



24 19  
**Universidad Nacional Autónoma  
de México**

---

---

**FACULTAD DE QUIMICA**

**ESTUDIO COMPARATIVO ENTRE TEMPLE  
SUBCERO Y REVENIDOS MULTIPLES PARA  
LA TRANSFORMACION DE AUSTENITA  
RETENIDA**

**TESIS MANCOMUNADA  
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE  
INGENIERO QUIMICO METALURGICO  
P R E S E N T A N  
ENRIQUE PASTRANA RETANA  
ENRIQUE NAVA VAZQUEZ**

**1981**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**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.

# TESIS CON FALLA DE ORIGEN

# I N D I C E

	Pag.
INTRODUCCION	1
CAPITULO I	
TRANSFORMACION MARTENSITICA	3
I.1. TRANSFORMACION MARTENSITICA	4
I.2. CINETICA	6
I.3. TRANSFORMACION ATERMICA	6
I.3.1. MICROESTRUCTURA Y CRISTALOGRAFIA	7
I.4. TRANSFORMACION ISOTERMICA	8
I.4.1. MICROESTRUCTURA Y CRISTALOGRAFIA	8
I.5. TRANSFORMACION EXPLOSIVA	9
I.5.1. MICROESTRUCTURA Y CRISTALOGRAFIA	9
CAPITULO II	
REVENIDO	
II.1. REVENIDO	13
II.2. PRIMERA ETAPA	14
II.3. SEGUNDA ETAPA	18
II.4. TERCERA ETAPA	19
CAPITULO III	
AUSTENITA RETENIDA	
III.1. AUSTENITA RETENIDA	24
III.2. EFECTO DE LA COMPOSICION QUIMICA	25

III.3.	EFEECTO DE LA TEMPERATURA DE AUSTENIZACION	27
III.4.	EFEECTO DE LA VELOCIDAD DE ENFRIAMIENTO	32
III.5.	EFEECTO DE LA FORMACION DE CARBUROS Y FERRITA	34
III.6.	EFEECTO DE LA FORMACION DE BAINITA	37
III.7.	TRATAMIENTO SUBCERO	41

#### CAPITULO IV

##### ESTABILIZACION DE AUSTENITA

IV.1.	ESTABILIZACION POR ENVEJECIMIENTO ABAJO DE LA TEMPERATURA DE TRANSFORMACION $M_s$ O POR INTERRUPCION DEL TEMPLE	45
IV.2.	ESTABILIZACION DE AUSTENITA	52
IV.3.	RANGO DE TEMPERATURA DE TRANSFORMACION	54
IV.4.	EFFECTOS DE LA TEMPERATURA DE AUSTENIZACION	56
IV.5.	EFFECTOS SOBRE LA CANTIDAD DE AUSTENITA RETENIDA	59
IV.6.	ESTABILIZACION POR MANTENIMIENTO POR ENCIMA DE LA TEMPERATURA $M_s$ .	60
IV.7.	ESTABILIZACION POR TRANSFORMACION REVERSIBLE Y POR REPETICION DE TRANSFORMACION CICLICA	
IV.7.1.	REPETICION DE CICLOS AUSTENITA-MARTENSITA	64
IV.7.2.	REPETICION DE CICLOS DE AUSTENITA-MARTENSITA EPSILON	66

#### CAPITULO V

##### DEGARPOLLO EXPERIMENTAL

V.1.	SELECCION DEL MATERIAL	70
------	------------------------	----

V.2.	ELECCION DE LA TECNICA EXPERIMENTAL	71
V.3.	DESARROLLO DE LA TECNICA EXPERIMENTAL	71
V.3.1.	TRATAMIENTO ISOTERMICO	72
V.4.	TRATAMIENTO CICLICO	73
V.5.	METALOGRAFIA CUANTITATIVA	73
V.6.	DUREZAS	75
V.7.	RESISTENCIA A LA TRACCION	75
	<b>CAPITULO VI</b>	
	<b>RESULTADOS</b>	
VI.1.	TRANSFORMACION ISOTERMICA	79
VI.2.	TRANSFORMACION CICLICA	79
VI.2.1.	METALOGRAFIA CUANTITATIVA	79
VI.2.2.	DUREZA	80
VI.2.2.1.	MICRODUREZA	80
VI.2.2.2.	DUREZA	81
VI.2.3.	RESISTENCIA A LA TRACCION	82
	<b>CAPITULO VII</b>	
	<b>DISCUSION</b>	95
	<b>CONCLUSIONES</b>	100
	<b>REFERENCIAS</b>	101

## I N T R O D U C C I O N

Dentro de los tratamientos térmicos conocidos hasta ahora, existe uno, el cual se puede considerar el más importante, debido a que con él es posible obtener la combinación óptima de propiedades mecánicas; dicho tratamiento es conocido como temple y revenido.

