UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUÍMICA

"INFLUENCIA DEL TIEMPO Y TEMPERATURA DEL BAÑO DE SALES DURANTE EL AUSTEMPERIZADO SOBRE LA RESISTENCIA AL DESGASTE, DUREZA BRINELL Y VELOCIDAD DE CORROSION DE UN HIERRO NODULAR ALEADO CON CROMO Y MOLIBDENO"

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

PRESENTA

ROBERTO OLVERA VEGA

Ciudad Universitaria, CDMX, 2019

Universidad Nacional Autónoma de México
UNAM
Biblioteca Central
Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

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: M. en M. Arturo Alejandro Sánchez Santiago

VOCAL: M. en C. Balbina Ojeda Ramírez

SECRETARIO: M. en I. Agustín Gerardo Ruíz Tamayo

1er. SUPLENTE: I.Q.M. Héctor Israel Quiroga Herrera

2° SUPLENTE: M. en M. Eusebio Cándido Atlatenco Tlapanco

SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:

Laboratorio 009, 003, Talleres Pesados, Edificio D, Facultad de Química, UNAM.

ASESOR DEL TEMA:

M. en I. Agustín Gerardo Ruiz Tamayo.

SUPERVISOR TÉCNICO (Si lo hay):

M. en M. Eusebio Cándido Atlatenco Tlapanco

SUSTENTANTE(S):

Roberto Olvera Vega

Contenido

Capítulo 1. Introducción 1

Capítulo 2. Antecedentes 3

2.1) Clasificación de los hierros fundidos 4

2.2) Propiedades de los hierros nodulares con carburos (CDI). 7

2.3) Tratamientos térmicos en hierros colados 11

2.4) Austemperizado en hierro colados 11

2.5) Importancia del análisis térmico en el austemperizado 16

2.6) Desgaste 17

2.7) Corrosión 19

2.7.1. Técnicas electroquímicas 20

2.7.2. Potencial de corrosión a circuito abierto (E vs t) 20

2.7.3. Polarización 21

2.7.4. Extrapolación de Tafel 22

2.7.5. Técnica electroquímica para el control de la corrosión: Resistencia a la Polarización (RP) 27

2.8) Diseño de Experimentos Factorial 2^k 29

2.9. Hipótesis 31

2.10. Objetivos 32

Capítulo 3. Desarrollo experimental 33

3.1) Selección de material 33

3.2) Diseño de experimentos 33

3.3) Corte del material para los experimentos de austemperizado 34

3.4) Caracterización del material antes del austemperizado. 36

3.5) Ensayo de dureza del material antes y después del austemperizado. 36

3.7) Tratamiento de austemperizado 37

3.8) Ensayo de desgaste. 39

3.8.1) Procedimiento de ensayo de desgaste. 39

3.9) Ensayo de corrosión mediante las pruebas electroquímicas de curvas de polarización, extrapolación de Tafel y Resistencia a la polarización (Rp). 42

3.10) Análisis de las variables establecidas de acuerdo al diseño de experimentos. 43

Capítulo 4. Resultados y Discusión 44

4.1) Composición química del hierro nodular base CDI. 44

4.2) Caracterización del material antes del austemperizado (%nodularidad, densidad y tamaño de nódulos, matriz-cuantificación de carburos).....45

4.3) Aproximación de la temperatura de transformación martensítica. 46

4.4) Austemperizado aplicado al diseño de experimentos Factorial 54

4.5) Ensayo de dureza con y sin austemperizado.....64

4.6) Ensayo de desgaste con y sin austemperizado.....68

4.7) Ensayo de extrapolación de Tafel y Resistencia a la Polarización (Rp). 70

4.8) Análisis de variables establecidas de acuerdo al diseño de experimentos (Tabla Anova y diagrama de Pareto) 74

Capítulo 5. Conclusiones.....76

Capítulo 6. Bibliografía:.....77

Anexo 81

Índice de Tablas:

Tabla 1.- Composiciones típicas de los hierros colados. 4

Tabla 2.- Clasificación de las clases de hierros nodulares de acuerdo a la norma ASTM A 536 [4]. 6

Tabla 3.- Guía de carbono equivalente para hacer un hierro CADI en función al espesor de la pieza [1]. 8

Tabla 4.- Composición química sugerida para un hierro CADI [1]. 8

Tabla 5.- Factores bajo estudio a 2 niveles. 34

Tabla 6.- Conteo del número de piezas mínimas necesarias para las experimentaciones. 34

Tabla 7.- Dimensiones de las piezas. 35

Tabla 8.- Descripción de las condiciones de trabajo de cada una de las piezas austemperizadas, así como su identificación. 38

Tabla 9.- Composición química de la pieza a trabajar. 44

Tabla 10.- Caracterización microestructural del hierro nodular con carburos (CDI). 46

Tabla 11.- Descripción de las condiciones de trabajo de cada una de las piezas, así como su identificación. 47

Tabla 12.- Caracterización microestructural de la pieza a: T=160°C y t=120 minutos. 49

Tabla 13.- Caracterización microestructural de la pieza sometida a: T=160°C y un tiempo de t=45 minutos. 50

Tabla 14.- Caracterización microestructural de la pieza a: T=210°C y t=45 minutos. 52

Tabla 15.- Caracterización microestructural de la pieza a: T=210°C y t=120 minutos. 53

Tabla 16.- Caracterización microestructural y dureza de la pieza a: T=325°C y t=45 minutos. 55

Tabla 17.- Caracterización microestructural y dureza de la pieza a: T=325°C y t=120 minutos. 57

Tabla 18.- Caracterización microestructural y dureza de la pieza a: T=400°C y t=45 minutos. 59
Tabla 19.- Caracterización microestructural de las piezas sometidas a: T=400°C y t=120 minutos. 60
Tabla 20.- Caracterización microestructural de la pieza templada a T=28°C. 62
Tabla 21.- Comparación de porcentaje de carburos respecto a las condiciones de trabajo. 62
Tabla 22.- Resultados del ensayo de dureza Brinell. 64
Tabla 23.- Valores obtenidos para ensayo de dureza Rockwell C. 65
Tabla 24.- Resultados finales del ensayo de desgaste. 68
Tabla 25.- Resultados obtenidos después de trazar las rectas de Tafel. Los valores de velocidad de corrosión están dados en milímetros por año (mmpy). 72
Tabla 26.- Resultados de Resistencia a la Polarización y velocidades de corrosión. 73
Tabla 27.- Tabla Anova. 74
Tabla 28.- Resultados del ensayo de desgaste de todas las piezas bajo tratamiento térmico y la pieza testigo. 81

Índice de Figuras

Figura 1.- Diagrama de fases estable (línea punteada) y diagrama de fases metaestable (línea continua) [3]. 3
Figura 2.- Comparación de las diferentes maneras en que se encuentra presente el carbono grafito libre. 6
Figura 3.- Matriz perlítica y matriz ferrítica. 9
Figura 4.- Ejemplo de una microestructura de un hierro CADI [9]. 9
Figura 5.- Diagrama de un ciclo térmico de austemperizado para un CDI. 11
Figura 6.- Diagrama de fases TTT para un hierro dúctil con una composición de 3.3% C, 2.5% Si y 0.29% Mn [13]. 12
Figura 7.- Representación esquemática de una ventana de proceso de austemperizado [15,16]. 15
Figura 8.- Cuatro distintas configuraciones para maquinas abrasivas de prueba de desgaste. 18
Figura 9.- Diagrama de polarización, en coordenadas logarítmicas, para un electrodo mixto. 24
Figura 10.- Determinación experimental de las pendientes de Tafel [22]. 25
Figura 11.- Representación de una curva de extrapolación de Tafel [26]. 26
Figura 12.- Representación esquemática de la celda electroquímica y el arreglo experimental sugerido para pruebas de RPL [29]. 29
Figura 13.- Pieza empleada del hierro CDI para su posterior seccionamiento. 33
Figura 14.- a) Equipo sugerido para prueba de desgaste bajo norma [26] y b) equipo diseñado según las especificaciones necesaria [30]. 39
Figura 15.- Balanza analítica marca Ohaus, modelo PA 224. 40
Figura 16.- a) Colocación del pin para la prueba y b) Equipo empleado para la prueba de desgaste, se muestra la continua medición de los RPM. 41
Figura 17.- Photo thachometer modelo SM 6234 E utilizado durante la prueba de desgaste para la medición de los RPM. 41
Figura 18.- a) Potencioastato ACM instruments GillAC y b) Maquina donde se guardan de manera automática los datos obtenidos. 42

Figura 19.- Microestructura del hierro nodular con carburos (CDI) sin tratamiento térmico (pieza blanco o testigo) a) sin ataque a 10x, b) con ataque usando Nital 2 tomada a 10x y c) con ataque usando reactivo especial a 10x... 45
Figura 20.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x. Condiciones de trabajo: T=160°C y t=120 min. 48
Figura 21.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=160°C y t=45 minutos. 49
Figura 22.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=210°C y t=45 minutos 51
Figura 23.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=210°C y t=120 minutos 52
Figura 24.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=325°C y t=45 minutos. 54
Figura 25.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=325°C y t=120 minutos 56
Figura 26.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=400°C y t=45 minutos. 57

Figura 27.-microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=400°C y t=120 minutos. 59
Figura 28.- Microestructura del hierro a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo fue un temple directo en agua a temperatura de 28°C homogenizada con aire a presión..... 61
Figura 29.- Comparación de durezas a una misma temperatura en baño de sales (400°C) pero a diferentes tiempos (120 y 45 minutos respectivamente). .. 66
Figura 30.- Comparación de durezas a una misma temperatura en baño de sales (325°C) pero a diferentes tiempos (120 y 45 minutos respectivamente). .. 67
Figura 31.- Gráfica comparativa de las diferencias de pesos obtenidas después del ensayo de desgaste, se considera la pérdida de peso acumulada durante los 120 minutos de tiempo del ensayo. 69
Figura 32.- Comparación de curvas de polarización del hierro CADI. 70
Figura 33.- Gráfica con el trazado de las rectas de Tafel y obtención del valor Log Icorr. 71
Figura 34.- Diagrama de Pareto. 75

Capítulo 1. Introducción

Desde 1990 la industria ha descubierto varios materiales y procesos que combinados exhiben sorprendentemente una buena resistencia al desgaste, pero estando dentro de una clasificación diferente de un hierro blanco o de Hierro Dúctil Austemperizado (ADI por sus siglas en inglés). Estos combinan varios medios térmicos, mecánicos para la introducción de carburos y elementos de aleación en los hierros dúctiles. Todos ellos son subsecuentemente tratados térmicamente por el proceso de austemperizado.

Los carburos que se presentan son conocidos por sus elementos de aleación fuertes en resistencia al desgaste comparado con otros materiales y se producen fácilmente, sin embargo, estos carburos no se usan directamente debido a su alta fragilidad. Se combinan con algunos materiales como lo es el hierro dúctil, el cual tiene diferentes aplicaciones industriales, pero que carece de resistencia al desgaste; esta propiedad se ha incrementado debido a la introducción de carburos en el hierro dúctil. Los carburos se forman en la matriz ausferrítica del hierro dúctil a causa del ajuste de la composición química [1].

Las fundiciones CADI (Carbidic Austempering Ductile Iron) se obtienen mediante el tratamiento térmico de austemperizado de fundiciones de hierro con grafito esferoidal que contienen carburos dispersos en la matriz. Como resultado, se obtiene una microestructura final consistente en un volumen dado de carburos inmersos en una matriz ausferrítica. Este material exhibe una adecuada tenacidad gracias a la matriz ausferrítica, así como una excelente resistencia al desgaste debido a la presencia de carburos. Se considera que tanto la fracción en volumen de carburos como la característica de la ausferrita, pueden controlarse para proveer un amplio rango de propiedades mecánicas [2].

Lo necesario para la producción de un CADI es un hierro dúctil de alta calidad con un contenido apropiado de aleantes promotores de carburos como lo son: el manganeso, cromo, molibdeno y vanadio.

El Carbono Equivalente (C.E.) se calcula a partir de los contenidos de Carbono, Silicio y Fósforo en el hierro, esta fórmula da una referencia para conocer un poco del comportamiento de la fundición y algunas de sus propiedades al igual que las fases y/o microconstituyentes que pueden estar presentes al realizarse el enfriamiento. Se usa también principalmente para conocer si el hierro en cuestión es hipoeutéctico o hipereutéctico, la fórmula general se muestra a continuación.

$$Carbono\ equivalente\ CE = \%C + 1/3(\%Si + \%P)$$

La necesidad de la producción de una pieza que sea de un alto estándar, debido a los procesos que tuvo que pasar al igual que cumpla con requerimientos de alta demanda, lleva a buscar una variable en el proceso de creación para ampliar la vida útil sin dañar las propiedades o la creación de defectos que puedan afectar a la pieza en cuestión. Se busca una alternativa a lo que es un hierro nodular con carburos (CDI) que vinculándolo a un proceso alternativo pueda tenerse un producto acabado con una mayor vida útil y una mejora notable en algunas de sus propiedades como son: resistencia a un ambiente corrosivo y una vida útil más larga.

Los tratamientos térmicos que se emplean para este tipo de aleación pueden ser varios, desde lo que es un temple y revenido, hasta un tratamiento isotérmico, cuya importancia ha ido creciendo en los últimos 10 años para la obtención de un hierro nodular con carburos austemperizado. La relación costo/beneficio que da este tipo de piezas después del tratamiento térmico es mucho mejor a aquellas piezas obtenidas de acero de baja aleación o de forja, por lo que empiezan a llamar enormemente la atención su posible uso.

En el presente trabajo se estudia el efecto del tiempo y temperatura durante el baño de sales en el proceso de austemperizado, que repercute directamente en la microestructura y como consecuencia, en las propiedades mecánicas (dureza y desgaste), además se realizaron pruebas de corrosión en un ambiente marino simulado.

Capítulo 2. Antecedentes

Los hierros colados son materiales cuyos contenidos de carbono varían teóricamente entre (2.1 a 6.7%); aunque en la práctica estos porcentajes se limitan en la mayoría de los casos entre 2.7 y 3.7%. Un hierro colado es una aleación ferrosa que contienen hierro, carbono, silicio, magnesio, fósforo y azufre como elementos aleantes principales, dependiendo de la velocidad de enfriamiento y de los tratamientos al metal líquido. El hierro colado puede solidificar siguiendo el diagrama de fases estable Fe-G o el diagrama de fases metaestable Fe-Fe_3C [20]. En la **Figura 1** se muestran ambos diagramas definiendo con diferentes líneas entre estable y metaestable.

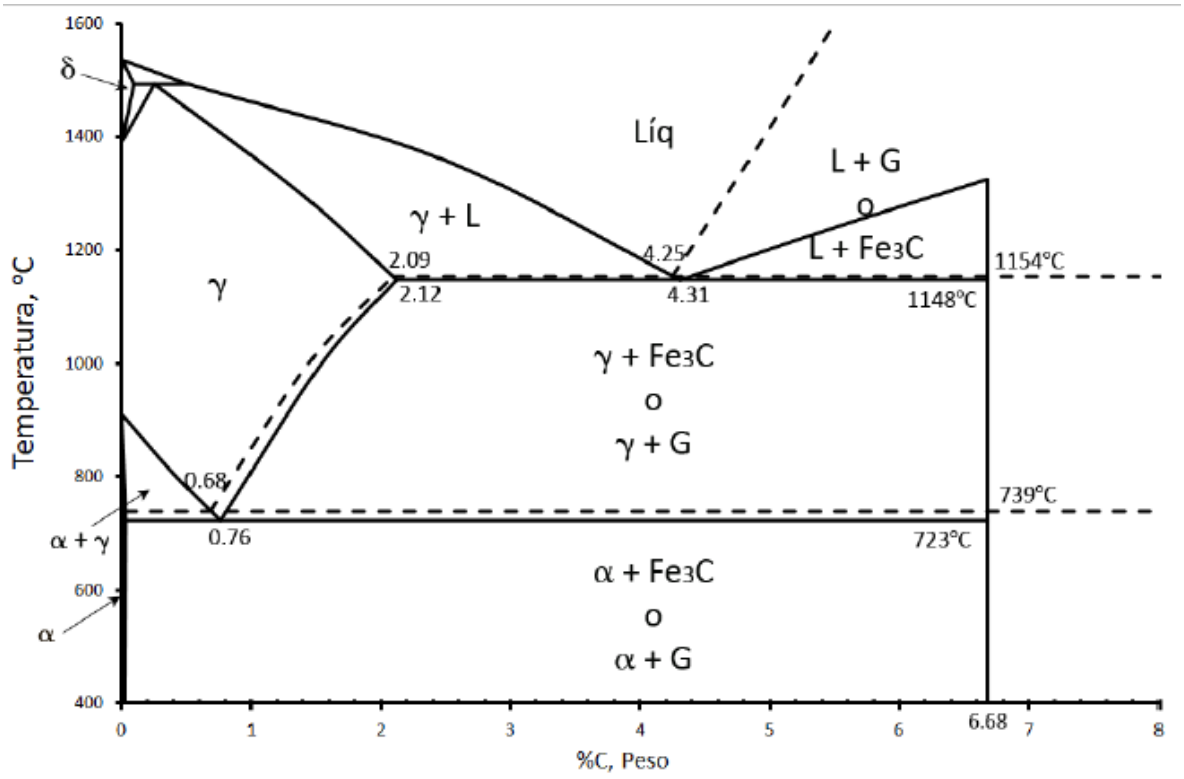


Figura 1.- Diagrama de fases estable (línea punteada) y diagrama de fases metaestable (línea continua) [3].

Algunos autores difieren de este criterio generalizado como son los casos de Sídney Avner (Avner, 1970), que sitúa el contenido de carbono para los hierros colados

comerciales entre 2.5 y 4 %. Por otra parte, en Southwell et al 1990, se establece que los hierros colados comerciales se encuentran entre un 2 y un 4%. Los elementos que siempre se encuentran presentes en los hierros colados son carbono, manganeso, silicio, fósforo y azufre, **Tabla 1**; aunque en algunos casos se encuentran: níquel, cobre, cromo.

Tabla 1.- Composiciones típicas de los hierros colados.

Elemento	Hierro gris (%)	Hierro blanco (%)	Hierro maleable (blanco fundido) (%)	Hierro dúctil (%)
Carbono	2.5-4.0	1.8-3.6	2.00-2.60	3.0-4.0
Silicio	1.0-3.0	0.5-1.9	1.10-1.60	1.8-2.8
Manganeso	0.25-1.0	0.25-0.80	0.20-1.00	0.10-1.00
Azufre	0.02-0.25	0.06-0.20	0.04-0.18	0.03 máx
Fósforo	0.05-1.0	0.06-0.18	0.18 máx	0.10 máx

Fuente: C.F. Walton (ed.), *Iron Castings Handbook*, Iron Castings Society, 1981.

2.1) Clasificación de los hierros fundidos

Según el método de obtención de los hierros colados y atendiendo al estado o forma del grafito se clasifican (según Suliaev, 1978, Hardbroken, 166, Iron Casting Society, 1981) en:

2.1.1) Fundiciones blancas: Se caracterizan porque en ellas todo el carbono se va a encontrar combinado con el hierro. Las fases y/o microconstituyentes que presentan son: perlita, cementita libre y ledeburita transformada. En ellas la zona fracturada presenta un color blanquecino caracterizándose además por:

- Elevada dureza.
- Elevada fragilidad.
- Baja maquinabilidad.
- Elevada resistencia al desgaste.

2.1.2) Fundiciones grises: Se caracterizan porque la mayor parte del carbono se encuentra en estado libre con morfología laminar. Presenta las siguientes características:

- Buena maquinabilidad.
- Elevada resistencia al desgaste.
- Alta dureza.

Por su forma son capaces de amortiguar vibraciones. Atendiendo a su estructura las fundiciones grises se dividen en:

- Fundición gris perlítica.
- Fundición gris ferrito-perlítica.
- Fundición gris ferrítica.

2.1.3) Fundición de hierro nodular (esferoidal): Se caracterizan porque el carbono se encuentra en forma de grafito esferoidal. Esta fundición se obtiene añadiendo magnesio o cerio a la carga de metal fundido durante el proceso de fundición. El magnesio es el principal elemento que se le adiciona para promover que el carbono grafito libre presente una morfología esferoidal y no en forma de hojuelas.

Presenta las siguientes propiedades:

- Mayor ductilidad.
- Mayor resistencia térmica.
- Mejor resistencia al desgaste.

La forma característica del hierro dúctil es producida por el magnesio presente en la aleación, los cambios significativos del grafito se encuentran en la **Figura 2.**

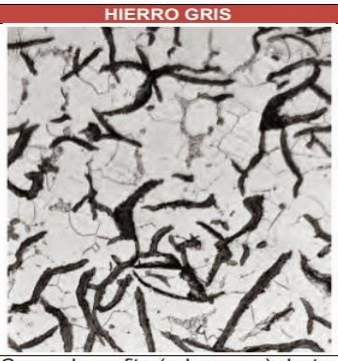
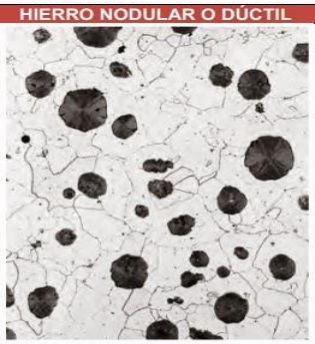
HIERRO BLANCO	HIERRO GRIS	HIERRO NODULAR O DÚCTIL
		
Las regiones blancas muestran cementita rodeadas por perlita, que posee una estructura laminar de ferrita y cementita. 500x.	Copos de grafito (color negro) dentro de una matriz ferrítica. 400x.	Nódulos de grafito (color negro) dentro en una matriz ferrítica. 200x.

Figura 2.- Comparación de las diferentes maneras en que se encuentra presente el carbono grafito libre.

La clasificación de los hierros dúctiles se basa en sus propiedades, que se encuentran establecidos en la norma ASTM A536 (**Tabla 2**), de donde se toman los valores de resistencia a la tracción (en ksi o MPa), el límite elástico (en ksi o MPa) y porcentaje de elongación. [4].

Tabla 2.- Clasificación de las clases de hierros nodulares de acuerdo a la norma ASTM A 536 [4].

Clase	Dureza (HB)	σ tensión (MPa)	σ tensión (Ksi)	σ cedencia (MPa)	σ cedencia (Ksi)	Elongación %	Módulo de Young (GPa)	Aplicaciones
60-40-18	167	414	60	276	40	18	169	Partes de contenedores de presión
65-45-12	167	448	65	310	45	12	168	Componentes de máquinas sujetas a cargas de fatiga
80-55-06	192	552	80	379	55	6	168	Cigüeñales, engranes, rodillos
100-70-03	---	689	100	483	70	3	---	Engranes de alta resistencia y dureza y componentes mecánicos
120-90-02	331	827	120	621	90	2	164	Piñones, engranes, rodillos

2.2) Propiedades de los hierros nodulares con carburos (CDI).

Se empieza por definir que son los hierros nodulares con carburos (CDI), son aquellos que se obtienen a partir de tener un excelente control del silicio al igual que de la inoculación que se realiza en el metal líquido, para que ésta sea mínima y así precipitar carburos ledeburíticos. Otro de los factores que influyen dentro de este tipo de hierros es la presencia de los elementos promotores de carburos (vanadio, cromo, molibdeno y titanio), un factor más que se puede manejar para obtener un CDI y posteriormente un CADI es ajustar el carbono equivalente para tener un hierro de composición hipereutéctica [1]. Para ser caracterizado como un CDI no existe una designación ASTM, sin embargo, se tienen como características principales los siguientes puntos:

- Carburos aleados presentes en la matriz desde un 10% hasta un 30%.
- Nodularidad de mínimo un 85%.
- Dureza final entre 444 y 555 BHN.
- Magnesio residual presente de 0.03 a 0.05%.
- Valores de prueba Charpy varían entre 4 y 20 pies/libras (5-27 J).

