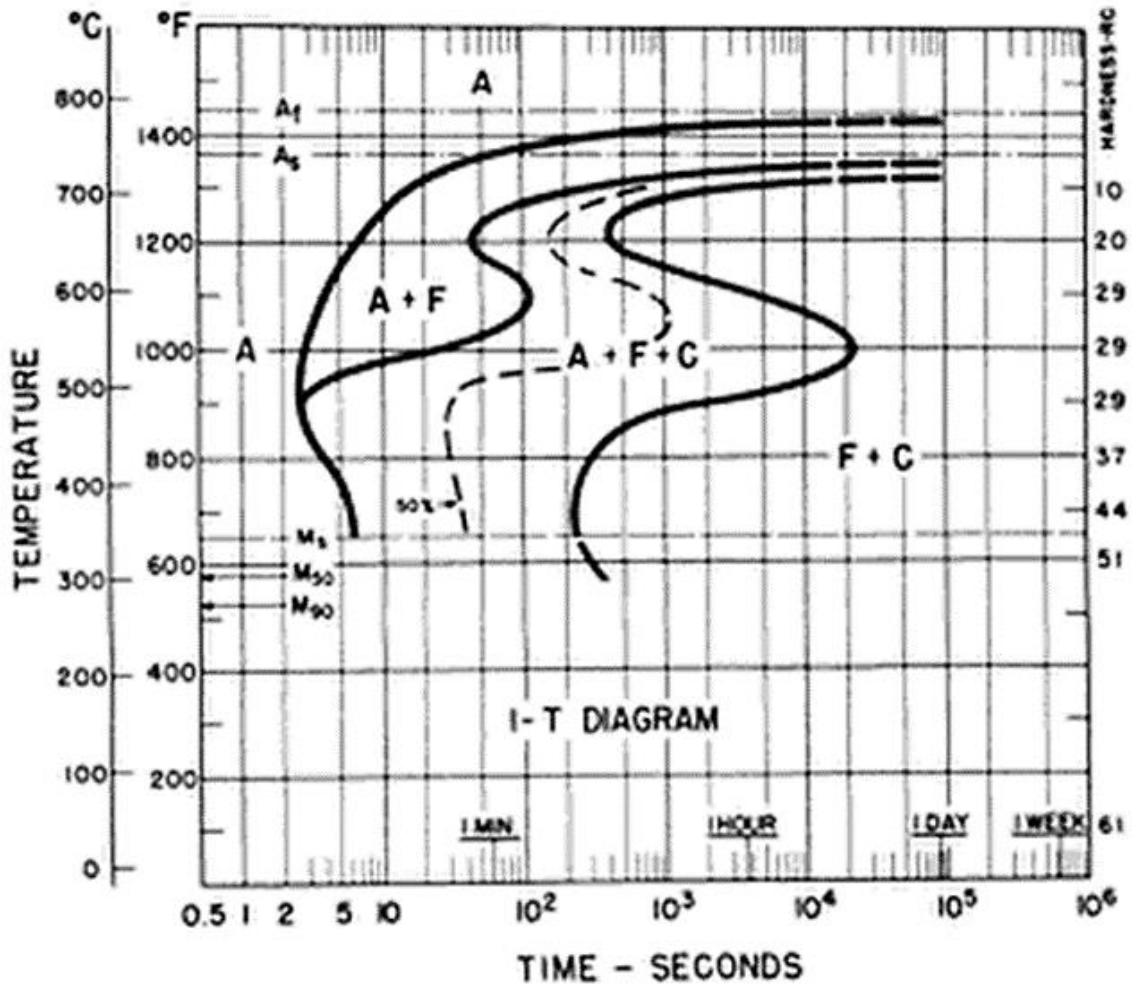


Figura 39. Curva de Tiempo-Temperatura-Transformación de un acero 4140