Durante el temple, la fase estable a altas temperaturas conocidas como austenita, se transforma a una fase metaestable, siendo ésta la que nos proporciona la alta dureza encontrada en los aceros y aleaciones, dicha fase ha sido llamada martensita.

Al efectuar el tratamiento térmico de temple, cierta cantidad de la fase estable a altas temperaturas, queda sin transformarse, llamándose a ésta Austenita Retenida, la cual tiene una gran importancia durante el revenido.

La cantidad de austenita retenida durante el temple es función de la composición química de la aleación y de la temperatura del tratamiento.

La cantidad de Austenita retenida, se presenta en mayor proporción en aceros aleados y con alto contenido de carbono, siendo ésta menor en aleaciones de bajo carbono.

La austenita retenida es posible de "acondicionarse", si la temperatura a la cual se transforma, durante el revenido, no es alcanzada pudiendo así mismo transformarla a martensita por medio de un sobreenfriamiento. Cuando la cantidad de aus-

tenita retenida es alta, los cambios de volumen asociados a dichas transformaciones provocan efectos nocivos; la estabilidad dimensional del material será baja y el riesgo de fractura - aumenta.

El trabajo presentado a continuación muestra uno de los métodos existentes para transformar la austenita retenida, - comparándolo con los resultados de un posible método alternativo.



C A P I T U L O I

TRANSFORMACION MARTENSITICA.

## I.1. TRANSFORMACION MARTENSITICA.

Hasta hace algunos años, las transformaciones en estado sólido fueron clasificadas en:

- a) Nucleación y Crecimiento.
- b) Reacciones Martensíticas.

Sin embargo existen otras reacciones que presentan características de transformación martensítica, las cuales no dan martensita como producto de transformación, tales como la transformación a bainita y transformaciones masivas.

En 1963, Frank fué el primero en proponer una terminología más descriptiva, dividiendo la transformación de una manera amplia en

- a) Transformaciones Civiles.
- b) Transformaciones Militares.

Las transformaciones civiles son aquellas en las cuales los átomos se mueven libre e independientemente de los otros átomos de una manera al azar, sin embargo en las transformaciones militares se observa un movimiento atómico altamente ordenado. Esta transformación presenta diferentes grados de orden, siendo la transformación martensítica la que presenta el rearrreglo atómico más ordenado, donde ninguno de los átomos cambia su lugar durante el crecimiento de la nueva fase.

La reacción martensítica ha sido estudiada en aleaciones ferrosas y no ferrosas, poniendo más atención en aleaciones ferrosas, debido a la excelente combinación de propiedades -

mecánicas obtenidas por temple combinado con otros tratamientos mecánicos o térmicos.

Existen algunas características generales que varían de sistemas ferrosos a no ferrosos y de aleación a aleación en las cuales se pueden involucrar cambios en cinéticas, cristalografía, morfología, estructura interna, etc.

A pesar de que el presente estudio fue hecho en una aleación Fe-Ni-Cr, algunas características generales de la transformación martensítica en aleaciones ferrosas, las cuales son de particular importancia para un mejor entendimiento, son descritas brevemente a continuación:

Características de la Transformación Martensítica en Aceros.

1. La reacción martensítica ocurre solamente en estado sólido, no involucra difusión y la composición del producto es necesariamente la misma que la fase matriz.
2. La martensita empieza a formarse espontáneamente en el enfriamiento a una temperatura particular llamada  $M_s$ , y la cantidad de martensita se incrementa siguiendo una cinética particular hasta que la temperatura de fin de transformación  $M_f$  es alcanzada.
3. La transformación a martensita puede ser inducida arriba de  $M_s$  por deformación plástica. La temperatura más alta a la cual la martensita puede ser formada bajo esfuerzos es llamada  $M_d$ .
4. La transformación involucra corte de pequeños volúmenes

nes de material, por lo que se obtiene relieve superficial.