La cantidad de carburos presentes depende del uso que se le dé, variando de un rango entre 10% y 30% de carburos después de realizar el tratamiento de austemperizado. En este hierro se espera que los carburos ledeburíticos sean los que se disuelvan dentro de la austenita para dar paso a la ausferrita (ferrita acicular y austenita con alto contenido de carbono), la razón por la cual estos carburos se disuelven es por qué son menos estables, ya que se dan por control del %CE o por una elevada velocidad de enfriamiento [5]. Una de las propiedades de la ausferrita creada a partir del austemperizado es una alta resistencia abrasiva lo que cual le da su alto desempeño ante el desgaste [6].

Para garantizar el CADI se requiere que tenga un carbono equivalente muy controlado, como se muestra en la **Tabla 3.**

Tabla 3.- Guía de carbono equivalente para hacer un hierro CADI en función al espesor de la pieza [1].

Tamaño de sección	Rango de Carbón Equivalente
0 - 0.5 pulgadas (0-13mm)	4.4 – 4.6
0.5 – 2 pulgadas (13 – 51 mm)	4.4– 4.5
Más de 2 pulgadas (51 mm)	4.3 – 4.4

En lo que respecta a una composición química "ideal" para el CADI se encuentra en la literatura [5] una tabla como referencia y se hace mención en la **Tabla 4.**

Tabla 4.- Composición química sugerida para un hierro CADI [1].

Elemento	*% C*	*% SI*	*% P*	*% Mg*	*% S*	*% Mn*	*% Cu*	*%Ni*	*%Mo*	*%Cr*
Composición sugerida	3.6	2.5	0.04 Máx	(%S x 0.76) + 0.025	0.02 Máx	0.35 - 0.6	0.8 Máx	2.00 Máx	0.1 Máx	0.1 Máx

De acuerdo a la **Tabla 4**, el método más comúnmente empleado para producir una microestructura con presencia de carburos, se usan elementos promotores de carburos tales como titanio, Cromo y Molibdeno; la razón por la cual se utilizan éstos elementos es porque reducen el intervalo entre las temperaturas eutécticas de los diagramas estable y metaestable lo cual promueve una solidificación parcial o total de acuerdo al diagrama metaestable; al tener un alto contenido de estos elementos (relativo a comparación de un hierro nodular sin elementos promotores de carburo) hace que la cantidad de carburos se incremente. [7, 8].

En la **Figura 3** se puede observar las distintas matrices que pueden ser obtenidas, basadas en las velocidades de enfriamiento independientemente de solo tomar en cuenta lo que es la composición química. Mientras que la matriz perlítica tendrá una mayor dureza, la matriz ferrítica hará que la pieza muestre mayor ductilidad en comparación con una matriz perlítica. Es importante hacer notar que cada una contiene diferentes microconstituyentes.

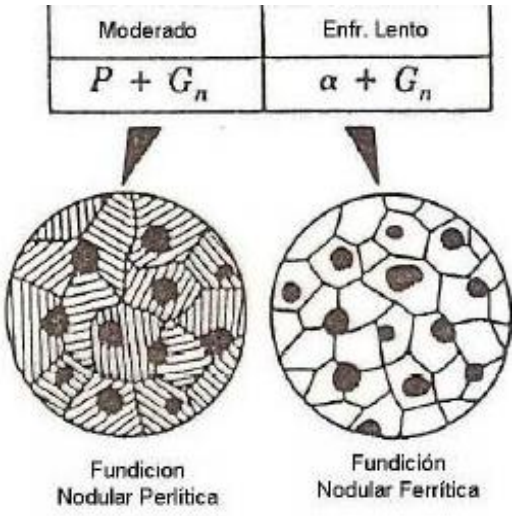


Figura 3.- Matriz perlítica y matriz ferrítica.

En la literatura se encuentra una metalografía de lo que es un hierro CADI como se ve en la **Figura 4**.

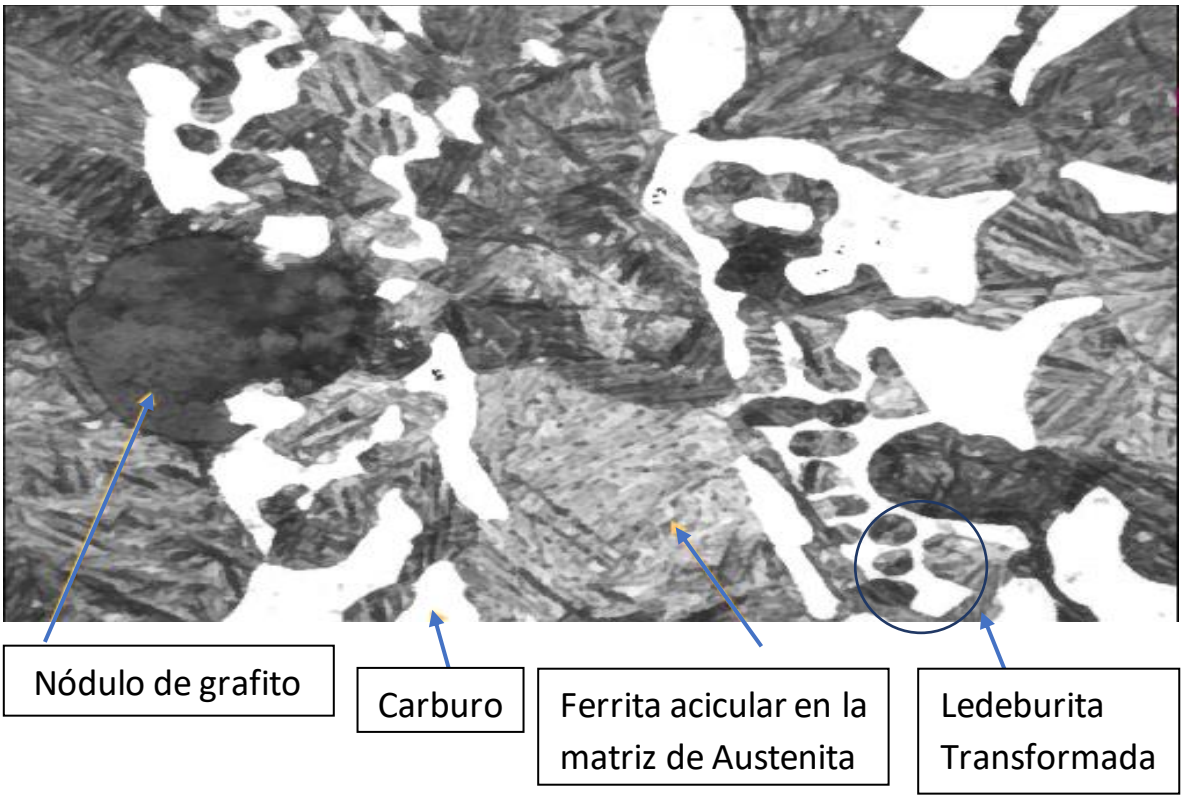


Figura 4.- Ejemplo de una microestructura de un hierro CADI [9].

En lo que respecta a los elementos de aleación y aleantes, cada uno de ellos tiene un efecto diferente dentro de los hierros nodulares modificando algunas de sus propiedades mecánicas.

Carbono: Es el elemento principal en cualquier aleación ferrosa ya que las fases y microconstituyentes presentes en la matriz constan de átomos de hierro y carbono.

Silicio: Incrementan el potencial de grafitización para las transformaciones eutéctica y eutectoide e incrementa el número de partículas de grafito. Incrementa la cantidad de ferrita y se reduce la resistencia a la cedencia y la tensión, pero aumenta el % de elongación [4]

Manganeso: Es utilizado comúnmente para mejorar las propiedades mecánicas de un hierro nodular, actúa como estabilizador de perlita, pero reduce la ductilidad y maquinabilidad [4].

Cobre: Promueve la formación de perlita para una alta resistencia con buena tenacidad y maquinabilidad, estabiliza la matriz y ayuda a que los carburos aleados precipiten de mejor manera [4]. Crea una barrera para la difusión del carbono, por lo que retarda el tiempo de austenización [10],

Níquel: Incrementa el potencial de grafitización durante la transformación eutéctica, pero decrece durante la transformación eutectoide, retrasa la difusión de carbono. Forma una solución sólida en la matriz por que incrementa la cantidad de perlita y aumenta la dureza y la resistencia [11].

Molibdeno: Decrece el potencial de grafitización incrementando la cantidad de carburos y perlita, esto como consecuencia aumenta la cantidad de carburos aleados de dicho elemento incrementando la dureza y la resistencia al desgaste [11]. Incrementa la solubilidad del carbono en la austenita y baja el coeficiente de difusión, incrementando el volumen de austenita estabilizada y disminuye el contenido de ferrita [10].

Cromo: Tiene una tendencia a la segregación más fuerte que el manganeso y también forma carburos de la forma Cr_3C, aumenta la tendencia a la porosidad e

incrementa de igual forma la dureza y la resistencia al desgaste disminuyendo la ductilidad del material [12].

2.3) Tratamientos térmicos en hierros colados

La definición de tratamiento térmico dada en el Metals Handbook es: “Una combinación de operaciones de calentamiento y enfriamiento controlados, de tiempos determinados aplicados a un metal o aleación en estado sólido en una forma tal que producirá propiedades deseadas”, como se puede observar en la **Figura 5.**

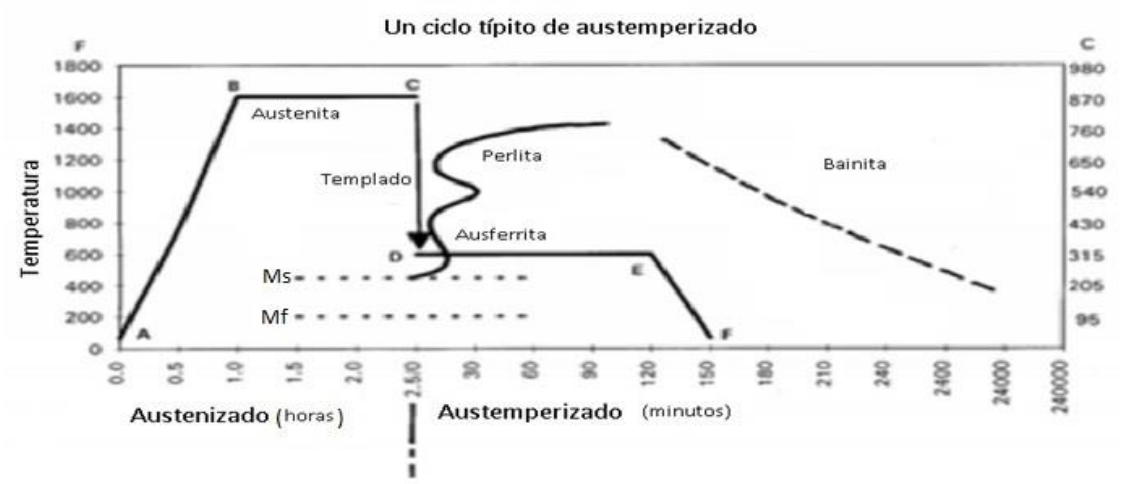


Figura 5.- Diagrama de un ciclo térmico de austemperizado para un CDI.

2.4) Austemperizado en hierro colados

El austemperizado se define como un tratamiento térmico que se le da a los hierros grises (nodulares en particular) para mejorar su dureza y sus propiedades al desgaste manteniendo un poco de la ductilidad que los caracteriza. El austemperizado consiste en llevar a la pieza a una temperatura entre 840 y 960°C por un tiempo determinado dependiendo del tamaño, posteriormente se enfría

rápidamente en un baño de sales, aceite caliente o una cama de un fluido mantenido isotérmicamente por un tiempo determinado entre 0.5 y 4 horas para completar la transformación; para el tratamiento dicho se utilizan los diagramas TTT (Diagrama de Transformación-Tiempo-Temperatura) como el mostrado en la **Figura 6** [13].

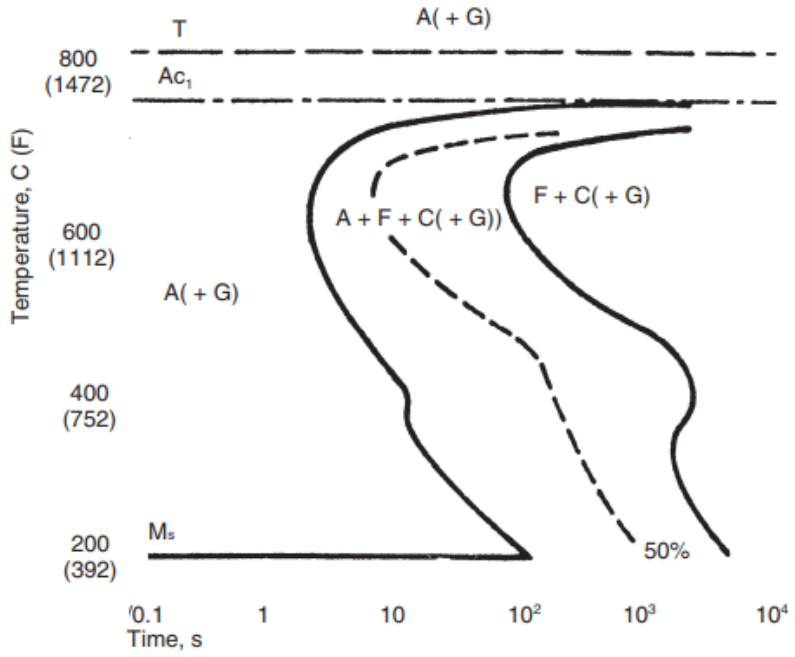


Figura 6.- Diagrama de fases TTT para un hierro dúctil con una composición de 3.3% C, 2.5% Si y 0.29% Mn [13].

La temperatura de austenización define el contenido de carbono dentro de la austenita al principio de la transformación isotérmica. Conforme aumenta la temperatura de austenización, el contenido de carbono presente en la austenita también se incrementa.

Para el austemperizado, el hierro nodular suele ser enfriado súbitamente en baños de sales o aceite caliente a una temperatura de 320 a 550 °C (610 a 1220 °F) [14]. El tiempo de mantenimiento requerido para la transformación máxima se determina por la temperatura del baño de templado y la composición del hierro. El efecto de la composición química de un hierro en el tiempo de retención puede ser considerable. Las adiciones de los aleantes, como níquel, cromo y molibdeno, aumentan el tiempo requerido para la transformación.

Durante el austemperizado, la ferrita nuclea fuera de la austenita, ésta se va enriqueciendo con carbono y se le conoce como ausferrita. Dependiendo de la temperatura de austemperizado la apariencia de la ferrita y la austenita cambia, a bajas temperaturas de austemperizado se puede ver más fina y pareciera estructura bainítica inferior, mientras que, a altas temperaturas su apariencia es como de plumas similar a la bainita superior.

La reacción primaria donde el carbono se deposita en la austenita hasta que ésta se vuelve estable a temperatura ambiente se muestra de acuerdo a la Reacción I, en dónde la Austenita (γ), cambia en austenita estabilizada saturada de carbono (γ_{hc}) y ferrita acicular(α) (conocida como ausferrita):

Reacción I: $\gamma \rightarrow \alpha + \gamma_{HC}$. [10]

El recuento de nódulos disminuye con espesores de sección más grandes, algunos de los defectos que llegan a encontrarse son micro grietas, vacancias, deterioración del grafito, segregación de los elementos aleantes y mal desarrollo de los carburos.

Un tiempo que conlleve ir más allá de la ventana de proceso para el tratamiento de austemperizado puede ocasionar que se presente la Reacción II:

Reacción II: $\gamma_{HC} \rightarrow \alpha$ + carburos. [10]

La segunda reacción provoca una mayor presencia de carburos ledeburíticos que por su naturaleza dura y frágil harán que la tenacidad y ductilidad del hierro CADI disminuyan demasiado por lo que esta reacción es totalmente indeseable [15].

Las principales variables a considerar dentro del tratamiento de austemperizado son:

- Temperatura de austemperizado o isotérmica: Puede variar de las propiedades que se busquen en un CADI, conforme a mayor temperatura se tendrá una mayor elongación y resistencia a la fractura, pero una menor dureza; cuando la temperatura de austemperizado es menor a 350°C, se

tendrá una gran dureza y una excelente resistencia al desgaste, pero baja resistencia a la fractura. Para lograr la presencia de ausferrita a temperatura del baño de sales que se maneja deberá estar en el rango de 215 a 400°C, el traslado de la pieza debe ser lo suficientemente rápido para evitar la transformación perlítica o ferrítica, todo esto si se intenta obtener las máximas propiedades de la pieza [14].

- Tiempo de austemperizado: Si es muy corto tendrá una alta dureza, pero baja ductilidad y baja resistencia a la fractura, en cambio, si es demasiado largo (más allá de la ventana del proceso) puede ocurrir una segunda reacción donde la ausferrita cambia a carburos frágiles y ferrita, teniendo como consecuencia una disminución de todas las propiedades. El rango de tiempo utilizado para el tratamiento de austemperizado corresponde de 1 a 4h. Un tiempo correcto o ideal de austemperizado debe guiar a una estructura libre de martensita (presente a tiempos muy cortos de permanencia) y libre de carburos precipitados (presente a tiempos muy largos de permanencia) [14].

La ventana de proceso se define como el intervalo de tiempo donde se completa la primera reacción y comienza la segunda reacción. Los elementos aleantes como el cromo, el molibdeno y el níquel son generalmente los adicionados para abrir dicha ventana de proceso. Todo queda ejemplificado en la **Figura 7** donde se muestra lo que es la ventana de proceso.

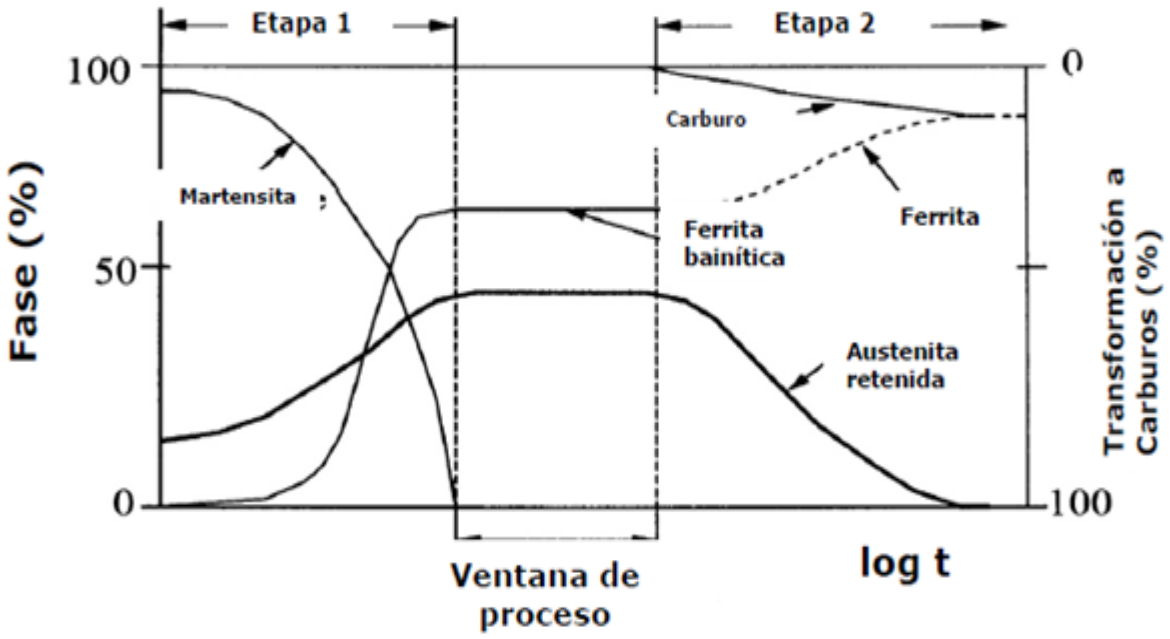


Figura 7.- Representación esquemática de una ventana de proceso de austemperizado [15,16].

El espesor de la sección determina las cantidades de los elementos aleantes añadidos (Ti, V, Cu, Mo), porque el enfriamiento debe ser lo suficientemente rápido para evitar cualquier transformación de la austenita hasta que la pieza alcanza la temperatura ambiente. El Cobre y el Molibdeno ayudarán para que durante el tratamiento se evite la formación de perlita.

Es necesario hacer notar que conforme el tratamiento sea hecho habrá dos tipos de ausferritas, la primera es la ausferrita acicular que se da cuando se tiene un tiempo correcto de tratamiento que preferentemente debe ser bajo, es decir, que sea un poco delante de la línea donde empieza a ver ausferrita como se ve en la **Figura 4** con líneas intermitentes. Otro factor que se debe tener en cuenta es el tamaño de la pieza que si es demasiado grande el tiempo de austenización puede ser mucho mayor al deseado y puede crear cierta incertidumbre ya que no se sabrá con mayor precisión en qué momento se formó la ausferrita y donde empieza a existir la bainita.

Respecto a antecedentes de trabajos publicados el artículo de "Carbidic Austempered Ductile Iron (CADI) – The New Wear Material" [17] cuyos autores son K.L. Hayrynen, K.R. Brandenberg cita que los hierros CADI pueden competir favorablemente contra hierros aleados en varias de las aplicaciones que se usan

para desgaste combinado con dureza necesaria para su uso. Se observa que el costo para hacer un CADI es menor que el de un hierro aleado a pesar de que se tenga que hacer un proceso de tratamiento térmico. Posibles usos para los CADI estarían en la industria agrícola, ferroviaria, minera y de la construcción.

2.5) Importancia del análisis térmico en el austemperizado

El análisis térmico de la curva de enfriamiento empleado durante la solidificación y enfriamiento de una aleación, se puede definir como la determinación de los cambios de fases que ocurren en la misma, en función de la temperatura; estos datos se recopilan con la implementación de termopares que están conectados a un adquisidor de datos y a su vez a un programa, el cual capta los cambios de temperatura respecto al tiempo. Con los datos generados y almacenados se obtienen las curvas de enfriamiento que ayudan a interpretar lo que sucede durante el enfriamiento o el calentamiento del material [18].

Las curvas de enfriamiento nos dan la información necesaria para conocer la velocidad de enfriamiento (o subenfriamiento si se llegara a dar) y conocer el historial térmico de la pieza durante su proceso de solidificación mediante cálculos de la primer derivada de la pendiente, o en el caso del tratamiento térmico, siguiendo el comportamiento y comparando con la **Figura 6** saber si las condiciones de tiempo y temperatura fueron las correctas para la obtención de ausferrita o explicar la posible presencia de otras fases como son la martensita o la ledeburita transformada [9,11,19].

La importancia de obtener un análisis térmico es para determinar su estabilidad y conocer los cambios que llega a tener dentro de su microestructura debido a la composición química; así mismo, será de gran importancia para poder conocer el efecto de los elementos aleantes en la aparición de la ausferrita, al igual como va desplazando la línea de aparición de la bainita. Dado que los hierros durante un tratamiento térmico pueden presentar una variedad de microestructuras y

propiedades se deben conocer los rangos de temperatura donde la fase o combinación de fases son estables.

2.6) Desgaste

Fundamentándose en la norma ASTM G 132-96 se conoce cuál es el procedimiento experimental necesario para simular las condiciones de trabajo a las cuales puede verse sometido.

Este procedimiento experimental cubre la determinación de la resistencia al desgaste del material cuando se pone oposición entre un pin de este material y una superficie abrasiva.

Para la prueba de desgaste se requiere un pin de forma cilíndrica, el cuál es un cilindro del material a estudiar con un diámetro de 6.35 mm y un largo de 30 mm, que se posiciona de manera perpendicular sobre la superficie abrasiva rígidamente sostenida y puede ser sobre una superficie plana o una superficie cilíndrica. La máquina de prueba permite un movimiento relativo entre la superficie abrasiva y la superficie del pin, es presionado contra la superficie abrasiva con una carga especificada ya sea mediante pesos muertos o mediante algún otro sistema de carga que se acomode.

La cantidad de desgaste se determina mediante el peso del pin antes y después de la prueba. Las pérdidas de masa podrían ser convertidas en pérdidas volumétricas usando los valores que más se ajusten de densidad para el material del que se trate. En la **Figura 8** se muestran diferentes tipos de configuraciones para la prueba de desgaste.

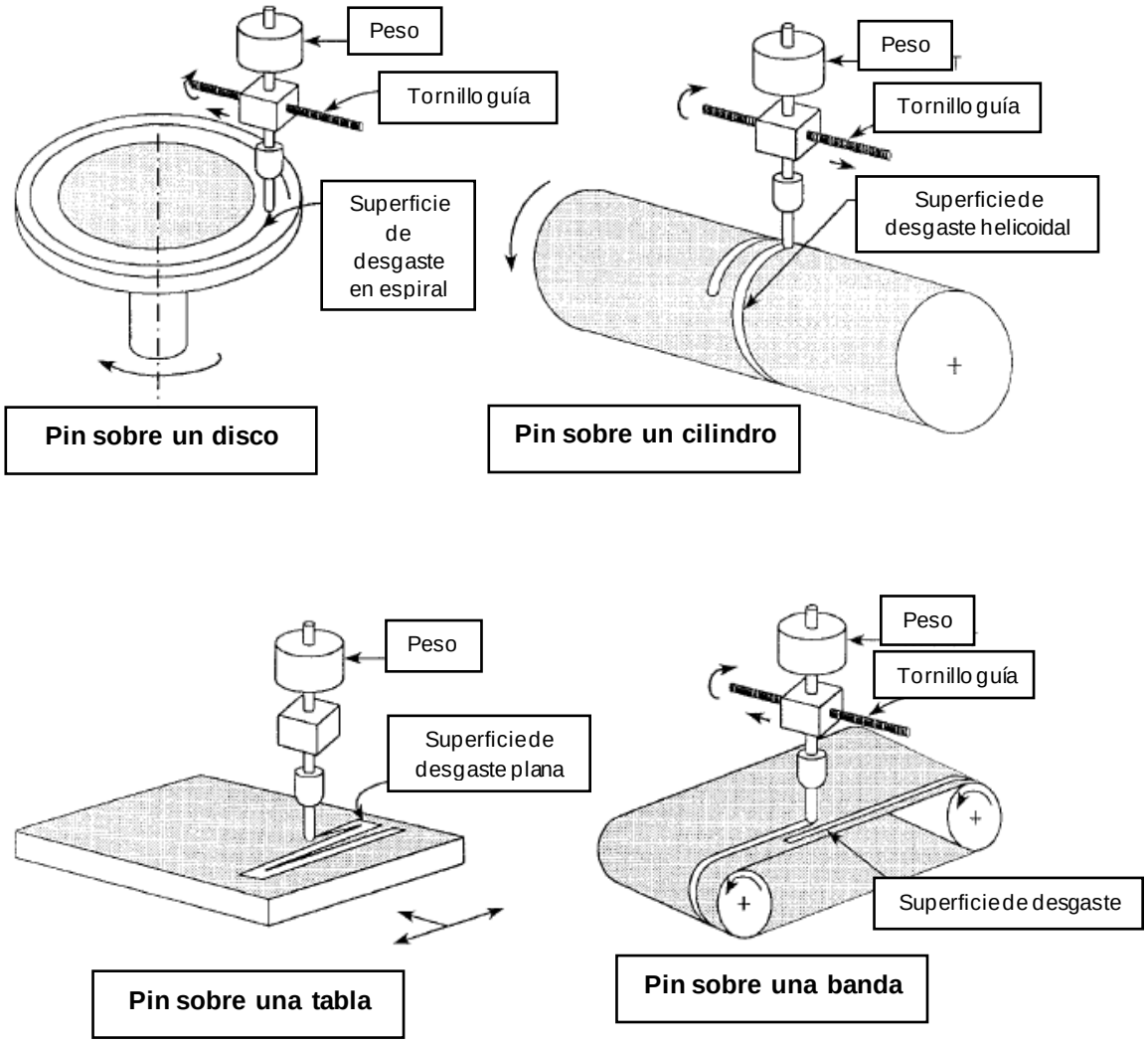


Figura 8.- Cuatro distintas configuraciones para maquinas abrasivas de prueba de desgaste.

La cantidad de desgaste en cualquier sistema dependerá de factores como carga aplicada, característica de la máquina, velocidad y la distancia a la que se desliza, el ambiente y las propiedades del material.

2.7) Corrosión

La corrosión en un material se puede definir como la degradación química o electroquímica que se lleva a cabo en el metal o aleación en un medio que lo rodea y que provoca su deterioro.

El efecto de la corrosión es una alteración de las propiedades de los materiales afectados, que puede venir acompañada de una pérdida de masa, por el proceso de corrosión que es normalmente electroquímico, es decir, una reacción química en la cual hay una transferencia de electrones de una especie a otra.

Existen técnicas electroquímicas que permiten estudiar el comportamiento de un material y ver su comportamiento en un medio y que pueden ser de alto y bajo campo.

La Corrosión es un término que se utiliza para describir el proceso de deterioro de materiales metálicos (incluyendo tanto metales puros, como aleaciones de estos), mediante reacciones químicas y electroquímicas (Revie y Uhlig, 2008). Para el caso del deterioro relacionado con otros tipos de materiales, como los polímeros y cerámicos, se utiliza el término degradación. Dicho proceso consiste del deterioro de materiales metálicos mediante reacciones químicas y electroquímicas, debido a que estos materiales buscan alcanzar un estado de menor potencial energético.

La corrosión tiene muchas repercusiones a nivel económico, de seguridad y de conservación de materiales, por lo que su estudio y mitigación es de suma importancia.

2.7.1. Técnicas electroquímicas

En la actualidad existen diferentes técnicas electroquímicas que pueden servir en mayor o menor medida para evaluar el desempeño electroquímico de los recubrimientos anticorrosivos, las cuales pueden estar clasificadas de la siguiente manera:

a) Técnicas de alto campo (Curvas de polarización, Extrapolación de Tafel).
b) Técnicas de bajo campo (Resistencia a la Polarización, Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS).
c) Técnicas sin perturbación externa (Ruido Electroquímico (EN) y (E vs t) donde no se aplica perturbación al sistema, solo se miden las fluctuaciones del potencial y la corriente en función del tiempo sin aplicar estimulación alguna.

De las técnicas antes mencionadas las más empleadas para la evaluación electroquímica de recubrimientos son las del grupo b), debido a sus características, por lo que se hace énfasis en algunas de ellas [20,21].

2.7.2. Potencial de corrosión a circuito abierto (E vs t)

La medición del potencial de corrosión (E_{corr}) es una indicación cualitativa de carácter termodinámico sobre la actividad del material. Este ensayo permite clasificar a los materiales que se consideren activos o pasivos una vez que se han medido sus potenciales y que sean comparados con los establecidos en una serie galvánica.

En este tipo de ensayo no se requiere suministrar ningún tipo de señal a la celda de trabajo, ya que sólo se registran las variaciones de potencial de la muestra metálica sumergida en electrólito en función del tiempo hasta que el sistema llegue a su estado estacionario donde las variaciones de potencial sean mínimas. Este ensayo también es conocido como medición de potencial a circuito abierto (OCP) [20,21,22].

2.7.3. Polarización

Conviene mencionar que la aplicación de los métodos electroquímicos [22, 23] al estudio de materiales en estado pasivo involucra ciertas dificultades específicas. Estos materiales sufren una perturbación como consecuencia de la polarización que debe aplicarse durante la medida electroquímica. Dicha perturbación debe tenerse en cuenta en la valoración de los resultados obtenidos. Por el simple hecho de influir o perturbar una reacción, ésta es forzada a desplazarse de su estado estacionario en una dirección determinada, por lo que se dice que se "polariza" en esa dirección. La polarización cambia las magnitudes eléctricas que intervienen en el proceso electroquímico en estado estacionario, que se da en el potencial de corrosión (E_{corr}) entre las corrientes de oxidación y de reducción, obligando al metal a adoptar otro potencial. Por lo tanto, dependiendo de las características del sistema puede hacerse o no, una compensación en potencial (compensación de caída Óhmica).

La polarización por activación se refiere a un proceso electroquímico controlado por transferencia de carga, el cual es controlado por las etapas de reacción en la interfase metal electrolito.

Ésta se relaciona con la energía de activación necesaria para que la reacción anódica o catódica en un electrodo tenga lugar con la velocidad conveniente, por lo que se debe superar la barrera que representa la energía de activación [23,24]. Butler y Volmer desarrollaron la teoría cinética electroquímica, obteniendo una expresión para la velocidad de reacción de transferencia electrónica bajo la influencia de un campo eléctrico:

$$I = I_0 \left\{ exp^{(1-\beta)\frac{nR\eta}{RT}} - exp^{(-\beta)\frac{nR\eta}{RT}} \right\} \qquad (3)$$

Donde:

I = corriente neta, I_0= corriente de intercambio, η= sobrepotencial, β=coeficiente de simetría (con valores entre 0 y 1), F= Faraday (28060 cal $V^{-1}Eq^{-1}$), R=constante de los gases ideales, T=273.15 K

Esta teoría permite obtener la velocidad de un proceso electroquímico, es decir la relación i=*f* (sobrepotencial) en el caso donde la transferencia de electrones (etapa electroquímica) sea la única que controla la velocidad del proceso global.

2.7.4. Extrapolación de Tafel

Para valores de sobrepotencial elevados se trabaja en condiciones fuera del equilibrio, por lo que se emplea la ecuación de Wagner-Traud, que a diferencia de la ecuación de Butler-Volmer, parte de la corriente de corrosión (I_{corr}) y no de la corriente de intercambio (I_0) [23, 24, 25].

Para sobrepotenciales muy positivos, la contribución de la reacción catódica parcial puede ser despreciada, siendo lo mismo para sobrepotenciales muy negativos, donde la contribución anódica se desprecia.

La técnica electroquímica de extrapolación de Tafel se fundamenta en la teoría del potencial mixto (**Figura 9**), la cual establece que la reacción anódica (oxidación) como catódica (reducción) se llevan a cabo simultáneamente, de modo que la densidad de corriente total es igual a la diferencia de las densidades de corriente de las dos reacciones [20, 21, 22]**.** Es decir, en un fenómeno de corrosión, se presenta la disolución metálica en ciertos puntos anódicos de la superficie produciendo cationes metálicos (Me^+), los cuales transportan cargas eléctricas positivas. Esto produce el flujo de una corriente anódica positiva (I_a >0) responsable de la corrosión. Debido a que no fluye corriente externa, la electro neutralidad del material exige la presencia de la semirreacción catódica simultánea que consuma los electrones

liberados de la primera, por lo que se produce una corriente catódica negativa (I_c <0), cumpliéndose para el proceso global de corrosión:

$$I_a = |I_c| \tag{4}$$

$$I_t = I_a + I_c \tag{5}$$

La corrosión (I_a) puede ser medida en ausencia de influencias externas sobre el sistema, pero, dado que es exactamente compensada por otra corriente de signo contrario, es inaccesible a una medida directa, cumpliéndose, de acuerdo con las Ecuaciones 4 y 5 que en el potencial de corrosión:

$$I_a = |I_c| = I_{corr} \tag{6}$$

Al imponer cualquier polarización ∆E, se rompe el equilibrio experimentado, ecuación 4, desplazándose el potencial a un valor al que corresponde una velocidad de oxidación o corrosión I_a, y otra en la semirreacción de reducción I_c. La diferencia entre ambas es suministrada por el circuito externo causante de la polarización y se aprecia instrumentalmente como una corriente externa o total (I_t), y diferente de cero (ecuación 7):

$$I_t = I_{oxid} + I_{red} = I_{oxid} - |I_{red}| = \Delta I \tag{7}$$

En el potencial de corrosión libre, E_{corr}, se anula I_t, que cambia de signo al cruzarlo. Por esta razón, no es extraño referirse a E_{corr} como al potencial de corriente cero.

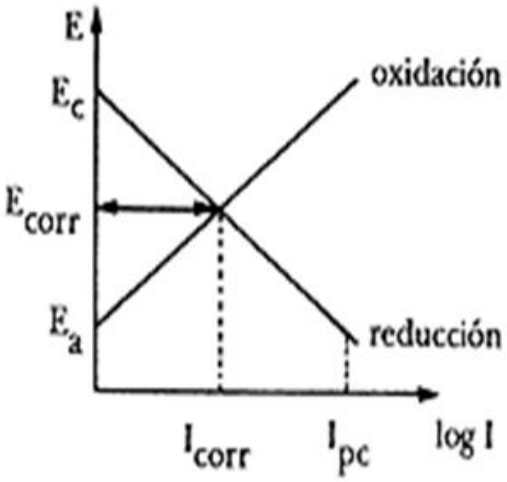


Figura 9.- Diagrama de polarización, en coordenadas logarítmicas, para un electrodo mixto.

Básicamente la técnica consiste en polarizar un material metálico a diferentes potenciales, tanto en sentido anódico, cómo catódico. Durante la polarización anódica se presentará la reacción de disolución del metal. Aquí se observará una zona lineal con respecto al logaritmo de la corriente llamada zona Tafeliana de la cual se extrapola al potencial de corrosión para obtener la velocidad de corrosión en ese instante. También si el material es polarizado en sentido catódico se llevará a cabo la reacción de reducción, por ejemplo, a pH ácido la del hidrógeno ($2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2$) y la del oxígeno ($\frac{1}{2}O_2+H_2O+2e^- \rightarrow 2OH^-$) en un pH neutro o alcalino, que variará con el valor del potencial hasta alcanzar un valor lineal con respecto al logaritmo de la corriente, de donde se extrapolará para obtener la velocidad de corrosión al potencial de corrosión [20, 21, 22] (**Figura 10**).

De esta técnica se extraen las pendientes de Tafel; parámetros cinéticos de gran importancia para la caracterización de los mecanismos de reacción, así como la velocidad de corrosión instantánea.

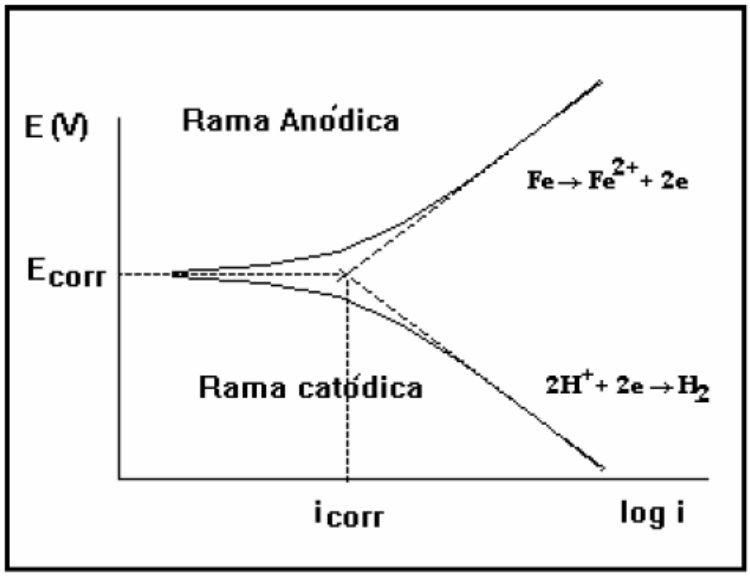


Figura 10.- Determinación experimental de las pendientes de Tafel [22].

La ecuación de Tafel (ecuación 8) está definida de la siguiente forma:

$$\eta = a \ \pm b \log i \ (neta) \tag{8}$$

Esta expresión tiene la forma de la ecuación de una recta (y = mx + b) y se grafica en términos de η vs log i, donde a y b (pendiente) son valores constantes, i = es la densidad de corriente (Ampere/unidad de área). Las unidades de la constante de Tafel están dadas en mV/década o V/década, una década es un orden de magnitud de corriente.

La principal ventaja y desventaja de este método reside en la necesidad de trazado completo de las curvas de polarización que por una parte posibilita un análisis electroquímico de la cinética del proceso de corrosión y, por otra, puede dar lugar a las modificaciones de la superficie del electrodo por efecto de las elevadas polarizaciones aplicadas [23, 24, 25].

Aplicando las leyes de Faraday, y suponiendo que la única reacción en juego es la corrosión del metal, es posible calcular la cantidad del mismo que se pierde por

unidad de tiempo y de superficie. De este modo se tiene una medida de la velocidad de corrosión del metal, a un potencial dado, y en un medio corrosivo determinado.

La técnica de extrapolación de Tafel requiere un único proceso electroquímico cuya etapa determinante de la velocidad sea la transferencia de carga (control por activación). Se trabaja con curvas de polarización experimentales (en estado estacionario) y aparentes pues no se ajustan exactamente al proceso de corrosión ya que para su registro es necesario sacar al sistema del equilibrio.

Cuando se obtiene la curva de la polarización experimental, la extrapolación de la recta que aparece en el dominio Tafeliano al valor del potencial de equilibrio, permite determinar la densidad de corriente de intercambio. El inverso del valor de la pendiente de estas rectas proporciona el valor de coeficientes de Tafel, Ba y Bc [27]; se muestra en la **Figura 11** un ejemplo de lo que son las curvas de Tafel. La extrapolación de la región de Tafel permite conocer el potencial de corrosión y la intensidad de corrosión, y con estos datos se puede calcular la velocidad de corrosión mediante la siguiente ecuación:

$$Vcorr = (\frac{mA}{cm^2})(\frac{A}{10^3})(\frac{C}{A * S})(\frac{Eq}{96500\ C})(\frac{mol}{Eq})(g\ \frac{metal}{mol})(\frac{cm^3}{g})(\frac{10\ mm}{1\ cm})(\frac{3600\ s}{h})(\frac{24h}{dia})(\frac{365dias}{año})$$

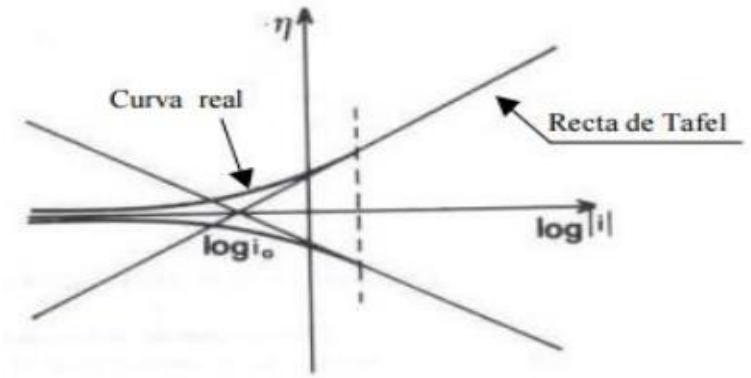


Figura 11.- Representación de una curva de extrapolación de Tafel [26].

Las principales ventajas que presenta la técnica de extrapolación de Tafel son:

- Es una técnica económica

- Proporciona velocidad de corrosión instantánea
- Los equipos que se utilizan tienen una alta efectividad en su uso en el campo de aplicaciones operacionales.

Entre las desventajas presentes en la técnica se tienen:

- La extrapolación de las pendientes en las regiones lineales de la curva está sujetas a interpretación.
- Requiere que el potencial sea estable.
- No puede usarse en reacciones controladas por el transporte de masa. Tiene además limitación que no es aplicable a sistemas pasivos.

2.7.5. Técnica electroquímica para el control de la corrosión: Resistencia a la Polarización (RP)

También conocida como Polarización Lineal es una de las técnicas electroquímicas que ha sido más utilizada durante los últimos 50 años. Mediante el uso de la ecuación de Stern y Geary (ec.1) se establece una relación entre la densidad de corriente (i_{corr}) con la resistencia a la polarización [28].

$$i_{corr} = B / Rp \qquad (1)$$

En este método se determina la velocidad de corrosión por año, generalmente expresada en mili pulgadas por año. Es un método relativamente rápido donde las mediciones y los resultados se obtienen en un lapso de 10 minutos.

La técnica de resistencia a la polarización (rp) es usada para medir velocidades de corrosión instantáneas. La Rp es una técnica para medir la velocidad de corrosión que puede ser llevada a cabo de manera muy rápida. Da valores de corrosión instantánea y por la tanto es una técnica rápida en comparación con otras técnicas electroquímicas.

La resistencia a la polarización, Rp, de un sistema está definido como:

$$Rp = \frac{\Delta E}{\Delta i}$$

Donde ΔE = E- E_{corr} es la polarización a partir del potencial de corrosión e i_{corr} es la densidad de corriente correspondiendo al valor particular de ΔE.

A partir de la ecuación anterior se tiene que la i_{corr} puede ser calculada mediante la ecuación desarrollada por Stern-Geary:

$$icorr = \frac{B}{Rp}$$

Donde B es una constante, derivado de la ecuación relacionada con la pendiente de esta región con la velocidad de corrosión y las pendientes de Tafel anódica y catódica:

$$B = \frac{ba * bc}{2.303 * (ba - bc)}$$

La relación simplificada tiene la siguiente forma:

$$icorr = \left| \frac{ba * bc}{2.3\ (ba + bc)Rp} \right|$$

Donde b_a y b_c son las pendientes de Tafel de las reacciones anódica y catódica respectivamente.

Se recurre a la norma ASTM G 59-91 para realizar las medidas pertinentes de esta técnica y en la **Figura 12** se muestra esquemáticamente como se monta el equipo para las mediciones.

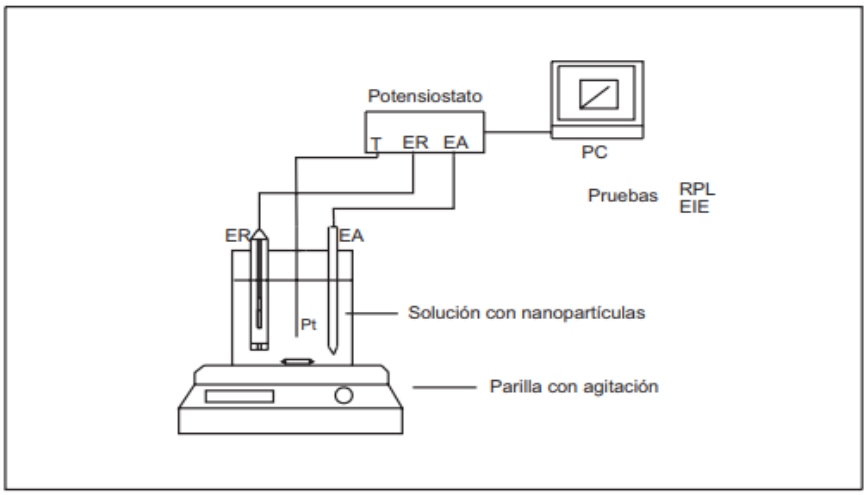


Figura 12.- Representación esquemática de la celda electroquímica y el arreglo experimental sugerido para pruebas de RPL [29].