5. Existe una relación cristalográfica definida entre la fase matriz y la fase producto.

6. La principal interfase se separa de la fase matriz y la fase producto es coherente como plano de hábito.

7. Se puede observar estabilización térmica cuando el enfriamiento es suspendido por un cierto tiempo en el rango de transformación y mantenido a la misma o una alta temperatura, posteriores transformaciones sólo podrán ocurrir cuando es aplicado un sobreenfriamiento.

8. La morfología, cristalografía y cinética es función de la composición química.

## I.2. CINÉTICA.

Existen tres tipos diferentes de cinética de transformación martensítica, éstas dependen de la composición química, afectando consecuentemente la temperatura de transformación  $M_f$ . Esto da como resultado, diferencias en la cristalografía, morfología y estructura interna.

## I.3. TRANSFORMACION ATERMICA.

Esta transformación comienza a una temperatura llamada  $M_s$ , la cantidad de transformación es dependiente del sobreenfriamiento alajo de  $M_s$ , siendo dicha reacción aparentemente independiente del tiempo e insensitiva a velocidades de enfriamiento hasta  $5000^\circ\text{C}/\text{seg}$ .

La figura 1.1 muestra que la transformación es lineal - hasta alrededor de 50% de transformación, para desvanecerse después. La adición de elementos de aleación no cambia la - forma de la curva, pero tiende a desplazarla a valores más - bajos, teniendo los elementos intersticiales una mayor influencia que los elementos sustitucionales.

Durante el enfriamiento, la cantidad de martensita se - incrementa conforme la temperatura decrece, debido ésto básicamente a la formación de nuevas placas, hasta que la temperatura  $M_f$  es alcanzada.

Este tipo de cinética es encontrada básicamente en aceros de bajo carbón y de baja aleación con una temperatura de transformación  $M_s$  por arriba de  $100^\circ\text{C}$ .

#### I.3.1. MICROESTRUCTURA Y CRISTALOGRAFIA.

La estructura observada en relación a la transformación a térmica es martensita en forma de listón. Marder y Krauss - (1967) y Marder (1969) mostraron que la martensita listón - transforma en monocristales dentro de paquetes de diferente orientación. <sup>(1)</sup>

Usando mediciones de resistividad eléctrica, Speich encontró que las dislocaciones presentes en la estructura interna tienen una densidad de alrededor de  $0.3 - 0.9 \times 10^{12} \text{cm}^{-2}$ . En 1970 Kehoe y Kelly usando microscopio electrónico mostraron que dicha densidad de dislocaciones es de alrededor de  $10^{12} - 10^{13} \text{cm}^{-2}$ . <sup>(2)</sup>

El plano de hábito ha sido estudiado en diferentes alea

ciones (Entwisle 1956, Wayman y Alltstetter 1962 y Chou 1970) siendo reportado en todos los casos como  $(111)_\gamma$ .

#### I.4. TRANSFORMACION ISOTERMICA.

Esta transformación es frecuentemente asociada con la transformación explosiva en aleaciones con una temperatura de transformación  $M_s$  por debajo de temperatura ambiente, sin embargo aleaciones Fe - Ni - C con contenidos de cromo y manganeso muestran un comportamiento completamente isotérmico.

Este tipo de martensita se encuentra generalmente en aceros con un contenido mayor de 0.6% de Carbono. La formación de placas de martensita se lleva a cabo de la siguiente forma: la primera placa formada crece a través del grano entero de austenita, formándose después placas adicionales en la austenita remanente en lugar de que las placas ya existentes crezcan, obteniéndose en este tipo de transformación placas no paralelas con relativamente grandes variaciones de tamaño.

##### I.4.1. MICROESTRUCTURA Y CRISTALOGRAFIA.

La morfología de la martensita formada isotérmicamente consiste de placas lenticulares.

La estructura interna consiste parcialmente de maclas, siendo frecuentemente complicada, el plano de hábito ha sido reportado como  $(225)_\gamma$  (Bowles y Morton 1964, Isotov y Utevskii 1968 y Jana y Wayman 1970).

## I.5. TRANSFORMACION EXPLOSIVA.

Este tipo de cinética ocurre en aleaciones con temperatura de transformación Ms abajo de la temperatura ambiente, ocurriendo la mayor parte de la transformación en un solo evento, dando en algunos casos hasta el 70% del total (fig. 1.2).

Este fenómeno es conocido como "burst" y es tan fuerte que presenta sonidos (clicks) audibles.