Entre las ventajas que representa esta técnica es que no es destructiva, proporciona velocidades de corrosión de manera rápida, es económica y no se requiere de personal especializado. Sus principales desventajas o limitaciones es que el potencial debe ser estable y la velocidad de barrido debe ser la adecuada.

La técnica de resistencia a la polarización es una simplificación de las gráficas de Tafel puesto que solo de toman dos puntos y es más rápido obtener la velocidad de corrosión sin embargo al no saber que pasa más allá, suponemos un valor de control activacional y tomamos el máximo, así que es mejor tener un valor alto de la velocidad de corrosión, así sabremos que nunca pasará este valor y poder prevenir al material, es decir, proteger.

2.8) Diseño de Experimentos Factorial 2^k

Este diseño experimental es normalmente utilizado cuando se están investigando muchos factores, proporciona el menor número de corridas con las que puede estudiarse K factores en un diseño factorial completo. Ya que sólo hay dos niveles para cada factor, se supone que la respuesta es aproximadamente lineal en el rango elegido para los niveles de los factores. El diseño que se utiliza en esta

experimentación es el que sólo tiene dos factores, por ejemplo, A y B; cada uno se corre a dos niveles, a esto se le llama diseño factorial 2^2. Los niveles de los factores pueden denominarse arbitrariamente “bajo” y “alto” como lo fue en este caso donde se tiene una temperatura alta y baja, así como un tiempo alto y bajo. Denominando a cada uno de estos factores como A y B tenemos también el nivel “ab” donde interactuamos la máxima temperatura y el máximo tiempo en el baño de sales mientras que al nivel donde ambos son bajos se le denomina como (1). Los niveles altos y bajos se denotan por “+” y “- “respectivamente.

Las cuatro combinaciones de tratamientos suelen representarse con letras minúsculas, el orden normalizado conforme se colocan las variables en una tabla se le llama orden de Yates y se presenta en la **Tabla 5** como nuestra matriz de experimentos.

2.9. Hipótesis

- La temperatura y tiempo de permanencia en el baño de sales definirá la formación de ausferrita en la matriz.
- La dureza del hierro nodular con carburos antes del tratamiento de austemperizado será menor comparada con la dureza obtenida después del tratamiento.
- Los carburos ledeburíticos presentes dentro de la microestructura del hierro nodular con carburos base (CDI) podrán ser disueltos durante la etapa del austemperizado.
- La resistencia a la corrosión del hierro CADI será mayor a la presentada en él hierro nodular con carburos base (CDI).

2.10. Objetivos

1) Caracterizar y evaluar cualitativa y cuantitativamente la cantidad de carburos presentes antes y después del tratamiento de austemperizado.

2) Evaluar la dureza del hierro nodular con carburos antes del tratamiento de austemperizado, para que sirva como referencia y comparación con la dureza obtenida después del tratamiento.

3) Evaluar la resistencia al desgaste y la dureza del hierro nodular con carburos después del tratamiento de austemperizado, compararla con los valores obtenidos antes del tratamiento para conocer su mejora o decaída en estas propiedades.

4) Determinar la velocidad de corrosión en un ambiente marino simulado y realizar una comparación entre cómo afecta la microestructura en la resistencia a la corrosión del hierro nodular con carburos mediante las pruebas de curvas de Tafel y Resistencia a la polarización (Rp).

5) Analizar el efecto de la temperatura y tiempo del austemperizado sobre la dureza del material, en base a un diseño de experimentos tipo factorial (2^k).

Capítulo 3. Desarrollo experimental

3.1) Selección de material

Se trabajó con un hierro nodular con carburos (CDI) de composición química conocida. La pieza bajo estudio se muestra en la **Figura 13.**

Figura 13.- Pieza empleada del hierro CDI para su posterior seccionamiento.

3.2) Diseño de experimentos

Condiciones del diseño de experimentos:

a) Variables fijas:
   - Composición química del hierro nodular con carburos (CDI),
   - Temperatura de austenización: 900°C
   - Tiempo de austenización: 30 minutos (+10 minutos de homogenización)

b) Las variables bajo estudio y el diseño de experimentos factorial se muestran en la **Tabla 5.**

Tabla 5.- Factores bajo estudio a 2 niveles.

Factores	Nivel bajo	Nivel Alto
(A)Tiempo de permanencia en el baño de sales (min)	- (45 minutos)	+ (120 minutos)
(B) Temperatura del baño de sales (°C)	- (325°C)	+ (400 °C)

3.3) Corte del material para los experimentos de austemperizado

Se hizo un conteo del número de piezas mínimas necesarias para llevar a cabo la experimentación, las cuales se presentan en la **Tabla 6**.

Tabla 6.- Conteo del número de piezas mínimas necesarias para las experimentaciones.

Número de piezas necesarias	Uso de las piezas
1	Caracterización de % de carburos en la matriz inicial y microestructura inicial. Conteo de carburos. Evaluación de dureza.
2 (por diseño experimental se requieren el doble de estas piezas)	La variable es el tiempo en el baño de sales donde estará 45 minutos y 120 minutos.
2 (por diseño experimental se requieren el doble de estas piezas)	La variable es la temperatura del baño de sales las cuales serán a partir de la temperatura Ms.

Cabe recordar que por el diseño experimental 2^k al tener dos variables que son la temperatura y el tiempo, se necesitó hacer dicha experimentación por duplicado, dando como resultado un total de 8 piezas para la parte de los tratamientos térmicos de austemperizado. De la **Figura 13** se obtuvieron un total de 14 piezas.

Buscando tener identificadas las piezas se catalogan desde P1 hasta P17 tomando las dimensiones de cada uno de los rectángulos resultantes. Todas las mediciones se registraron en la **Tabla 7** donde toma registro de todo.

Tabla 7.- Dimensiones de las piezas.

Identificación de la pieza.	Altura (cm)	Longitud (cm)	Ancho (cm)
P1	2.1	2.85	1.08
P2	2.1	2.97	1.08
P3	2	2.45	1.08
P4	2	2.5	1.08
P5	1.8	2.7	1.08
P6	1.8	2.6	1.08
P7	1.95	2.5	1.08
P8	1.87	2.6	1.08
P9	1.8	2.5	1.08
P10	1.8	2.6	1.08
P11	1.8	2.55	1.08
P12	1.8	2.6	1.08
P15	1.8	2.85	1.1
P16	1.43	2.74	1.1
P17	1.5	2.82	1.15

3.4) Caracterización del material antes del austemperizado.

Para proceder a la caracterización del material se realizó una metalografía de la pieza para conocer la microestructura, las imágenes obtenidas fueron a un aumento de 10x. La caracterización metalográfica consistió en la evaluación de:

- Tamaño de nódulos (sin ataque).
- Densidad de nódulos (sin ataque)
- Morfología del grafito (sin ataque)
- Tipo de matriz y microestructura (con ataque de nital).
- % de carburos (con ataque especial).

Para proceder a un conteo aproximado de la cantidad de carburos presentes en la pieza se utilizó un reactivo de ataque que consiste en 10 mL de $HNO_{3\,conc}$, 4 mL de HF_{conc} y 87 mL de H_2O, dicho reactivo hace que toda la matriz se obscurezca y para ello solamente se le dio un ataque directo de 3 segundos con el reactivo y se procedió a enjuagar con agua.

3.5) Ensayo de dureza del material antes y después del austemperizado.

Para el ensayo de dureza se procedió de acuerdo a la norma ASTM E10-01 "Standard Test Method of Brinell Hardness of Metallic Materials".

Para calcular la dureza Brinell se utilizó la siguiente ecuación:

$$HBW = \frac{2F}{\pi * D * \left(D - \sqrt{D^2 - d^2}\right)}$$

HBW= Dureza Brinell usando un identador de tungsteno.

F= Carga aplicada (Kgf)

D= Diámetro del identador (mm)

d= Diámetro de la huella (mm)

Se hace el recordatorio que el identador utilizado para el ensayo de dureza fue de carburo de tungsteno como dicta la norma esperando valores altos de dureza.

Donde la carga aplicada (F):

$$F = K * D^2$$

K = Constante; 30 (para materiales ferrosos) y 10 (para materiales no ferrosos)

D = Diámetro del identador (mm)

3.7) Tratamiento de austemperizado

El procedimiento a seguir fue el siguiente:

- Se elevó la temperatura de la mufla a 900°C.
- Se colocó la pieza dentro de la mufla durante los 40 minutos para garantizar la austenización homogénea en toda la pieza.
- En un lapso máximo de 5 segundos se procedió a insertar la pieza en el baño de sales.
- Concluido el tiempo se retiró la pieza y se dejó enfriar a temperatura ambiente.

Para identificar las piezas se elaboró la **Tabla 8** donde se describe las condiciones de tratamiento que tuvo cada una de las piezas.

Tabla 8.- Descripción de las condiciones de trabajo de cada una de las piezas austemperizadas, así como su identificación.

Nombre de la pieza	Condiciones de tratamiento al que fue sometida la pieza
P1	a) $T_\gamma = 900°C\ y\ t_\gamma = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 400°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 120\ min$
P2	a) $T_\gamma = 900°C\ y\ t_\gamma = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 400°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 120\ min$
P3	a) $T_\gamma = 900°C\ y\ t_\gamma = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 400°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 45\ min$
P4	a) $T_\gamma = 900°C\ y\ t_\gamma = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 400°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 45\ min$
P5	a) $T_\gamma = 900°C\ y\ t_\gamma = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 325°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 120\ min$
P6	a) $T_\gamma = 900°C\ y\ t_\gamma = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 325°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 120\ min$
P7	a) $T_\gamma = 900°C\ y\ t_\gamma = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 325°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 45\ min$
P8	a) $T_\gamma = 900°C\ y\ t_\gamma = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 325°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 45\ min$
P10	a) $T_\gamma = 900°C\ y\ t_\gamma = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 325°C\ y\ temple\ en\ agua\ con\ aire$
P11	No se le hizo ningún tratamiento a esta pieza ya que fue la pieza testigo.
P12	a) $T_\gamma = 900°C\ y\ t_\gamma = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 325°C\ y\ temple\ en\ agua\ con\ aire$

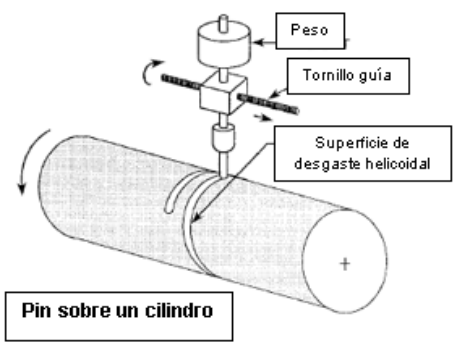
3.8) Ensayo de desgaste.

Para el ensayo de desgaste se utilizó la norma ASTM G 132 – 96 “Standard Test Method for Pin Abrasion Testing”.

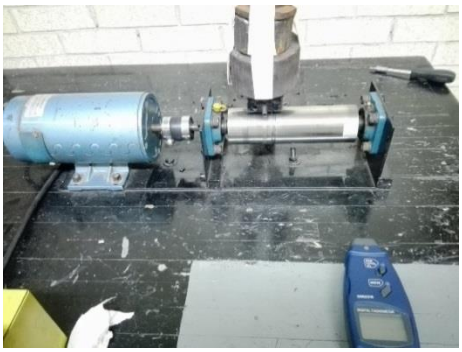
3.8.1) Procedimiento de ensayo de desgaste.

Se maquinaron las probetas de desgaste, se obtuvieron cilindros circulares con un diámetro de 0.635 cm. y una longitud de 3 cm [30].

Se maquinaron pines para cada una de las piezas con tratamiento térmico, una por cada una de las combinaciones de las variantes explicadas en la matriz de diseño de experimentos en la **Tabla 5**. El equipo empleado para la prueba de desgaste fue diseñado con anterioridad bajo la norma ASTM G 99-95 [30]. En la **Figura 14** se hace una comparación entre el aparato que se utiliza bajo norma y el utilizado en el ensayo de desgaste, como se hace notar no hay gran diferencia salvo que el pin estará solamente moviéndose sobre un eje de la superficie abrasiva.



a)



b)

Figura 14.- a) Equipo sugerido para prueba de desgaste bajo norma [26] y b) equipo diseñado según las especificaciones necesaria [30].

Las condiciones a las cuales se desarrolló las pruebas de desgaste se describen a continuación:

- Carga: 66.7 N.
- Velocidad: 100 ±10 RPM.
- Tiempo: 120 min.

El procedimiento que se llevó a cabo para la prueba de desgaste fue en un principio desengrasar la pieza con acetona utilizando guantes y algodón para dejarla completamente limpia. Se pesa la pieza 5 veces en una balanza analítica con una exactitud de 4 cifras significativas, en la **Figura 15** se muestra la balanza utilizada.

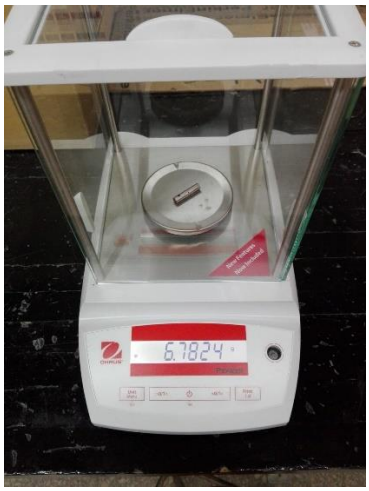
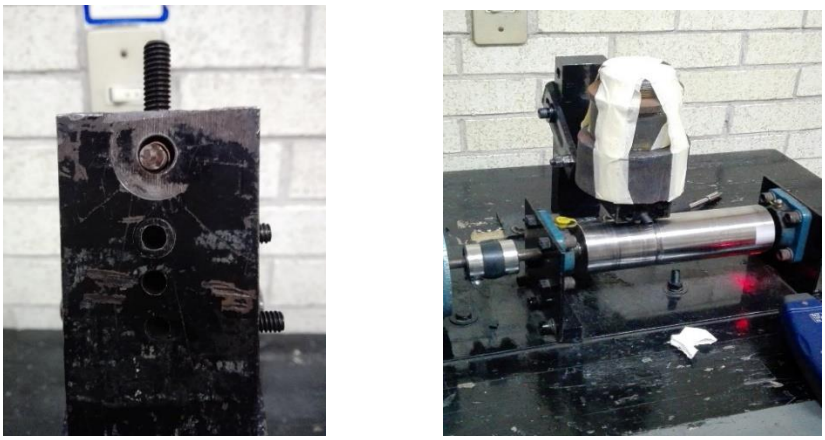


Figura 15.- Balanza analítica marca Ohaus, modelo PA 224.

Posteriormente se colocó la pieza en el brazo del equipo y se fijó utilizando un tornillo para que quedará en una posición perpendicular al área del contacto (del rodillo). Una vez colocada la pieza se procede a colocar en la parte superior las pesas que equivalen a una carga de 66.7 N como se muestra en la **Figura 16**.



a) b)

Figura 16.- a) Colocación del pin para la prueba y b) Equipo empleado para la prueba de desgaste, se muestra la continua medición de los RPM.

La prueba comienza a correr manteniendo la pieza durante un tiempo de 15 minutos a 100 ±10 RPM, se utiliza un tacómetro para medir las RPM durante todo el ensayo, el tacómetro utilizado se muestra en la **Figura 17.**

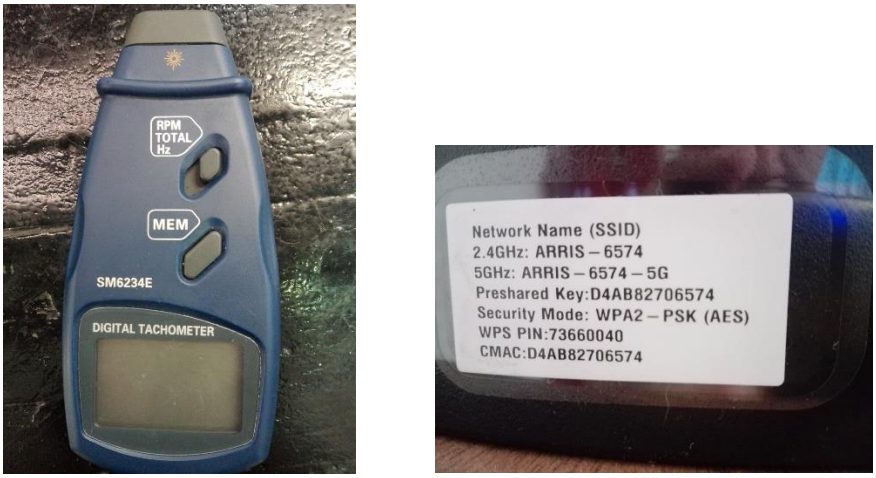


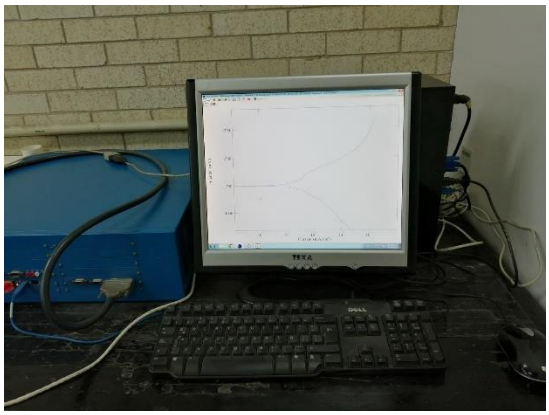
Figura 17.- Photo thachometer modelo SM 6234 E utilizado durante la prueba de desgaste para la medición de los RPM.

Una vez que pasan los 15 minutos de prueba, se desmonta la pieza y se desengrasa por completo para proceder a pesar nuevamente por quintuplicado, se toma registro del peso del pin desde el inicio y cada 15 minutos.

El procedimiento se repite para los 5 pines (los tratamientos a diferentes tiempos de estancia y temperaturas) y para la pieza sin ningún tipo de tratamiento, esto se hace hasta que se cumplen los 120 minutos de prueba para cada uno de los pines.

3.9) Ensayo de corrosión mediante las pruebas electroquímicas de curvas de polarización, extrapolación de Tafel y Resistencia a la polarización (Rp).

Para la obtención de los datos de corriente y potencial se empleó un potenciostato que funcionaba de manera automática, como se muestra en la **Figura 18.** Se instrumentó la prueba y se puso a funcionar durante un tiempo aproximado de media hora entre una prueba y la otra.



a) b)

Figura 18.- a) Potencioastato ACM instruments GillAC y b) Maquina donde se guardan de manera automática los datos obtenidos.

El procedimiento para las curvas de polarización y la técnica de extrapolación de Tafel fue el siguiente:

1.- Se montó la celda electroquímica con el electrodo de trabajo, electrodo de referencia y contra electrodo.

2.- Se colocó la disolución de NaCl al 3% dentro de la celda y se deja en reposo durante 10 minutos para obtener el potencial de corrosión E_{corr}.

3.- Se inició la curva de Tafel restando un sobrepotencial de -400 mV al E_{corr} hasta llegar a un potencial de +400 mV arriba de Ecorr.

4.- Se registraron los datos y se graficó la corriente (mA/cm^2) vs potencial (mV).

5.- La determinación de las pendientes de Tafel por el método gráfico fue extrapolar las líneas de Tafel hasta cruzar el E_{corr}, terminado esto se encuentra i_{corr} cuyo valor se utiliza para obtener la velocidad de corrosión.

En la parte que respecta a las pruebas de resistencia a la polarización se hicieron los siguientes pasos:

1.- Se preparó y montó la celda de trabajo con su electrodo de trabajo, electrodo de referencia y contra electrodo.

2.- Se colocó la disolución de NaCl al 3% dentro de la celda y se dejó en reposo durante 10 minutos para obtener el potencial de corrosión E_{corr}.

3.- Polarizar con un sobrepotencial de 20 mV en sentido catódico y 30 mV en sentido anódico desde el potencial de reposo.

4.- Posteriormente se determinó los dos puntos para extrapolar y se hace regresión lineal para encontrar i_{corr} y hacer el cálculo posterior de velocidad de corrosión.

3.10) Análisis de las variables establecidas de acuerdo al diseño de experimentos.

La importancia de la tabla Anova y el diagrama Paretto es para distinguir cuales o cual es la variable significativa que afecta más el proceso (la variable de respuesta en este caso fue la dureza), los cálculos necesarios se elaboraron a través del programa MINITAB 17 donde introduciendo los valores de dureza obtenidos para cada una de las condiciones presentes y sus duplicados se obtuvo la ecuación lineal, en la cual introduciendo valores de tiempo y temperatura diferentes, se puede calcular posibles durezas para esas condiciones.

Capítulo 4. Resultados y Discusión

4.1) Composición química del hierro nodular base CDI.

A continuación, en la **Tabla 9** se muestra la composición química del hierro nodular base con carburos.

Tabla 9.- Composición química de la pieza a trabajar.

%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Mo	%Cu	%Mg	C.E.
3.629	2.332	0.866	0.0126	0.0081	0.729	0.509	0.512	0.034	4.41

Se calculó el porcentaje de Carbono Equivalente (%C.E.) y se obtuvo un valor de 4.41, que indica que se tiene un hierro nodular hipereutéctico, el carbono es importante no solo como grafitizante sino también por qué es la principal fuente para los nódulos en la matriz, es parte esencial de la cementita y que en combinación con la ferrita, se obtiene el microconstituyente llamado perlita. El valor del silicio que se presenta, 2.332%, da como resultado que no se presente la formación de ledeburita durante la solidificación y en consecuencia, durante el enfriamiento del sólido, no se presenten los carburos ledeburíticos. La presencia del molibdeno y el cromo como se menciona en el marco teórico da pie a tener la presencia de los carburos aleados que son los que se encuentran en mayor cantidad dentro de la microestructura, en este caso en particular, los porcentajes que se presentan en la pieza de estos dos elementos, genera expectativas de que teóricamente existirá presencia de carburos, ya que estos dos elementos son antigrafitizantes. La cantidad de magnesio residual está dentro de los rangos para un hierro nodular lo cual se refleja en el porcentaje de nodularidad según la norma ASTM A 247-67. El fósforo tiene que mantenerse en un margen bastante bajo para no tener la presencia de esteadita que fragiliza la pieza y reduce sus propiedades mecánicas. El cobre es un estabilizador de la perlita que junto con la el porcentaje de manganeso (0.866%) garantizan la matriz perlítica. Finalmente, el azufre se debe de mantener en bajos porcentajes, idealmente en 0.015%, ya que este reacciona con el Mg formando

sulfuros de magnesio, en caso de tener porcentajes más altos de azufre, se tendrá un mayor consumo de nodularizante y la reacción será más violenta, teniendo como consecuencia que la eficiencia del magnesio recuperado disminuya y no se logré obtener el % de nodularidad esperado.

4.2) Caracterización del material antes del austemperizado (%nodularidad, densidad y tamaño de nódulos, matriz-cuantificación de carburos)

Las imágenes de la caracterización microestructural del hierro nodular base con carburos, se muestra en la **Figura 19**.

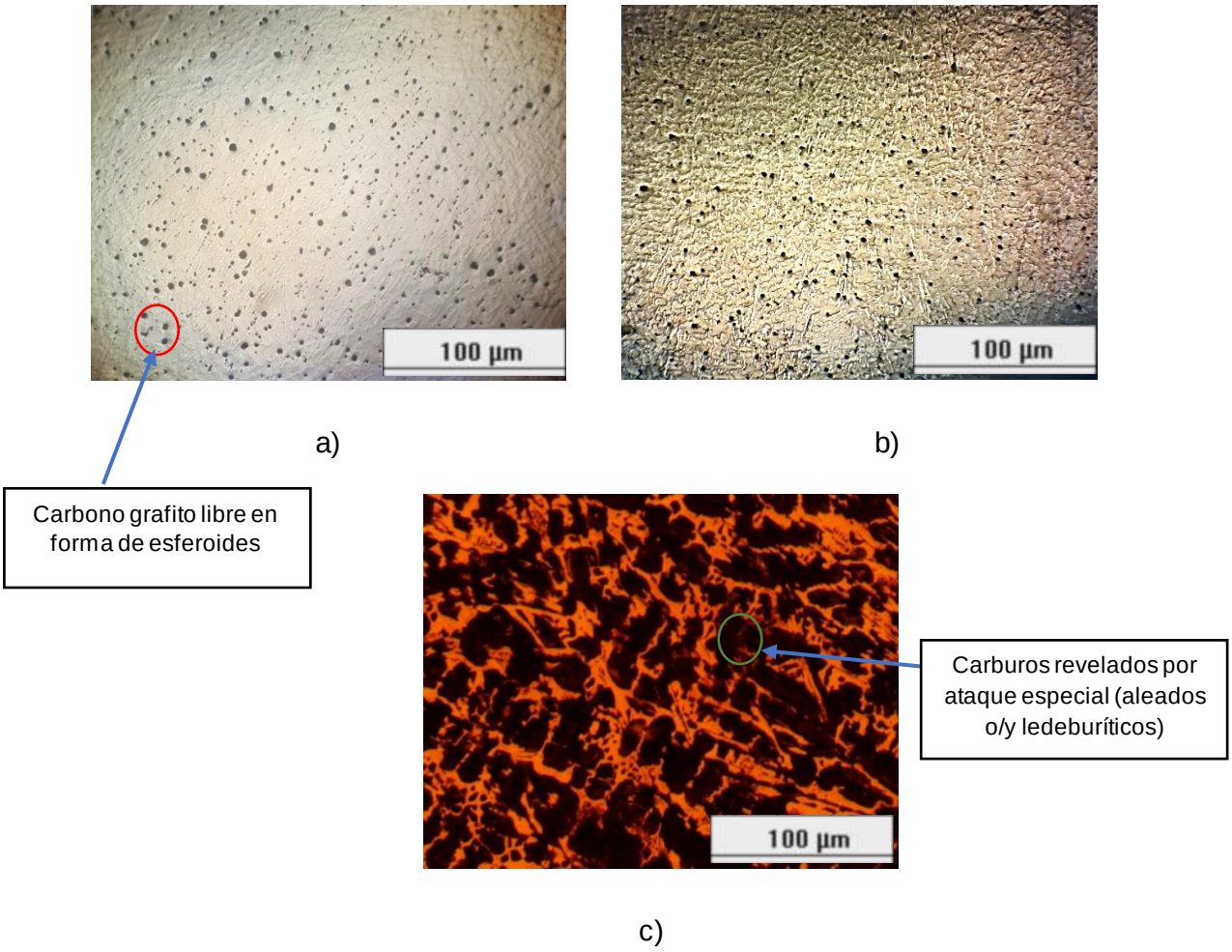


Figura 19.- Microestructura del hierro nodular con carburos (CDI) sin tratamiento térmico (pieza blanco o testigo) a) sin ataque a 10x, b) con ataque usando Nital 2 tomada a 10x y c) con ataque usando reactivo especial a 10x.

La evaluación microestructural de la **Figura 19** se muestra en la **Tabla 10.**

Tabla 10.- Caracterización microestructural del hierro nodular con carburos (CDI).

% Nodularidad	Tamaño de nódulos	Densidad de nódulos (nódulos/mm^2)	% de Carburos	Morfología del grafito (Norma ASTM 536-84)	Matriz y microestructura
95	Entre 7 y 8	100 y 150	29.36	Tipo 1	La característica del material es tener una matriz 100% perlítica. se observa la gran cantidad de carburos presentes en la matriz de la pieza.

.

De la **Figura 19** es importante cuantificar la cantidad de carburos ya que después de efectuar el tratamiento de austemperizado de este material, se procedió a realizar una comparación entre esta imagen y la que se obtuvo después del tratamiento, para determinar qué porcentaje de carburos se eliminaron. Para la parte de cuantificación del porcentaje de carburos en la pieza de llegada o inicio y para posteriores se utiliza el programa Image Pro Plus 6.1. El porcentaje de carburos presente en la **Figura 19** fue de 29.36%, y este valor se registró en la **Tabla 21** haciendo comparación con las demás piezas y sus respectivos tratamientos.

4.3) Aproximación de la temperatura de transformación martensítica.

Ya que no se realizó el análisis térmico, se procedió a realizar una aproximación de la temperatura de transformación martensítica (T_{Ms}), dicha aproximación se hizo mediante dos tratamientos térmicos a diferentes temperaturas y recurriendo a la

literatura para conocer que la transformación empieza a una temperatura alrededor de 200°C [1].

En la **Tabla 11** se identifican las piezas y las condiciones del tratamiento térmico de austemperizado para identificar la posible formación de martensita.

Tabla 11.- Descripción de las condiciones de trabajo de cada una de las piezas, así como su identificación.

Condición de la prueba	Nombre de la pieza	Tratamiento y condiciones a las que fue sometida
1	P9	a) $T_{\gamma} = 900°C\ y\ t_{\gamma} = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 160°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 120\ min$
2	P15	a) $T_{\gamma} = 900°C\ y\ t_{\gamma} = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 160°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 45\ min$
3	P16	a) $T_{\gamma} = 900°C\ y\ t_{\gamma} = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 210°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 45\ min$
4	P17	a) $T_{\gamma} = 900°C\ y\ t_{\gamma} = 30\ min$ b) $T_{Baño\ de\ sales} = 210°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 120\ min$

Una vez identificadas las piezas y realizado el tratamiento térmico correspondiente se procede a la caracterización microestructural de las mismas.

El primer tratamiento que se realizo fue a un largo tiempo y con la menor temperatura del baño de sales. Las imágenes de la microestructura de esta condición se muestran en la **Figura 20,** y se observa que es completamente martensítica con carburos, la martensita (α´) indica que se está por debajo de la temperatura de transformación martensítica (T_{Ms}); todo esto trae como resultado una alta dureza que se llega a mostrar más adelante en la **Tabla 22** y que se asocia con las piezas P10 y P12.

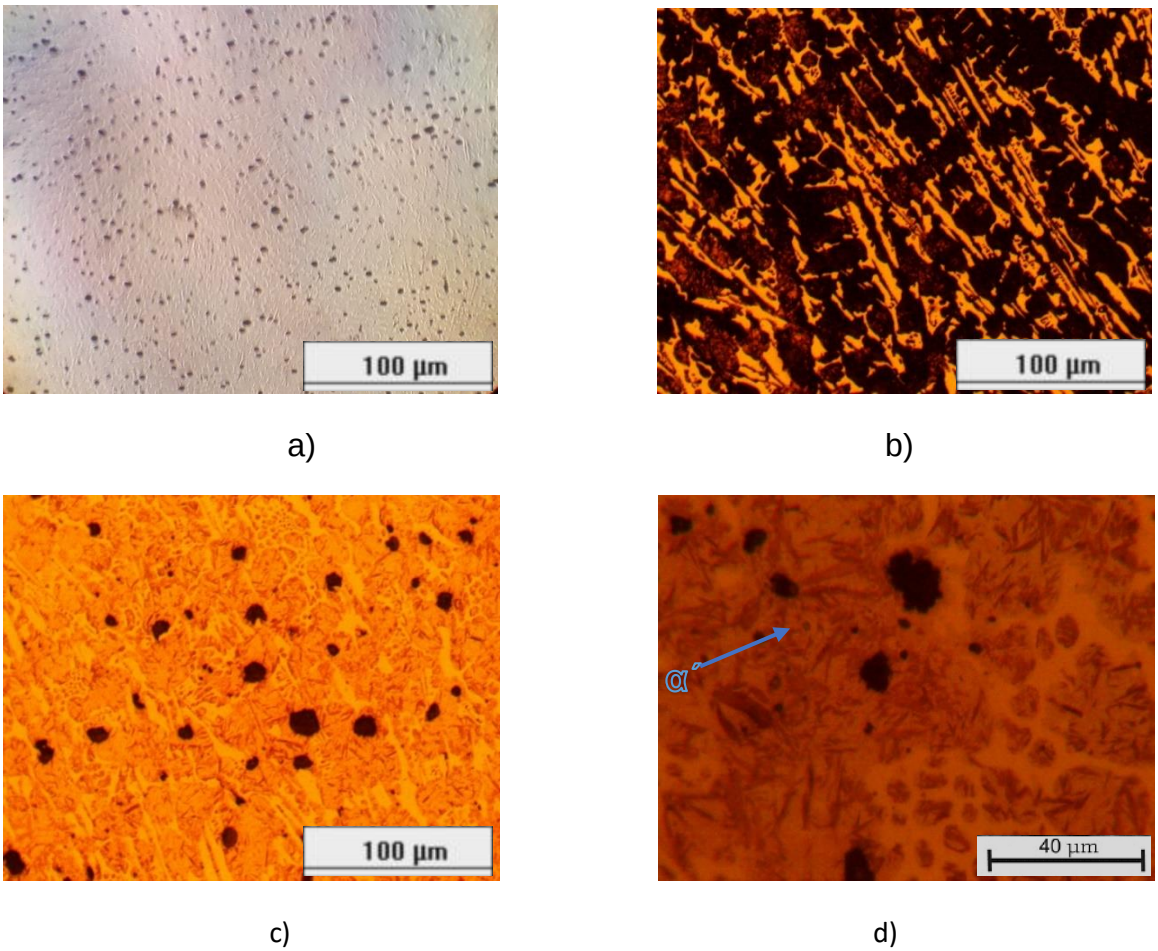


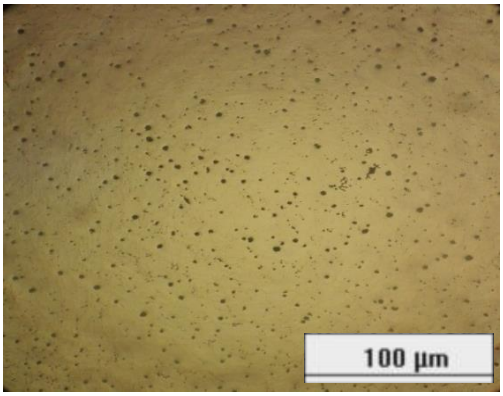
Figura 20.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x. Condiciones de trabajo: T=160°C y t=120 min.

En las imágenes de la **Figura 20** se ve claramente como la cantidad de carburos sigue siendo la misma, sin embargo, el tiempo de permanencia no afecta demasiado a la martensita presente que es algo más gruesa; la velocidad de enfriamiento no hace que cambie la microestructura presente ya que se está debajo de la temperatura de transformación martensítica al comparar la temperatura de trabajo con el diagrama de fases que se muestra en la **Figura 6.**

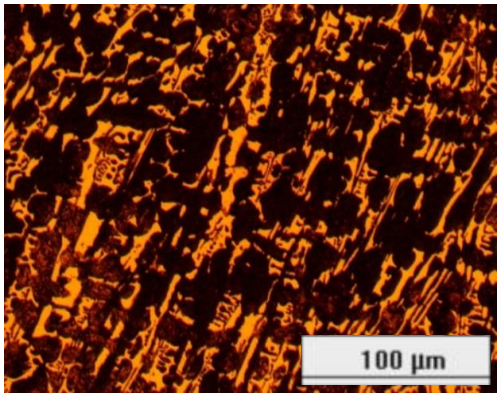
Tabla 12.- Caracterización microestructural de la pieza a: T=160°C y t=120 minutos.

% Nodularidad	Tamaño de nódulos	Densidad de nódulos (nódulos/mm^2)	% de Carburos	Dureza (HBW) (Kg/mm^2)	Matriz y microestructura
95-90	Entre 7 y 6	100 y 150	20.91	614	Se tiene una gran presencia martensita y se observa que la forma del grafito es Tipo 1.

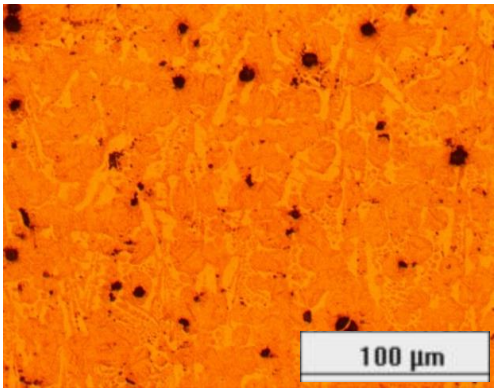
En la **Figura 21** inciso d observando la microestructura se identifica la martensita por estar las agujas en un ángulo de 60° o en forma de "M". La mayoría no está cerca del carbono grafito sino en toda la microestructura.



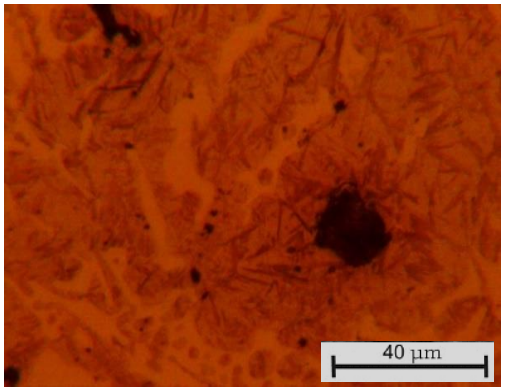
a)



b)



c)



d)

Figura 21.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=160°C y t=45 minutos.

A grandes rasgos se observa en la **Tabla 13** que la martensita presente está en mayor cantidad y la cantidad de carburos casi no disminuye por lo que puede deducirse que el tiempo de permanencia en el baño hizo que la cantidad de martensita fuera menor y a su vez la que está presente fuera mucho más gruesa. La dureza presente en esta pieza es mayor a la presente en la P9 ya que, aunque ambas tienen la misma matriz llega a afectar los carburos presentes dentro de la pieza.

Tabla 13.- Caracterización microestructural de la pieza sometida a: T=160°C y un tiempo de t=45 minutos.

% Nodularidad	Tamaño de nódulos	Densidad de nódulos (nódulos/mm^2)	% de Carburos	Dureza (HBW) (Kg/mm^2)	Matriz y microestructura
95-90	7 y 6	100 y 150	28.75	634.51	En la matriz se observa la cantidad de martensita presente por el tiempo de permanencia llega a ser mucho menor y se observa que la forma del grafito es Tipo 1.

En la **Figura 22** se observa que el carbono grafito sigue siendo del tipo 1 no registra un cambio en ninguna parte la microestructura, sin embargo, comparando con las piezas P9 y P15 existe un cambio ya que no solamente se tiene presente gran cantidad de martensita, sino que ya empieza a haber una cantidad pequeña de ausferrita dentro de la matriz, esto se debe al encontrarse trabajando ligeramente por arriba de la posible temperatura de transformación martensítica (T_{Ms}).

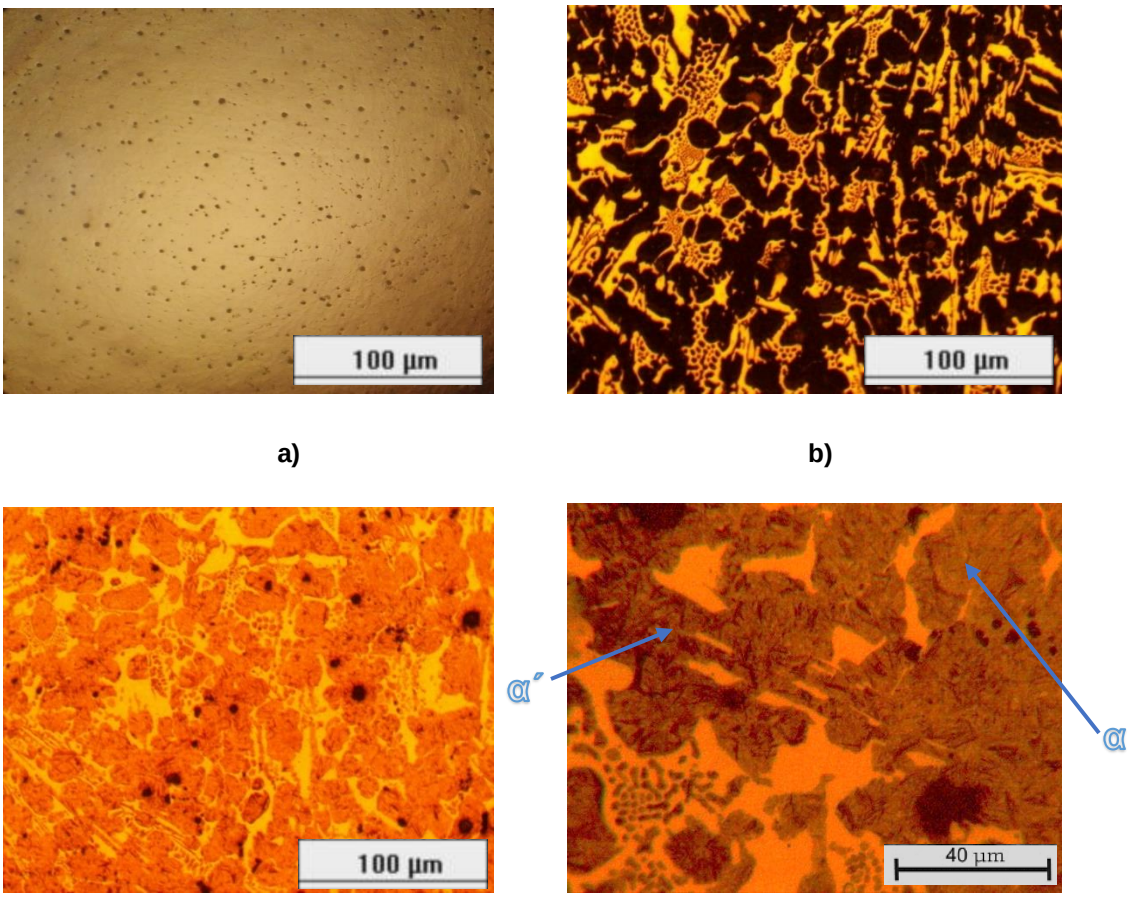


Figura 22.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=210°C y t=45 minutos

En el análisis final de la **Tabla 14** se puede decir que los nódulos como en las demás piezas no sufren ningún tipo de cambio sin embargo la microestructura presenta ausferrita muy fina (α) y la martensita (α´) se llega a notar sumamente gruesa, de hecho, se puede ver en la **Figura 22** en el inciso d como está muy remarcada en la microestructura y no solamente por su característica forma de "M" o en ángulo de 60°. Confirmando que la dureza de la pieza es mucho menor por la presencia de la ausferrita.

Tabla 14.- Caracterización microestructural de la pieza a: T=210°C y t=45 minutos.

% Nodularidad	Tamaño de nódulos	Densidad de nódulos (nódulos/mm²)	% de Carburos	Dureza (HBW) (Kg/mm²)	Matriz y microestructura
95-90	7 y 6	100 y 150	28.75	597.557	En la matriz se observa que hay una presencia grande de ausferrita, pero también se tiene martensita, la diferencia es que tenemos martensita gruesa y la ausferrita es difícil de notar ya que es muy fina, al final se observa que la forma del grafito es Tipo 1.

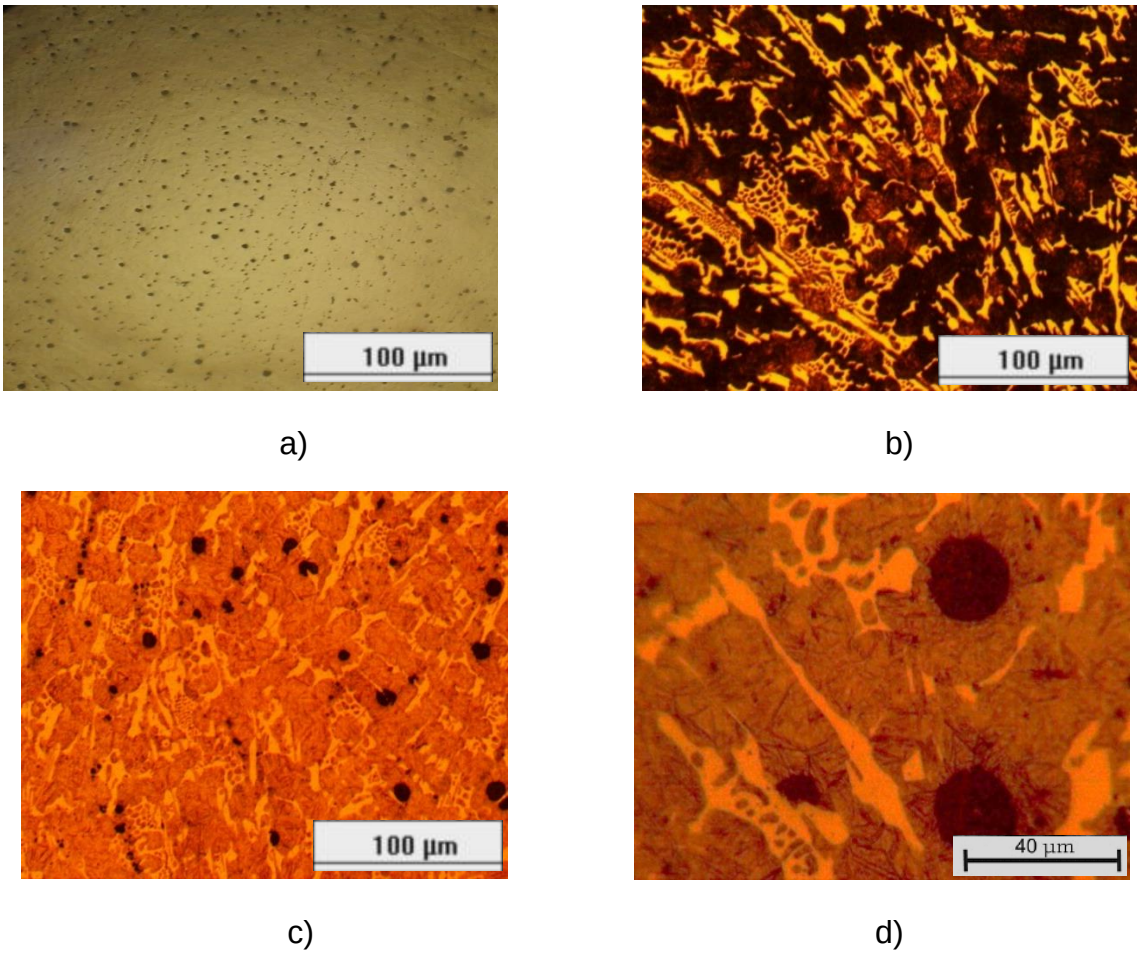


Figura 23.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=210°C y t=120 minutos

La matriz que se puede llegar a observar en la **Figura 23** inciso d, es ausferrita con mayor presencia de carburos como se ve en el inciso b, pero a su vez también se encuentra un poco de martensita distribuida, alrededor de los nódulos precipita la ausferrita que es muy fina y más alejado de éstos hay presencia de martensita.

La caracterización de este material que se muestra en la **Tabla 15** es casi la misma que se encuentra en la **Tabla 14,** aunque la dureza que presenta esta pieza es menor debido al mayor tiempo de permanencia en el baño de sales lo cual permitió que la reacción 1 se haya llevado a cabo casi por completo dando paso a una mayor cantidad de ausferrita (α) y desapareciendo casi por completo la martensita.