Este tipo de transformación se encuentra generalmente en aleaciones Fe-Ni, Fe-Ni-C, Fe-C (con alto contenido de carbono) sin embargo las aleaciones que no presentan este tipo de cinética, muestran algunos "burst" en la transformación después de la estabilización. Por otro lado, después de la transformación isotérmica puede estar presente con más posibilidades conforme la temperatura decrece.

### I.5.1. MICROESTRUCTURA Y CRISTALOGRAFIA.

La transformación explosiva al igual que la transformación isotérmica, presenta una morfología consistente de placas. Sin embargo la estructura interna y plano de hábito diferente, dicho plano de hábito ha sido reportado como (259)<sub>y</sub>.

La mayoría de las placas presentan una "costilla" característica (mid - rib), siendo ésta muy recta y localizándose en la región central y a todo lo largo de la placa de Martensita.

Las placas de martensita están completa ó parcialmente macladas. cuando están parcialmente macladas, las maclas es-

tán concentradas cerca del mid-rib y las partes no macladas presentan redes con dislocaciones.

En este tipo de transformación, las placas generalmente se presentan formando arreglos en zig-zag, conservando cada placa una relación de ángulo agudo con las placas con las que se encuentra en contacto, estando dichos puntos de contacto bien definidos.

Cóncome la transformación prosigue, se forman placas menores en torno al extremo de las placas más largas a menudo en forma de pares obtusos, desarrollándose éstas también en la austenita remanente en forma de zig-zag.

Cuando la temperatura Ms se encuentra más abajo de 130°C las placas aparecen completamente macladas, sin mid-rib, y el plano de hábito cambia ligeramente a  $(3, 10, 15)_\gamma$ , presentando las placas una interfase planar. Esto es encontrado principalmente en aleaciones fierro-níquel y fierro-níquel-carbono.



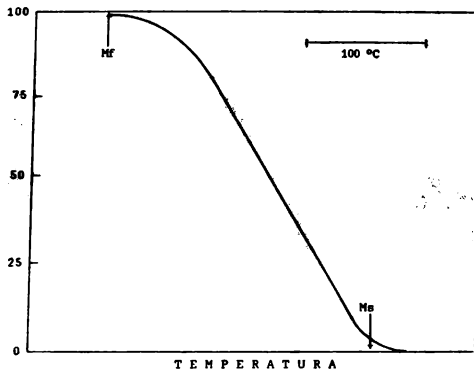


Fig. 1.1. - Curva de una típica transformación atómica para aleaciones ferrosas.

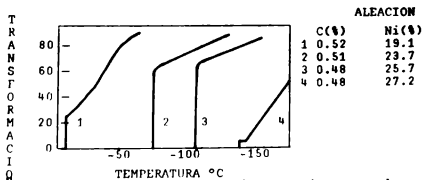


Fig. 1.2. - Curvas de transformación explosiva para aleaciones Fe-Ni austenizadas a 1000°C.

**C A P I T U L O    I I**

**REVENIDO**

## II.1. REVENIDO.

Generalmente, los aceros después del temple, suelen que dar duros y frágiles para los usos á que van a ser destinados. Estas propiedades se modifican por medio del revenido, el que generalmente consiste en calentar el acero a una temperatura más baja que su temperatura crítica inferior  $A_{c1}$ , enfrián do lo después, generalmente al aire y otras veces, en aceite o agua.

El objeto del revenido, no es eliminar los efectos del temple, sino modificarlos, aumentando la tenacidad y eliminando también las tensiones internas que presentan los ace-ros templados.

Las variaciones de características que presentan los ace-ros por efecto del revenido, involucran la segregación de - carbono a defectos de red y la precipitación decarburos, la descomposición de la austenita retenida y la recuperación y recristalización de la estructura martensítica .

Cada uno de estos procesos puede ser afectado por la - adición de elementos aleantes, de tal manera que la interacción de trazas de elementos con los límites de grano de auste-nita durante el revenido pueden promover fragilización.

Con ayuda de estudios dilatométricos, dureza, magnéticos, difracción de rayos X, resistividad eléctrica, microscopía y difracción electrónica se ha llegado a la conclusión de que el revenido se produce en tres etapas principales:

**PRIMERA ETAPA. (50° - 200 °C)**

En esta etapa ocurre la precipitación del carburo epsilón, y la descomposición de la martensita en martensita de bajo carbono.

**SEGUNDA ETAPA. (200° - 300°C)**

Descomposición de la austenita retenida, básicamente a martensita.