Tabla 15.- Caracterización microestructural de la pieza a: T=210°C y t=120 minutos.

% Nodularidad	Tamaño de nódulos	Densidad de nódulos (nódulos/mm^2)	% de Carburos	Dureza (HBW) (Kg/mm^2)	Matriz y microestructura
95-90	7 y 6	100 y 150	27.24	564.126	En la matriz se observa que hay una presencia de ausferrita y martensita, la martensita presente es gruesa y la ausferrita es difícil de notar ya que es muy fina, al final se observa que la forma del grafito es Tipo 1.

En conclusión, por los análisis observados a partir del manejo de dos rangos de temperaturas y de tiempos en el baño de sales, las microestructuras mostradas en todas las piezas, a temperatura alta (210°C) cuentan con la presencia de ausferrita, por otro lado, las piezas con un rango de temperatura alto (210°C) y un alto tiempo de permanencia en el baño de sales (120 min) muestra que la presencia de ausferrita es casi completa. aunque aún hay trazos de martensita indica que se está por arriba de la temperatura de transformación martensítica (T_{Ms}) [6], siendo las de baja temperatura con una mayor presencia de martensita en la matriz.

4.4) Austemperizado aplicado al diseño de experimentos Factorial

En la metalografía realizada y presentada en la **Figura 24** en el inciso d, existe la presencia de ausferrita y también la martensita lo cual se debe al corto tiempo que se dio de austemperizado. Se puede apreciar en el inciso d que la martensita presente es algo gruesa y se hace notar por los ángulos de 60° que se forman parecidos a una "M".

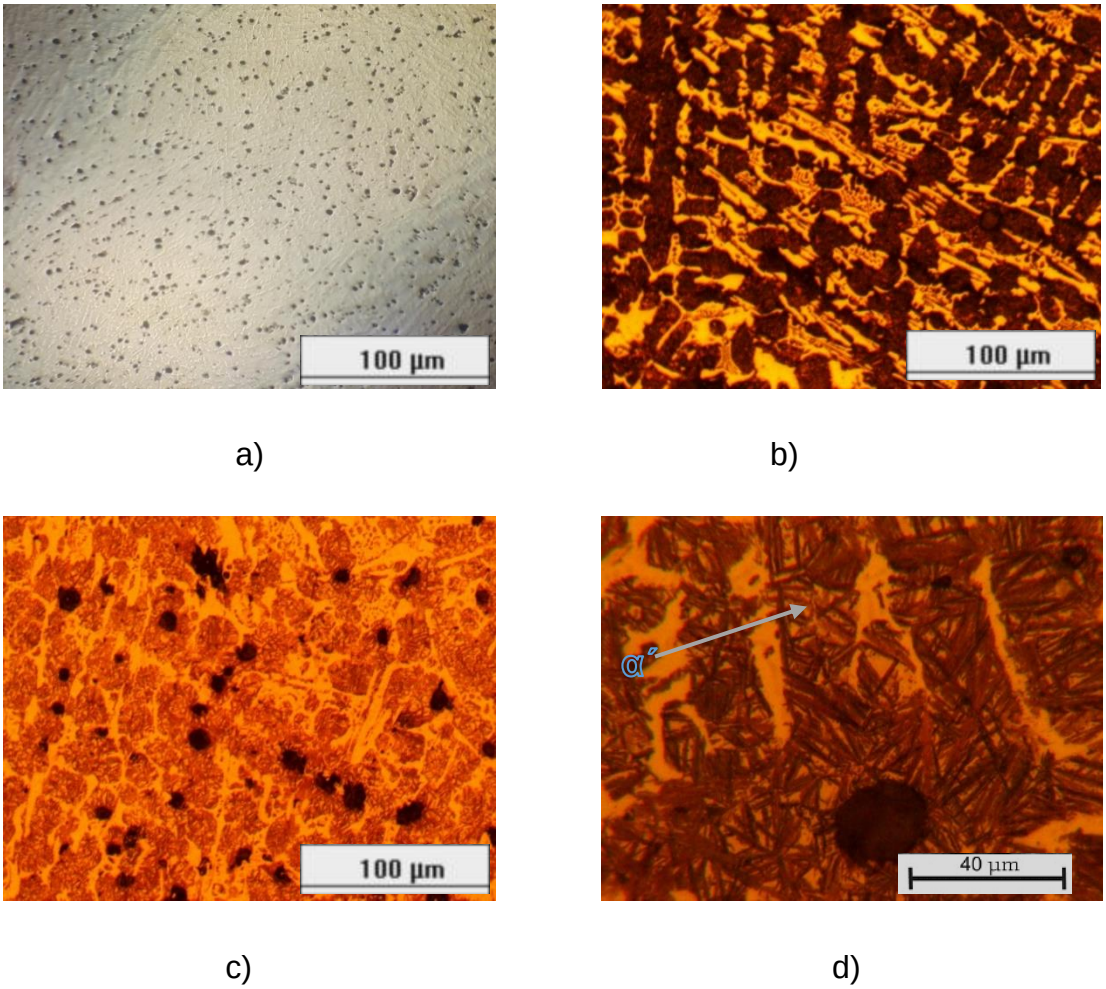


Figura 24.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=325°C y t=45 minutos.

En la **Tabla 16** se observa que al tener una temperatura relativamente baja de austemperizado si no se maneja un tiempo correcto de permanencia en el baño de sales puede que se presente la martensita (α´) y se hace notar por los ángulos de 60° que se forman parecidos a una "M". Esto relacionado directamente a la dureza presente en esta pieza indica que es algo alta por las fases presentes (ausferrita y martensita). Por lo que, aunque se tiene presencia de ausferrita y que se pudo lograr tenerla en la microestructura también se tiene presencia de martensita dado que la austenita no logró completar la Reacción I [32]. En lo que respecta a la resistencia al desgaste esta microestructura es la menos favorable, se relaciona directamente a la baja dureza que presenta la pieza y su % de carburos siendo el segundo menor entre todas las piezas (**Tabla 21**); por lo que se concluye que su resistencia es la menor de todas las piezas bajo tratamiento térmico.

Tabla 16.- Caracterización microestructural y dureza de la pieza a: T=325°C y t=45 minutos.

% Nodularidad	Tamaño de nódulos	Densidad de nódulos (nódulos/mm^2)	% de Carburos	Dureza (HBW) (Kg/mm^2)	Matriz y microestructura
95	7	100 y 150	25.87	501.03	A mayor aumento podemos distinguir una menor cantidad de ausferrita, pero también hay una cantidad considerable de martencita. El tipo de nódulos sigue siendo una mezcla en mayor cantidad del Tipo II y una pequeña cantidad del Tipo I.

La microestructura presente en la **Figura 25** en su inciso a, se observa que el carbono grafito se mantiene en su forma y presentando casi todos un Tipo II y en menor cantidad Tipo I, la ausferrita (α) está presente en toda la matriz en forma de pequeñas plumas algo gruesas que inician en el nódulo del carbono grafito y se extienden por toda la matriz como se observa en el inciso d.

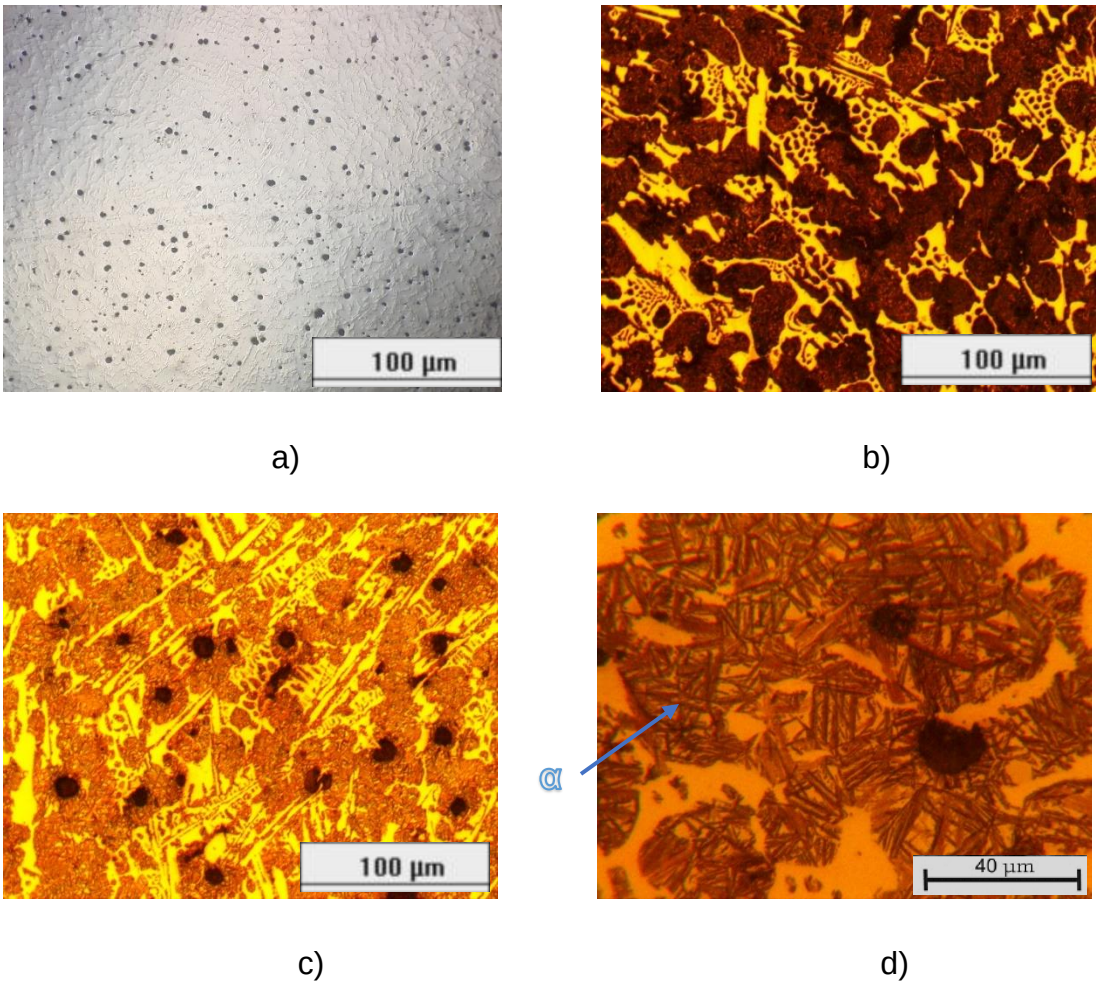
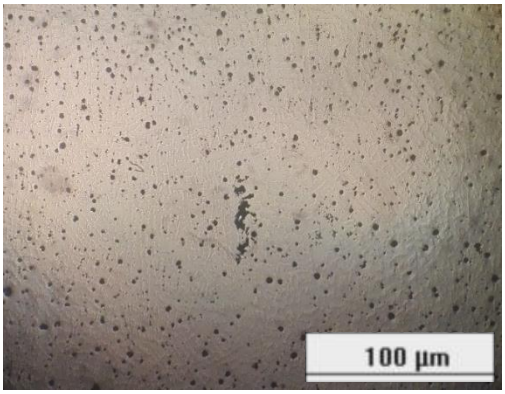


Figura 25.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=325°C y t=120 minutos

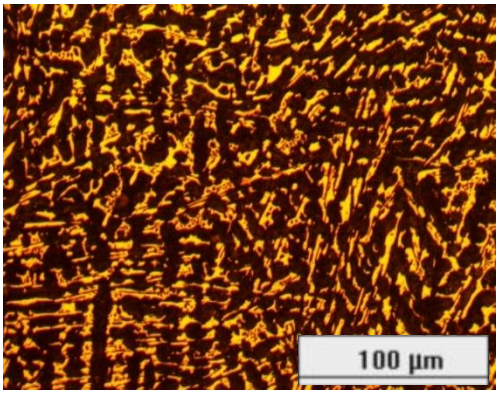
Bajo estas condiciones de trabajo y con las características que se notan en la **Tabla 17**, es donde se tiene la menor dureza dado que la cantidad de carburos es la misma que la inicial, pero no hay presencia de martensita; otro indicativo de esto es que se registra la menor dureza en estas condiciones (temperatura baja y tiempo alto). Con todo esto se puede concluir que el tratamiento que se realizó fue óptimo para obtener la ausferrita sin presencia de martensita y manteniéndose dentro del rango de la reacción 1 [32] para evitar que se precipite la bainita. Esto aunado con la dureza que presenta obtiene el segundo valor más alto de resistencia al desgaste que puede deberse a la alta cantidad de carburos.

Tabla 17.- Caracterización microestructural y dureza de la pieza a: T=325°C y t=120 minutos.

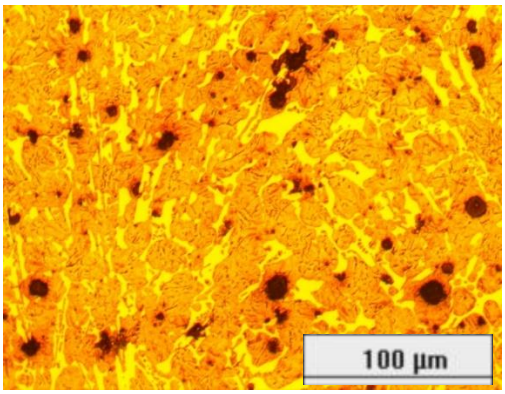
% Nodularidad	Tamaño de nódulos	Densidad de nódulos (nódulos/mm²)	% de Carburos	Dureza (HBW) (Kg/mm²)	Matriz y microestructura
95	Entre 7 y 6	100 y 150	28.14	510.57	La cantidad de carburos sigue siendo consistente lo que nos indica que son carburos aleados, las agujas presentes son de ausferrita se encuentran en gran cantidad lo cual se refleja en la baja dureza presente en la pieza. El tipo de nódulos sigue siendo una mezcla en mayor cantidad del Tipo II y una pequeña cantidad del Tipo I.



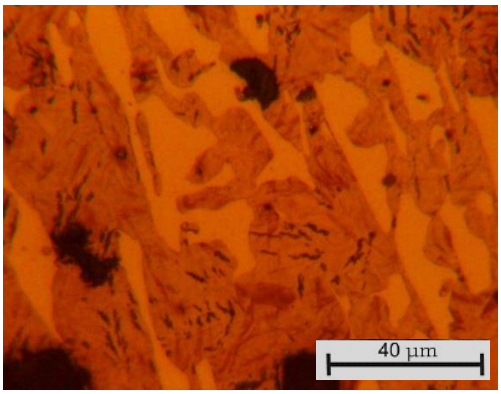
a)



b)



c)



d)

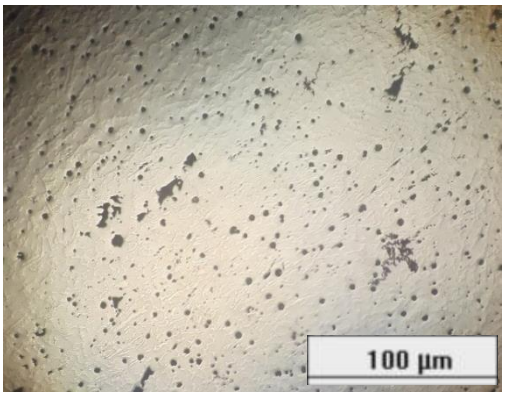
Figura 26.- Microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=400°C y t=45 minutos.

Nuevamente la microestructura que se observa en la **Figura 26** inciso d, en comparación con la pieza de llegada cambia por completo teniendo la parte de la ausferrita en mucho menor cantidad, mientras que también se tiene la presencia de carburos aleados alrededor que se denotan como la parte blanca en la imagen metalográfica. Los nódulos de grafito vuelven a presentarse en su mayoría como Tipo II con presencia de algunos Tipo I [31] aunque en estas condiciones se encuentran en mayor cantidad.

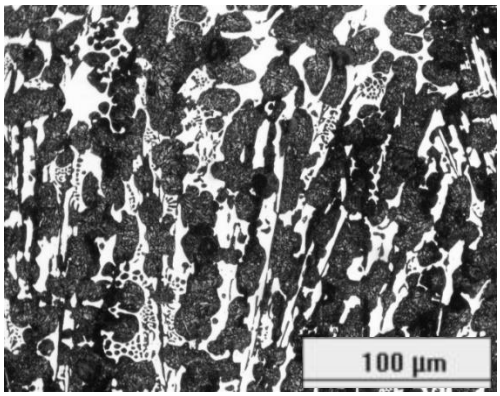
En la **Tabla 18** las condiciones en las que se encuentran estas piezas se puede observar una menor cantidad de ausferrita dando a entender que probablemente el tiempo fue demasiado corto para dar tiempo a que toda la austenita retenida (γ) se transformara en ausferrita (ferrita acicular + austenita con alto carbono) [32]. Al tener una alta cantidad de carburos se observa su alta dureza y la gran resistencia al degaste presente en estas piezas. Comparando con el tiempo alto, se tiene que la microestructura cambia bastante al igual que la cantidad de ausferrita presente. Todos estos cambios se debieron a que no se alcanzó en este caso la ventana de proceso quizá quedándose cortos para estar dentro de ella y lograr que se dé la reacción 1 (comentada en la parte introductoria) [12]. En lo que respecta a la resistencia al desgaste esta pieza presenta el mayor valor de resistencia ya que pierde la menor cantidad de masa durante todo el tiempo que duró la prueba y se mostró altamente resistente, esto puede ser debido a la microestructura que presenta en gran cantidad de carburos.

Tabla 18.- Caracterización microestructural y dureza de la pieza a: T=400°C y t=45 minutos.

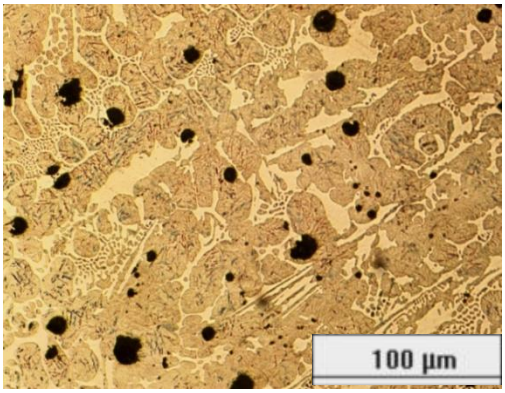
% Nodularidad	Tamaño de nódulos	Densidad de nódulos (nódulos/mm^2)	% de Carburos	Dureza (HBW) (Kg/mm^2)	Matriz y microestructura
95	7 y 6	100 y 150	26.07	697.18	A mayor aumento podemos distinguir una menor cantidad de ausferrita. El tipo de nódulos sigue siendo una mezcla en mayor cantidad del Tipo II y una pequeña cantidad del Tipo I.



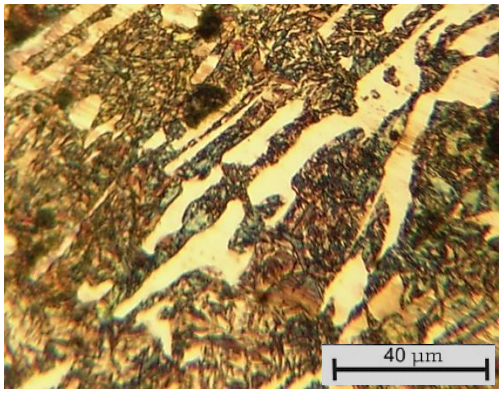
a)



b)



c)



d)

Figura 27.-microestructura del hierro CADI a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo: T=400°C y t=120 minutos.

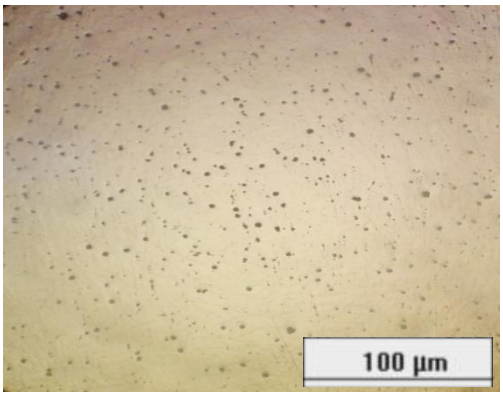
En la **Figura 27** en su inciso d, se puede observar cómo no solamente la microestructura cambió por completo, ya que, se hace nuevamente presente la ausferrita dentro de la matriz, también los nódulos cambiaron de forma presentando a una mezcla de tipos de grafito I y II que se considera ya como un grafito irregular [31].

Hay una alta presencia de la ausferrita dentro de la matriz, aunque a diferencia de la presente en las piezas anteriores, ésta es un poco más gruesa. Durante el tratamiento puede que se haya rebasado la línea un poco donde empieza la Reacción 2 según el diagrama de ciclo térmico de austemperizado mostrado en la **Figura 5.** Todo esto caracterizado en la **Tabla 19.** En la parte que respecta a la resistencia al desgaste se puede observar que su resistencia al desgaste es baja comparada a las demás piezas.

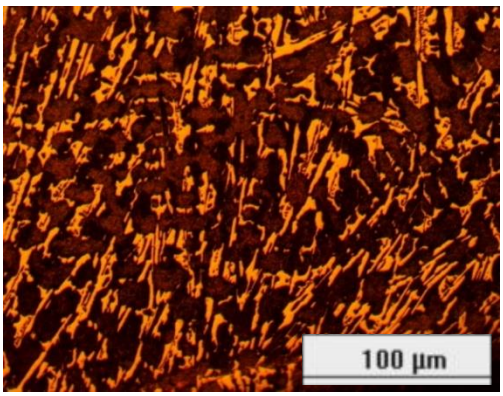
Tabla 19.- Caracterización microestructural de las piezas sometidas a: T=400°C y t=120 minutos.

% Nodularidad	Tamaño de nódulos	Densidad de nódulos (nódulos/mm^2)	% de Carburos	Dureza (HBW) (Kg/mm^2)	Matriz y microestructura
95	Entre 7 y 6	100 y 150	24.44	670.68	Se observa que en la matriz tenemos presencia de ausferrita un poco gruesa por la temperatura a la que se hizo el austempering. Se ve el carbón grafito un poco explotado ya mostrando Tipo II en gran cantidad y en menor cantidad Tipo I con presencia de carburos.

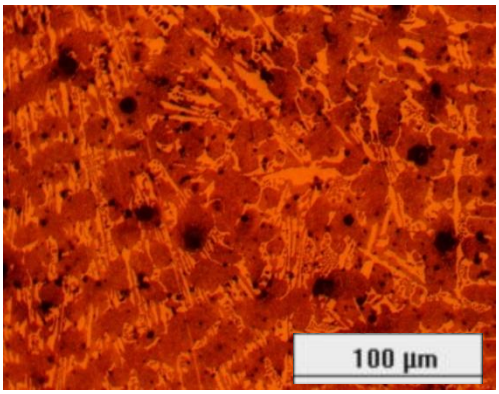
En el caso de la **Figura 28** se puede ver que la martensita está completamente presente en la matriz con carburos aleados, es difícil distinguir a bajos aumentos como se aprecia en el inciso c, pero a 40x como se muestra en el inciso d se distingue un poco la presencia de la martensita muy fina la cual hizo que la dureza obtenida en este material fuera bastante alta.



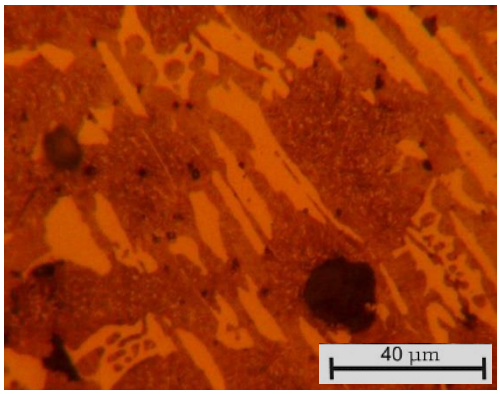
a)



b)



c)



d)

Figura 28.- Microestructura del hierro a) sin ataque a 10x, b) Con ataque de reactivo especial a 10x, c) Con ataque de Nital 2 a 10x y d) Con ataque de Nital 2 a 40x para observar la matriz. Condiciones de trabajo fue un temple directo en agua a temperatura de 28°C homogenizada con aire a presión.

Al observar los datos obtenidos en la **Tabla 20,** lo primero que destaca es el alto valor de dureza obtenida de la pieza, puede relacionarse directamente con la microestructura presente en la **Figura 28** inciso d y con el conocimiento de que la martensita es sumamente dura y por lo tanto coincide con los valores que se obtuvieron en la recopilación de datos de dureza. La cantidad de carburos disminuye muy poco en relación con los que estaban presentes por lo que no afectan al comportamiento de la pieza de forma directa o indirecta.

Tabla 20.- Caracterización microestructural de la pieza templada a T=28°C.

% Nodularidad	Tamaño de nódulos	Densidad de nódulos (nódulos/mm^2)	% de Carburos	Dureza (HBW) (Kg/mm^2)	Matriz y microestructura
95	7	100 y 150	27.78	722.42	Las únicas dos fases presentes es martensita fina y carburos. El tipo de nódulos es del Tipo I.

Una vez obtenido todos los resultados y caracterizando cada una de las piezas se procede a hacer una comparación entre el porcentaje de carburos de la pieza inicial contra el porcentaje obtenido después del tratamiento de austenizado. Para ello se recurre a la **Tabla 21** donde se muestra el porcentaje de carburos de la pieza sin tratamiento (P11) en orden descendente y las piezas bajo estudio:

Tabla 21.- Comparación de porcentaje de carburos respecto a las condiciones de trabajo.

Condiciones	% de Carburos
Sin tratamiento	29.36
Austemperizado a baja temperatura y bajo tiempo (T=325°C, t=45 minutos)	25.87
Austemperizado a baja temperatura y tiempo alto (T=325°C, t=120 minutos)	28.14
Austemperizado a alta temperatura y bajo tiempo (T=400°C, t=45 minutos)	26.07
Austemperizado a alta temperatura y tiempo alto (T=400°C, t=120 minutos)	24.48
Temple en agua	27.78

Como se puede observar, en todas las piezas disminuye el porcentaje de carburos y que puede ser explicado por el hecho de que los carburos ledeburíticos que se generaron por la velocidad de enfriamiento fueron disueltos. De acuerdo a la literatura, los carburos ledeburíticos formados por las altas velocidades de enfriamiento tienden a disolverse durante en la etapa de austenización, por lo que, se puede asegurar que la mayoría de los carburos presentes en la matriz son aleados.

Se puede concluir entonces que dado el espesor de la pieza inicial de 1.08 centímetros podría esperarse que la velocidad de enfriamiento hiciera que aparecieran mayor cantidad de carburos ledeburíticos, pero al llevar a temperatura de austenización y posteriormente los diferentes tratamientos se hace notar que la cantidad existente de éstos era mínima.

4.5) Ensayo de dureza con y sin austemperizado

En la **Tabla 22** se muestran los resultados de durezas obtenidas, de acuerdo a las condiciones de tratamiento térmico.

Como se puede observar en la **Tabla 22** las piezas que obtuvieron mayor dureza fueron las que tienen la matriz 100% martensítica (P10 y P12) y aquellas en las que la matriz es en poca cantidad ausferrita (P3 y P4) obteniendo así la dureza más alta registrada en todas las piezas, se relaciona directamente con la cantidad de ausferrita encontrada en la metalografía.

Tabla 22.- Resultados del ensayo de dureza Brinell.

Pieza	Condición de austemperizado		F (Kgf)	Diámetro identador (mm) [D]	Diámetro de la huella (mm) [d]	HBW (Kg/mm^2)
	Temperatura de baño de sales (°C)	**Tiempo de austenización (min)**				
P9	160	120	750	5	1.238	614
P15	160	45	750	5	1.217	634.15
P16	210	45	750	5	1.117	597.557
P17	210	45	750	5	1.29	564.126
P1	400	120	750	5	1.17	687.904
P2	400	120	750	5	1.2	653.453
P3	400	45	750	5	1.16	699.985
P4	400	45	750	5	1.175	681.978
P5	325	120	750	5	1.38	491.694
P6	325	120	750	5	1.355	510.375
P7	325	45	750	5	1.32	538.331
P8	325	45	750	5	1.34	522.088
P10	28 (agua con aire para homogenizar)	20 segundos	750	5	1.15	712.383
P12	28 (agua con aire para homogenizar)	20 segundos	750	5	1.115	744.837
P11	Blanco (sin tratamiento de austemperizado)		750	5	1.47	432.147

Ejemplo de cálculo para la obtención de la dureza HBW:

$$HBW = \frac{2(750)}{\pi * 5 * \left(5 - \sqrt{5^2 - 1.116^2}\right)} \qquad HBW = 757.058$$

Se debe hacer mención que también se les hizo una prueba de dureza Rockwell C para ver si los resultados obtenidos eran comparables a HBW. Se toma una muestra de cada uno de las condiciones para hacérseles la prueba y se muestran en la **Tabla 23.**

Tabla 23.- Valores obtenidos para ensayo de dureza Rockwell C.

Identificación de la pieza	**HRC**			
	Prueba 1	Prueba 2	Prueba 3	Promedio
P1	57	58.5	58.5	58.0
P3	61	61	61	61.0
P6	49.5	49.5	50	49.7
P7	53	53	53	53.0

Debe hacerse notar que es posible que en la pieza P1 a pesar de ser una temperatura de austemperizado igual a la registrada con las de dureza más alta, el tiempo de permanencia fue mucho mayor, entonces se concluye que al utilizar el diagrama TTT (mostrado en la **Figura 6**) dicta que el tiempo de permanencia fue quizá demasiado largo para dicha temperatura y encontrándose que es posible que la ausferrita haya dado paso a la reacción II [32] obteniendo carburos y presencia de bainita. En la **Figura 29** se hace notar mediante una gráfica como ambas piezas a misma temperatura presentan una alta dureza pero que no hay un gran cambio entre estas, presentando la mayor dureza las piezas que tuvieron menor cantidad de ausferrita en su matriz.

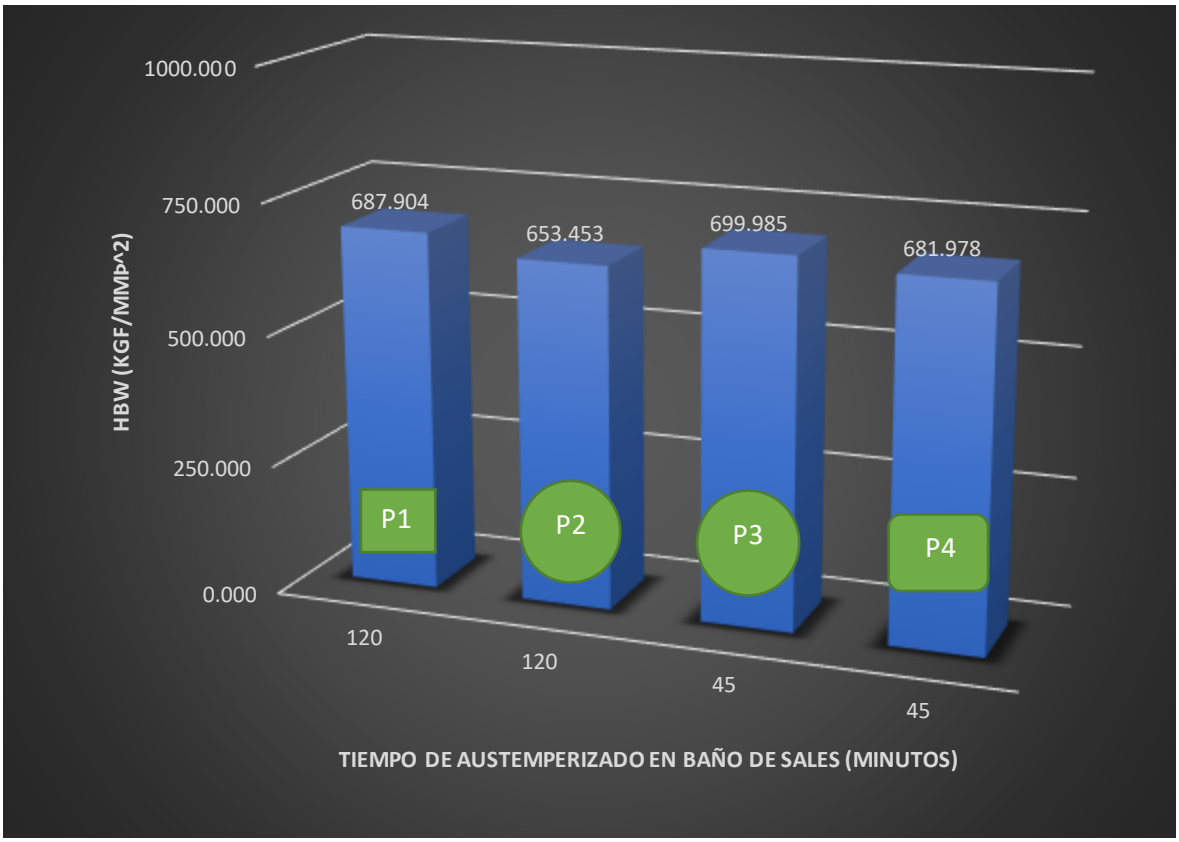


Figura 29.- Comparación de durezas a una misma temperatura en baño de sales (400°C) pero a diferentes tiempos (120 y 45 minutos respectivamente).

Para hacer otro punto comparativo se elaboró una gráfica de barras que se muestra en la **Figura 30** donde se comparan de la misma manera las durezas obtenidas en el tratamiento de austemperizado, se puede observar una dureza muy diferente del tratamiento hecho a corto tiempo comparado con el de mayor tiempo. Haciendo un análisis a detalle se puede ver que la dureza obtenida después de un bajo tiempo de permanencia es alta debido a la presencia de martensita dentro de la matriz mientras que se detecta que la dureza más baja es dentro de las piezas con mayor tiempo de permanencia. Como se menciona en análisis anteriores la dureza es proporcional a la cantidad de martensita y carburos de hierro presentes y se hace notar dicho caso en la gráfica.

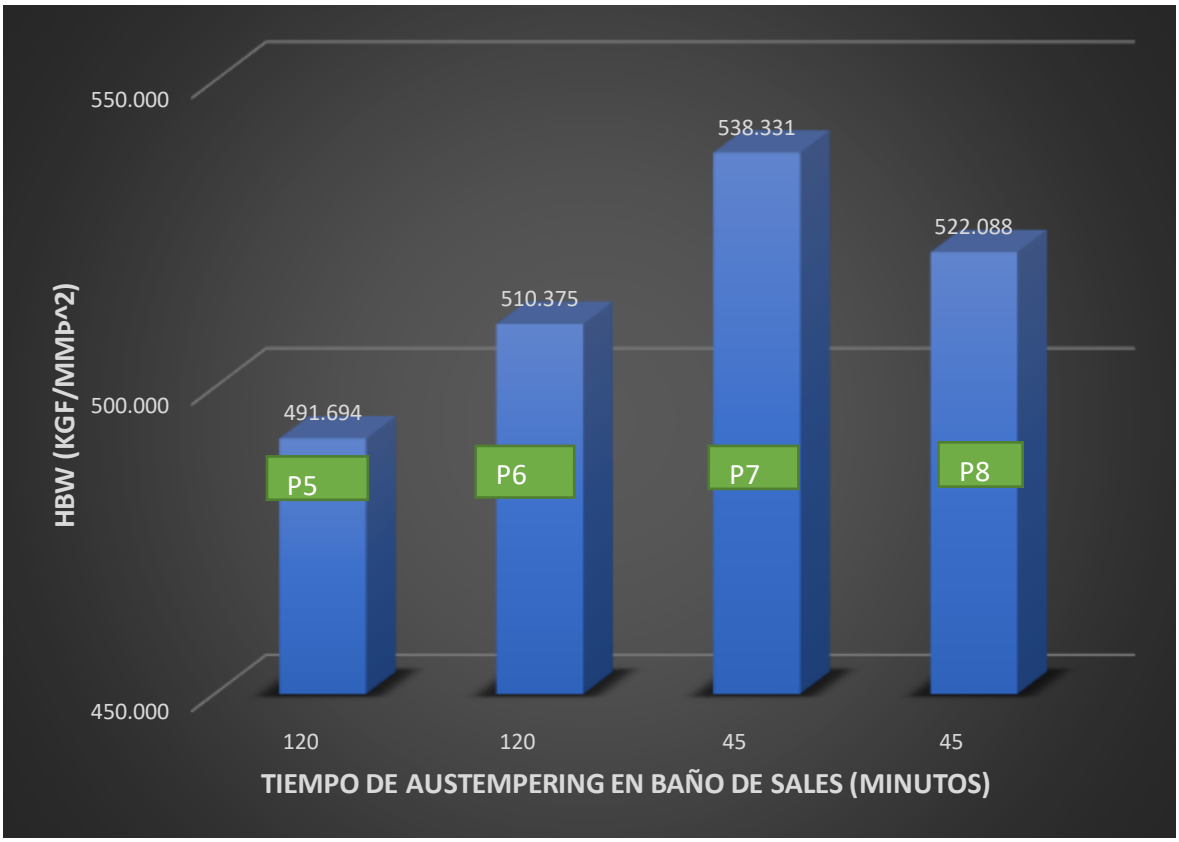


Figura 30.- Comparación de durezas a una misma temperatura en baño de sales (325°C) pero a diferentes tiempos (120 y 45 minutos respectivamente).

Así también en la **Figura 30** se observa la diferencia entre las piezas con sus duplicados es mínima lo que indica que la reproducibilidad en el experimento está garantizada, ya que, aunque existe una pequeña diferencia en su comportamiento no es algo que al reportarse pueda influenciar. Recordando que las piezas que presentan menor dureza son aquellas cuya matriz es casi por completo ausferrita y las otras presentan una mezcla entre ausferrita y martensita.

4.6) Ensayo de desgaste con y sin austemperizado.

En la **Tabla 24** se observan las pérdidas de peso correspondientes a cada una de las piezas. Analizando de manera detallada, se encuentra una relación principal donde al existir un menor porcentaje de carburos hay una pérdida de peso más marcada.

Tabla 24.- Resultados finales del ensayo de desgaste.

Pieza	Peso Inicial (g)	Peso Final (g)	Pérdida de peso total
Testigo (P11)	5.8595	5.8568	0.0027
P2	6.78256	6.77988	0.00258
P4	5.61602	5.61572	0.0003
P5	6.09804	6.09668	0.00136
P8	5.85866	5.85372	0.00494

En la **Figura 31** se hace notar de manera gráfica el comportamiento de todas las piezas, comparando los resultados de pérdidas de peso con la dureza encontramos que la p4 es la que presenta mejores propiedades, ya que se desgasta en mucho menor cantidad, mientras que la p8 es la que presenta una de las dos menores durezas y la menor resistencia al desgaste. Al relacionar la parte microestructural en la p8 se tiene una mínima presencia de ausferrita y una gran cantidad de martensita que comparando con las demás piezas es mucho menor su resistencia al desgaste; en lo que respecta a la p4 su alta resistencia al desgaste se debe a la presencia de cementita en su matriz.

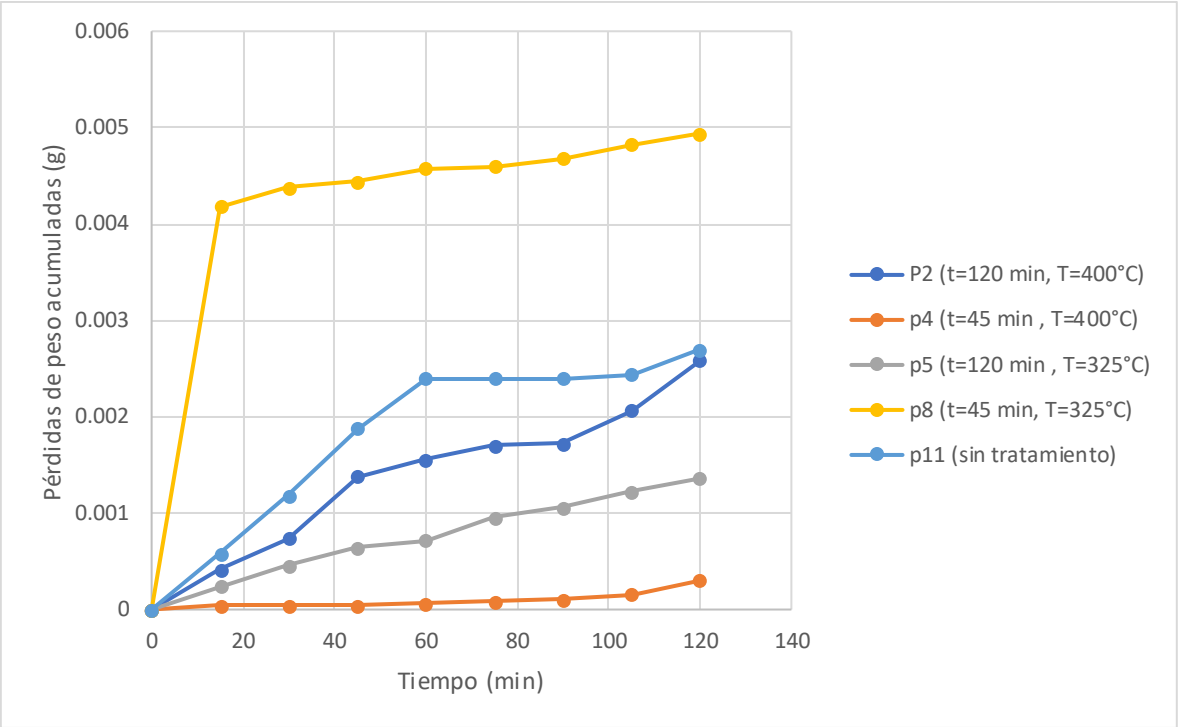


Figura 31.- Gráfica comparativa de las diferencias de pesos obtenidas después del ensayo de desgaste, se considera la pérdida de peso acumulada durante los 120 minutos de tiempo del ensayo.

Hay que recalcar que tanto la dureza como la resistencia al desgaste están mayormente ligadas a la cantidad de carburos presentes dentro de la pieza, quizá de manera menor influya la presencia de ausferrita, cuya dureza según la literatura (microdureza de 515.3) es menor a la presente en la martensita (microdureza de 540). Un claro ejemplo de este caso se da en la comparación de las piezas P2 y P5 cuya cantidad de ausferrita es relativamente la misma pero su % de carburos presentes hace una diferencia importante, teniendo una pieza (P6-28.14%) un 4% de carburos mayor que su contraparte (P1-24.48%). La pieza con mayor resistencia al desgaste no solamente presenta la segunda mayor cantidad de % de carburos sino que también junto con su matriz, demuestran que su alta dureza y resistencia al desgaste se debe a su micro estructura.

4.7) Ensayo de extrapolación de Tafel y Resistencia a la Polarización (Rp).

En la **Figura 32** se muestra la comparación de todas las curvas de polarización que se hicieron a las piezas según sus diferentes condiciones del tratamiento térmico.

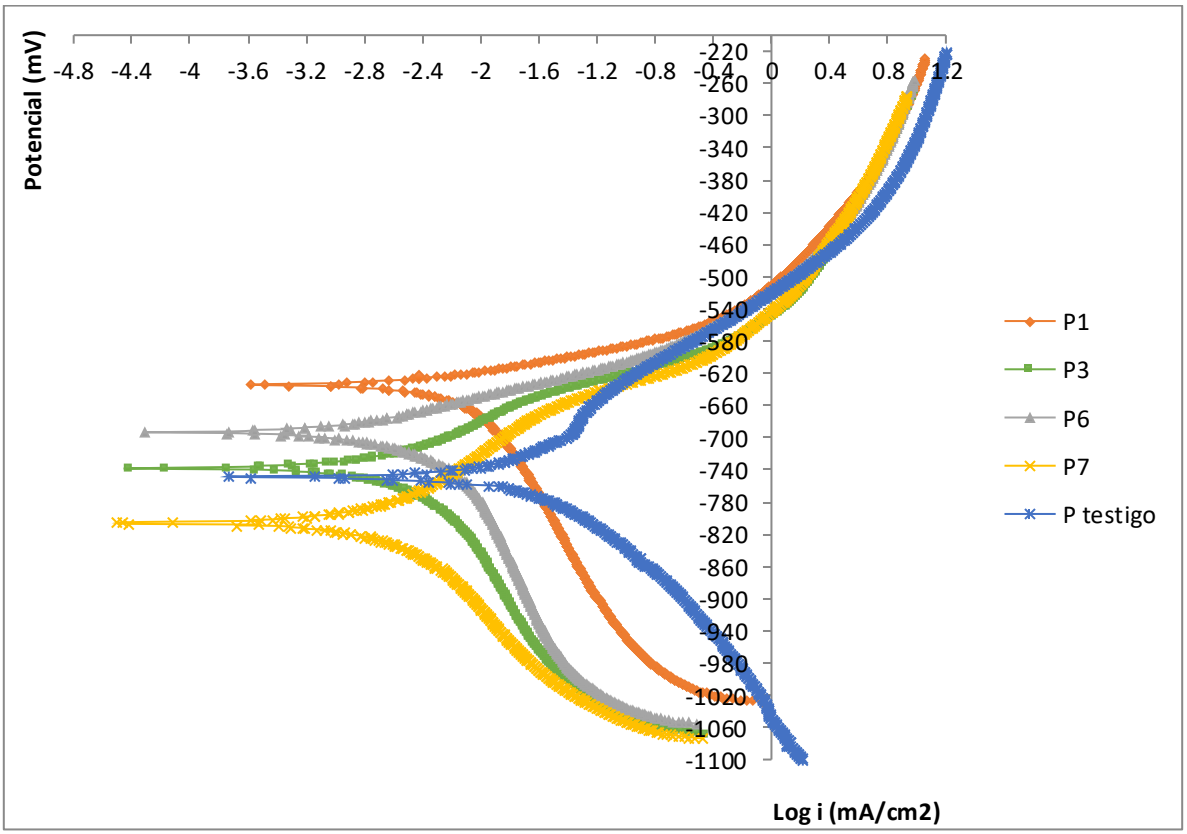


Figura 32.- Comparación de curvas de polarización del hierro CADI.

Se puede observar que todas las muestras presentan un comportamiento similar, sin embargo, se puede ver que las muestras P1, P3 y P6 presentan un potencial más anódico (P1=5.75x10^{-3}, P3=3.16x10^{-3} y P6=5.01x10^{-3} mA/cm^2) que la muestra testigo (0.0199 mA/cm^2), esto puede ser consecuencia de la cantidad de fases que estas muestras presentan entre sí (ausferrita, pequeña cantidad en algunos casos de martensita y carburos aleados que varían de un 24% a 28%) ya que al existir más de una fase en la matriz, se presentaran micro pilas que debido a la diferencia de potencial empezarán a corroer el material, el tiempo y la temperatura de tratamiento térmico influyen en la densidad de corriente la cual disminuye con las fases presentes en la matriz de cada una de las muestras ya que esto minimiza las

zonas anódicas y catódicas. Mientras que la muestra P7 presenta el valor más catódico y este también se debe a las fases presentes en la matriz (P7=1.99x10^{-3} mA/cm^2).