**TERCERA ETAPA. (arriba de 300 °C)**

El carburo de transición epsilón transforma a cementita.

**II.2. PRIMERA ETAPA.**

Durante esta primera etapa se obtiene como resultado una estructura llamada "martensita revenida", conservando el acero la misma dureza del estado de temple, teniendo a la vez - alta ductilidad, al mismo tiempo, se nota en la muestra una marcada disminución en volumen, acompañada por una leve disminución en la magnetización.

Un carburo que no es cementita, precipita en la martensita y como consecuencia el contenido de carbono de la martensita original disminuye, formándose una estructura bifásica de carburo y martensita de bajo carbono.

El carburo formado durante esta etapa es llamado carburo epsilón ( $\epsilon$ ), siendo ésta una fase que se nuclea y desarrolla más rápidamente que la cementita.

Esta fase se llamó carburo epsilón, debido a que es iso

morfo con el nitruro de hierro ( $\epsilon$ ), encontrándose que la com  
posición se encuentra entre  $Fe_2C$  y  $Fe_3C$ , encontrándose también  
la evidencia de una precipitación coherente con la matriz<sup>(\*)</sup>.

Se ha demostrado que el plano de hábito del carburo ep-  
silón es el  $(100)_c$ , aunque dichos carburos pueden aparecer -  
preferentemente en una serie posible de planos  $(100)_c$ <sup>(\*)</sup>.

La relación de orientación fué reportada como:

$(101)_c // (0001)_c$  y  $(101)_c // (101)_c$

En aceros de baja aleación con contenidos menores de -  
0.2% de carbono, la precipitación del carburo epsilón es in-  
híbida durante el revenido, debido a que la mayoría del car-  
bono en estos aceros se encuentra en sitios con dislocacio-  
nes, presentando la mayor parte de estos sitios una energía  
más baja que la disponible en el carburo epsilón, existien-  
do por lo tanto una pequeña fuerza impulsora para la precipi-  
tación.

Antes de la precipitación puede ocurrir que algunas dis-  
locaciones sean removidas por recuperación, pero la presencia  
de carbono inhibe fuertemente la recuperación, teniendo una  
situación delicadamente balanceada.

La figura 2.1 muestra el progreso del revenido en alea-  
ciones Fe-C con contenidos bajos de carbono, dicha gráfica -  
fué hecha utilizando mediciones de resistividad eléctrica. La  
región marcada con la letra A está asociada con la continua  
segregación de carbón a defectos en la martensita, la región  
C es asociada con la precipitación del carburo epsilón y B es  
una región de transición.

Con contenidos de carbono menores a 0.18%, la precipita-

ción del carburo epsilon a 150°C es muy lenta, contrastando con el revenido de hierro alfa, en el cual la precipitación de carburo es detectada a 60°C después de una hora de tratamiento.

Cuando el contenido de carbono en la martensita es incrementada a 0.4%, la resistividad eléctrica decrece continuamente con el tiempo a todas las temperaturas, no habiendo separación entre las tres diferentes regiones. A esos altos contenidos de carbono no todo el carbono puede ser asociado con dislocaciones, ocurriendo la precipitación del carburo epsilon aún a 150°C.

Estudios de difracción de rayos X, han mostrado que durante la primera etapa del revenido, la martensita formada en el temple, se descompone por un proceso heterogéneo. La martensita no pierde su tetragonalidad gradualmente, sino -- que se forma una nueva martensita con una tetragonalidad correspondiente a un 25% de carbono, ambas martensitas coexisten, con más de la martensita formada a expensas de la martensita primaria en el proceso de revenido. Al final de la primera etapa, las fases remanentes son: la martensita de baja tetragonalidad y el carburo epsilon<sup>(3,4)</sup>.

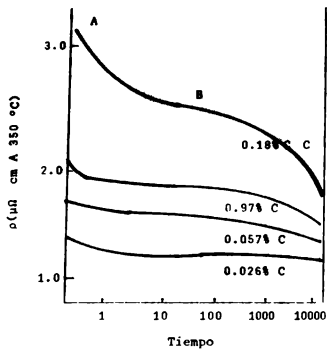


Fig. 2.1 Progreso del revenido en aleaciones Fe - C con contenidos bajos en carbono.

## II.3 SEGUNDA ETAPA.

La segunda etapa se lleva a cabo en el rango de 200° - 300°C transformándose básicamente la austenita retenida a bainita, la zona de temperaturas en que se produce esta segunda etapa, enmascara a las temperaturas en que se producen la primera y tercera etapa.