Para determinar el valor de la densidad de corriente de corrosión (i_{corr}) se aplicó el criterio de ± 120 mv en la zona tafeliana de las curvas, el punto donde se llegan ambas a intersectar con la recta es el valor de Log i_{corr}, este valor se transforma en la densidad de corriente necesaria para calcular la velocidad de corrosión de cada una de las curvas. En la **Figura 33** se muestra un ejemplo del trazado de las rectas de tafel y el posterior cálculo de velocidad de corrosión que se llevó a cabo.

$$Vcorr = (\frac{mA}{cm^2})(\frac{A}{10^3})(\frac{C}{A*S})(\frac{Eq}{96500\ C})(\frac{mol}{Eq})(g\frac{metal}{mol})(\frac{cm^3}{g})(\frac{10\ mm}{1\ cm})(\frac{3600\ s}{h})(\frac{24h}{dia})(\frac{365dias}{año})$$

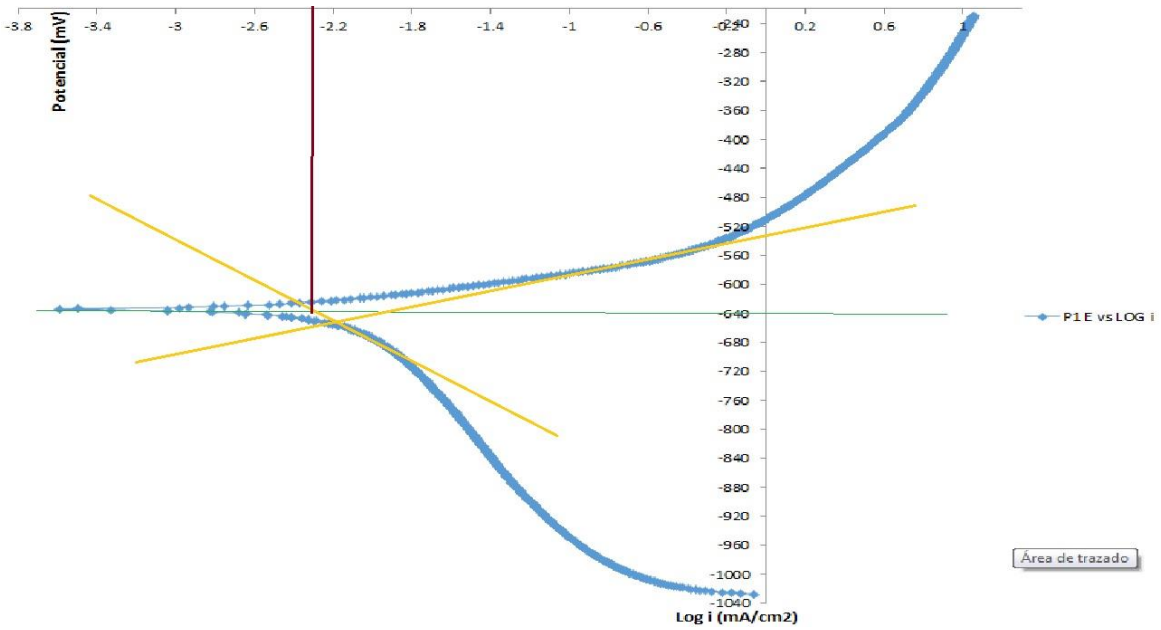


Figura 33.- Gráfica con el trazado de las rectas de Tafel y obtención del valor Log Icorr.

El valor que se obtiene a partir de este método de la densidad de corriente fue de 5.75x10^{-3}, a partir de este valor se obtuvo la velocidad de corrosión y se presenta a continuación:

$$Vcorr = (\frac{5.75*10^{-3}mA}{cm^2})(\frac{A}{10^3})(\frac{1\ C}{1\ A*S})(\frac{1\ Eq}{96500\ C})(\frac{mol}{2\ Eq})(55.84g\frac{metal}{mol})(\frac{cm^3}{7.52\ g})(\frac{10\ mm}{1\ cm})(\frac{3600\ s}{h})(\frac{24h}{dia})(\frac{365dias}{año})$$

V_{corr} =0.06726 mmpy

Posteriormente se realizó el mismo procedimiento con cada una de las gráficas obtenidas, los resultados se muestran en la **Tabla 25**.

Tabla 25.- Resultados obtenidos después de trazar las rectas de Tafel. Los valores de velocidad de corrosión están dados en milímetros por año (mmpy).

Pieza	Condición del tratamiento de austemperizado	Log icorr	icorr (mA/cm2)	Vcorr (mmpy)
Testigo	Sin tratamiento	-1.7	0.0199	0.2307
P1	$T_{Baño\ de\ sales} = 400°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 120\ min$	-2.21	$5.75x10^{-3}$	0.06726
P3	$T_{Baño\ de\ sales} = 400°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 45\ min$	-2.5	$3.16x10^{-3}$	0.0369
P6	$T_{Baño\ de\ sales} = 325°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 120\ min$	-2.3	$5.01x10^{-3}$	0.0586
P7	$T_{Baño\ de\ sales} = 325°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 45\ min$	-2.7	$1.99x10^{-3}$	0.0232

Analizando los valores obtenidos, las velocidades de corrosión menores se encuentran en las dos piezas con menor cantidad de ausferrita presente en la matriz, las cuales fueron la P7 y P3 cuyos tratamientos fueron para P7 ($T_{Baño\ de\ sales}$= 325°C y $t_{baño}$ de sales = 45min) y para P3($T_{Baño\ de\ sales}$= 400°C y $t_{baño}$ de sales = 45min) respectivamente, sin embargo, todas las condiciones de los tratamientos térmicos muestran una mejora comparando con la pieza testigo. La velocidad de corrosión presente en la pieza sin tratamientos es más del doble que las que tienen el tratamiento de austemperizado.

En lo que respecta a las pruebas de Resistencia a la Polarización (Rp) en la **Tabla 26** se muestran los resultados obtenidos, se recurrió a la misma fórmula que se utilizó en la parte de curvas de Tafel para obtener las velocidades de corrosión, los cálculos nuevos necesarios para los valores de Rp e i_{corr} fueron a partir de las fórmulas ya mencionadas en la parte de antecedentes.

Tabla 26.- Resultados de Resistencia a la Polarización y velocidades de corrosión.

Pieza	Condición del tratamiento de austemperizado	B	Rp	Icorr (ma/cm^2)	Vcorr (mmpy)
Testigo	Sin tratamiento	26	159.4337	0.1631	1.8909
P1	$T_{Baño\ de\ sales} = 400°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 120\ min$	26	1224.4398	0.0212	0.2458
P3	$T_{Baño\ de\ sales} = 400°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 45\ min$	26	2256.6996	0.0115	0.1333
P6	$T_{Baño\ de\ sales} = 325°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 120\ min$	26	1986.4088	0.0131	0.1519
P7	$T_{Baño\ de\ sales} = 325°C\ y\ t_{Baño\ de\ sales} = 45\ min$	26	2600.5201	0.01	0.1159

Al hacer una comparación entre las piezas con tratamiento, aquellas cuya microestructura tiene en su interior una mayor cantidad de ausferrita, nuevamente son las que presentan menor resistencia a la corrosión. Comparando los resultados entre Rp y curvas de Tafel se nota una clara diferencia en la velocidad de corrosión presente entre los CDI y los CADI, donde antes del tratamiento muestran resistencia menor a la que se tiene después del tratamiento [19].

Los resultados obtenidos mediante éstas dos técnicas son totalmente congruentes y complementarios entre sí, ya que muestran que en ambos casos las velocidades de corrosión mayores son aquellas cuyas microestructuras son en su mayoría ausferrita con carburos, mientras que aquellas que llegan a tener poca cantidad de ausferrita o presencia de martensita, aunque muestran una mejoría respecto a la pieza sin tratamiento, sus velocidades de corrosión son mayores.

Se comparan los datos obtenidos con la velocidad de corrosión que presentan dos aceros inoxidables (AISI 304 y 316L) cuya composición química tiene un alto contenido de cromo y níquel principalmente [19], ambos aceros estuvieron sumergidos en una disolución con una concentración de 3.5% NaCl y tienen una velocidad de corrosión que se muestra a continuación:

AISI 304 Vcorr (mmpy) = 0.00596 y AISI 316L Vcorr (mmpy) = 0.002549

Ambas velocidades de corrosión son menores a las obtenidas para un hierro nodular con carburos austemperizado (CADI), sin embargo, no están tan lejanas unas de las otras presentando un valor de 0.020651 entre sí.

4.8) Análisis de variables establecidas de acuerdo al diseño de experimentos (Tabla Anova y diagrama de Pareto)

Como se muestra en la **Tabla 27** están listados los factores (tiempo y temperatura del baño de sales) y el valor P. El valor P es muy importante ya que es el que da el valor de significancia (confiabilidad), es decir, dirá si una de estas variables afecta de manera directa a la variable de respuesta (dureza).

Tabla 27.- Tabla Anova.

Fuente (factor)	DF (Grados de Libertad)	JS (suma de cuadrados)	MS (cuadrados medios)	Valor F	Valor P
Tiempo	1	45903	45903	39.17	0.003
Temperatura	1	277362	277362	236.69	0
Tiempo*temperatura	1	11773	11773	10.05	0.034
Error	4	4687	1172		
Total	7	339725			

Una vez obtenido estos resultados se conoce que el valor P entre más cercano sea a cero mayor significancia va a tener en las propiedades y en la experimentación, el valor P no debe exceder de 0.05 ya que si llega a pasar significa que la variable no impacta directamente en la variable de respuesta. Con estos valores se obtiene lo visto en la **Figura 34** que es el diagrama de Paretto, el cual hace referencia a las variables que afectan a la dureza.

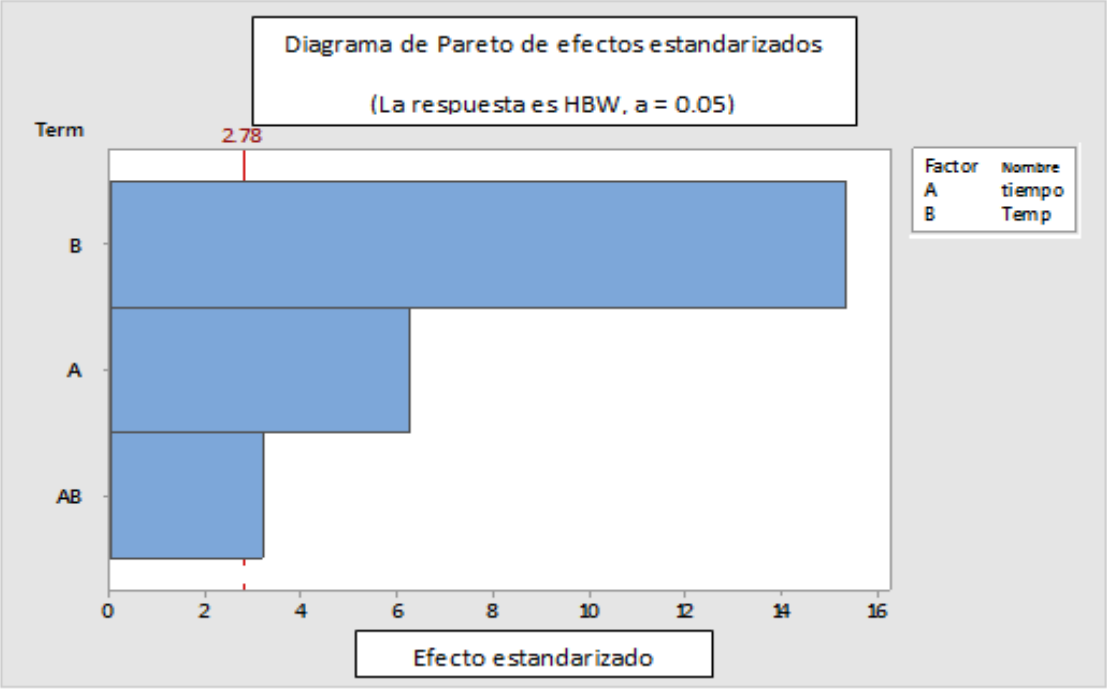


Figura 34.- Diagrama de Pareto.

En la **Figura 34** se observa que la variable que tiene mayor significancia o que afecta en mayor medida a la dureza es la temperatura del baño de sales, el tiempo también llega a afectar, pero en menor manera y la interacción entre el tiempo y la temperatura es lo que menos significancia tiene, pero sigue afectando. Por último, se muestra la ecuación lineal para la determinación de la dureza con la que se le puede predecir variando el tiempo y la temperatura, dicha ecuación sirve como una simulación de los posibles valores de dureza que se pueden llegar a obtener respetando el intervalo existente entre los niveles de tiempo y temperatura manejados.

```
HBW = -1723 + 7.87 tiempo + 7.216 Temp - 0.02728 tiempo*Temp
```

Capítulo 5. Conclusiones

Las conclusiones del presente trabajo se mencionan a continuación:

- A una temperatura de 160°C en el baño de sales, se presenta una matriz 100% martensítica.
- A una temperatura de 210°C en el baño de sales, se presentó una matriz ausferrítica con presencia de martensita.
- Las condiciones ideales del tratamiento de austemperizado empleadas en el presente trabajo para obtener la ausferrita se encuentran en un tiempo de 120 minutos y una temperatura de 325°C.
- A la temperatura de austemperizado de 325°C y un bajo tiempo de permanencia en el baño de sales (45 minutos) se nota parcialmente la aparición de martensita.
- El carbono en forma de esferoides se ve afectado de manera mínima durante el tratamiento térmico obteniendo carbono de Tipo I y Tipo II según la norma ASTM A 247-67.
- La mayoría de los carburos presentes en la microestructura después del austemperizado pueden ser carburos aleados (de cromo o molibdeno).
- La mejor resistencia al desgaste se presenta en la pieza con el tratamiento de austemperizado a una temperatura de 400°C y un tiempo de 45 minutos.
- De acuerdo a las curvas de Tafel, la menor velocidad de corrosión se presentó en la pieza con presencia de martencita para P7 ($T_{Baño\ de\ sales}$= 325°C y $t_{baño}$ de sales = 45min).
- De acuerdo a los resultados obtenidos por la Tabla Anova y el diagrama de Pareto, la variable que más afecta a la dureza es la temperatura del baño de sales.

Capítulo 6. Bibliografía:

[1] P. Dhanapal, A. Sayith Ibrahim (2016), "Production of Carbidic Austempered Ductile Iron", *International Conference on Systems, Science, Control, Commication, Engineering and Technology (ICSSCCET 2016)*, 527-535.

[2] Sebastián Laino, Ricardo C. Dommarco, Jorge A. Sikora. (2004). *Desarrollo de fundiciones nodulares austemperadas con carburos (CADI): trabajo preliminar*. Trabajo presentado en el Congreso CONAMET/SAM. Rio de Janeiro, Brazil.

[3] Donald R. Askeland (2004), *La ciencia e ingeniería de los materiales*, cuarta edición, Missouri, Editorial Thomson, pp. 108, 115-116.

[4] American Society of Metals (2001), *Metals handbooks Vol. 1 – "Properties and Selection Irons Steels and High Perfomance Alloys",* Desk Edition, Editorial ASM International, pp 23-30, 226-231, 267-270,

[5] M. Caldera, G.L. Rivera, R.E. Boeri, J.A. Sikora (2004), Características y disolución de carburos en F.E. aleadas de espesores variables, CONAMET/SAM.

[6] R. Keough John, L. Hayrynen Kathy (2000), "Carbidic Austempered Ductil Iron (CADI)", *Applied Process Inc. Technologies Div.- Livonia*, Michigan, USA.

[7] S.A Patil, S.U. Pathak, Ajay Likhite (2014), Development and wear análisis of carbidic Austempered Ductil Iron (CADI), *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, Vol. 3, Isuue 3.

[8] Swapnil Gawhare, Prof. Madhavi Harne, Dr, Sunil Patil (2015), Effect of Chemical Composition and Austempering Temperatura on Properties of CADI, *International Journal of Advanced Technology in Engineering and Science*, Vol. 3, special issue 1.

[9] Flores, C. S. (2016), *Determinación de la temperatura Ms para un hierro dúctil con carburos a través del análisis térmico* (Tesis de licenciatura), de la base de datos de Tesis UNAM.

[10] Acosta E. M., Martínez M., López J. (2000), El Tratamiento de los Hierros Nodulares en el Mejoramiento de los Materiales en la Industria Automotriz, *Instituto Mexicano del Transporte*, Publicación Técnica No 158. Pág. 18-20.

[11] Mayorga, A. J. (2015), Análisis térmico de hierros nodulares aleados con cromo y relación con carburos precipitados (Tesis Licenciatura), de la base de datos Tesis UNAM.

[12] ASTM A536-84 (2014), Standard Specification for Ductile Iron Castings, ASTM International, West Conshohocken, PA.

[13] Sinha A.K. (2002), Physical Metallurgy Handbook, McGraw Hill Handbooks, 2da edición, USA, 13.86-13.94.

[14] Gopal. S. Tiwari, Dr. Sunil A. Patil (2018), Effect of Austempering Temperature on Properties, Microestructure and Formation of Ausferrite in CADI (Carbidic Austempered Ductil Iron), *International Journal of Advanced Technology in Engineering and Science*, Vol. 7, Issue 5.

[15] Yescas M.A., Bhadeshia H.K. (2001), Estimation of the amount of retained austenite in austempered ductile Irons using neural networks, *Materials Science and Engineering*, 162-173

[16] Arzate, L. (2016), *Estudio de la austemperabilidad de hierro nodular 100-70-03* (Tesis Licenciatura), de la base de datos Tesis UNAM.

[17] K.L. Hayrynen, K.R. Brandenberg (2003), Carbidic Austempered Ductile Iron (CADI) – The New Wear Material, *Applied Process Technologies Division, Livonia, MI, American Foundry Society*, Paper No 03-088 P 845-850.

[18] ASM Handbook Comitee. (1991). Volume 4 Heat Treating. Detroit, U.S.A.: ASM International.

[19] Chavéz, L. E. (2007). Medición de la velocidad de corrosión mediante la técnica de ruido electroquímico en aceros inoxidables (Tesis Licenciatura). De la base de datos IPN.

[20] U. R. Evans. (1981). An introduction to Metal Corrosion. Londres: Ed. Arnold & Co.

[21] E.O. Huerta. (2001). Corrosión y degradación de materiales. Ed. Síntesis, S.A. Madrid.

[22] YMeas, J. Uruchurtu, A. Martínez, (2012), Técnicas electroquímicas para el control y estudio de la corrosión, Universidad Nacional Autónoma de México, Editor J. Genescá.

[23] J. A. González (1989), "Control de la corrosión estudio y medida por técnicas electroquímicas", CSIC, Madrid.

[24] M. G. Fontana. (1986). Corrosion Engineering. New York: Mc Graw Hill.

[25] C. Wagner, W. Traud, Z. Elektrochem. (1938), Corrosion rates from polarization curves: A new method, Great Britain, pp. 39-44.

[26] Rodríguez Gómez Francisco J. (2015), "Técnicas electroquímicas de corriente directa para la medición de la velocidad de corrosión", Dpto Ingeniería Metalúrgica, Facultad de Química, UNAM.

[27] Juan Genescá. (2001). Técnicas electroquímicas para el control y estudio de la corrosión. Querétaro: Facultad de Química, UNAM.

[28] ASTM G 59-91 (2003), Standard Test Method for Conducting Potentiodynamic Polarization Resistance Measurements, West Conshohocken, PA.

[29] Gómez F.C., Alcaraz D. J. (2004), Manual Básico de Corrosión para Ingenieros, Universidad de Murcia, España, pp 13.

[30] ASTM G 99-95 (1995), Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus, ASTM International, West Conshohocken, PA, USA.

[31] American Foundrymen´s Society (1984), Foundrymen´s guide to ductile iron microestructures, USA, 3-39.

[32] Putatunda, Susil K., Gowtham A. Bingi (2012), Influence of step-down austempering process on the fracture toughness of austempered ductil iron, Wayne State University, Detroit USA, 39-70

[33] Yu M. Lajtin. (1973). Metalografía y tratamientos de los metales. Moscú: Mir.

[34] ASM Handbook Comitee, Volume 15 Casting, Detroit, U.S.A., ASM International, Pags 647-666

[35] Marc King. (2009). Carbidic Ductile Iron. Ductile Iron News, Issue 1, 92-102.

[36] C. Montgomery Douglas (2004), Diseño y análisis de experimentos, *Editorial Limusa segunda edición*, México, pags: 218-230

Anexo

Valores obtenidos en el ensayo de degaste.

Tabla 28.- Resultados del ensayo de desgaste de todas las piezas bajo tratamiento térmico y la pieza testigo.

p8			
tiempo (min): 45		Temperatura: 325°C	
tiempo (min)	Peso (g)	ΔP cada 15 min (g)	ΔP acumulado (g)
0	5.85866	0	0
15	5.85448	0.00418	0.00418
30	5.85428	0.0002	0.00438
45	5.85422	$6x10^{-05}$	0.00444
60	5.85408	0.00014	0.00458
75	5.85406	$2x10^{-05}$	0.0046
90	5.85398	$8x10^{-05}$	0.00468
105	5.85384	0.00014	0.00482
120	5.85372	0.00012	0.00494
p4			
tiempo (min): 45		Temperatura: 400°C	
tiempo (min)	Peso (g)	ΔP cada 15 min (g)	ΔP acumulado (g)
0	5.61602	0	0
15	5.61598	$4x10^{-05}$	4E-05
30	5.61598	0	4E-05
45	5.61598	0	4E-05
60	5.61596	$2x10^{-05}$	6E-05
75	5.61594	$2x10^{-05}$	8E-05
90	5.61592	$2x10^{-05}$	1E-04
105	5.61586	$6x10^{-05}$	0.00016
120	5.61572	0.00014	0.0003
p5			
tiempo (min): 120		Temperatura: 325°C	
tiempo (min)	Peso (g)	ΔP cada 15 min (g)	ΔP acumulado (g)
0	6.09804	0	0
15	6.0978	0.00024	0.00024
30	6.09758	0.00022	0.00046
45	6.0974	0.00018	0.00064
60	6.09732	$8x10^{-05}$	0.00072
75	6.09708	0.00024	0.00096
90	6.09698	$1x10^{-04}$	0.00106
105	6.09682	0.00016	0.00122

120	6.09668	0.00014	0.00136
p2			
tiempo (min): 120		Temperatura: 400°C	
tiempo (min)	Peso (g)	ΔP cada 15 min (g)	ΔP acumulado (g)
0	6.78246	0	0
15	6.78204	0.00042	0.00042
30	6.78172	0.00032	0.00074
45	6.78108	0.00064	0.00138
60	6.7809	0.00018	0.00156
75	6.78076	0.00014	0.0017
90	6.78074	$2x10^{-05}$	0.00172
105	6.7804	0.00034	0.00206
120	6.77988	0.00052	0.00258
p11			
Sin tratamiento (blanco)			
tiempo (min)	Peso (g)	ΔP cada 15 min (g)	ΔP acumulado (g)
0	5.8595	0	0
15	5.85892	0.00058	0.00058
30	5.85832	0.0006	0.00118
45	5.85762	0.0007	0.00188
60	5.8571	0.00052	0.0024
75	5.8571	0	0.0024
90	5.8571	0	0.0024
105	5.85706	$4x10^{-05}$	0.00244
120	5.8568	0.00026	0.0027