El cambio de austenita retenida a bainita da como resultado un incremento en volumen, un gran incremento en las propiedades magnéticas y un incremento en la dureza.

La transformación a bainita durante esta etapa constituye un problema complejo, puesto que involucra la partición de carbono entre austenita y ferrita, precipitación de carburos estables y metaestables y una variación de procesos de relajación.

Estudios realizados con microscopio electrónico han mostrado que durante esta transformación son detectados básicamente dos tipos de bainita, superior e inferior, estas estructuras presentan estructuras en relieve, diferenciándose en la manera de formación, debido a que la bainita superior crece por nucleación, formando un agregado de listones de ferrita con carburos precipitados paralelamente a los ejes principales, mientras que la bainita inferior tiene un crecimiento de listones paralelos con carburos precipitados internamente.

Existen dos características importantes en la reacción de la bainita superior:

- a).- La existencia de un límite de temperatura arriba de la cual la austenita no transforma a bainita.



b).- Una dependencia incompleta de la temperatura de transformación a temperatura abajo de este límite.

Las energías de activación calculadas para la bainita superior e inferior son de alrededor de 15 000 a 19 000 cal/mol y de 30 000 cal/mol respectivamente.

Se ha demostrado que el componente ferrítico de la bainita presenta una aproximación a las relaciones de red de Kurdjumov y Sachs, encontrándose un plano de hábito para la bainita superior cercano al (111), siendo éste más irracional cuando la temperatura es abatida.

#### II.4. TERCERA ETAPA.

La tercera etapa del revenido se lleva a cabo arriba de los 300°C, en esta etapa básicamente, el carburo de transición (epsilon) formado en la primera etapa, transforma en cementita al aumentar la temperatura.

Al principio de esta etapa del revenido aparece un nuevo carburo que ha sido materia de controversia, puesto que de acuerdo con análisis efectuados con difracción electrónica y de rayos X<sup>(6,7,8,9)</sup> este carburo es una forma de cementita, mientras que de acuerdo con análisis magnéticos<sup>(10,11)</sup> el carburo precipitado pudiera ser el carburo Hägg<sup>(6)</sup>.

Los patrones de rayos X han demostrado que estos carburos precipitados en los límites de las agujas de martensita, aparecen como cementita bidimensional o de placa delgada<sup>(6,7)</sup>.

en cambio los patrones de difracción electrónica la han descrito como cementita tridimensional<sup>(\*)</sup>.

La formación del carburo Hägg en aceros templados no ha podido ser confirmado por experimentos de difracción, la existencia de este carburo se ha postulado para poder explicar las características magnéticas, sin embargo, es posible explicar estas características sobre la base de que la primera forma de la cementita posee diferentes propiedades magnéticas como las que se le atribuyen a la cementita regular a causa de las diferencias en tamaño, estado de esfuerzos y composición química.

La aparente contradicción de la llamada cementita bidimensional ha sido explicada por el efecto de "líneas de ensanchamiento", causado por las pequeñas dimensiones de las partículas de cementita, tales líneas pueden conducir a la disminución suficiente de la intensidad de ciertas líneas de difracción de rayos X hasta hacer difícil detectarlos. Por lo tanto se puede adoptar el término "placa delgada" en lugar de cementita bidimensional.

Sin embargo el término "placa delgada" puede ser inadecuado ya que la cementita aparentemente precipita como partículas globulares y no como laminillas.

Existen algunas posibilidades para explicar la naturaleza de la tercera etapa. Es bien conocido que durante esta etapa un agregado de carburo epsilon y martensita de bajo carbono es eventualmente convertida a un agregado de cementita y

ferrita, sin embargo esto puede ocurrir por una variedad de reacciones.

Con respecto a la transformación del carburo epsilon - existen dos posibilidades importantes:

a).- La transformación del carburo epsilon a cementita "in situ".

b).- La solución del carburo epsilon concurrentemente con la formación de cementita.

Observaciones basadas en experimentos hechos con microscopio electrónico han mostrado que es dudoso que cualquier cantidad apreciable del carburo epsilon se transforme al nuevo carburo "in situ", además parece que el nuevo carburo nuclea en las interfases entre el carburo epsilon y la matriz martensítica. Cuando ha ocurrido solución parcial, existe alguna evidencia de que la matriz martensítica inmediatamente rodeada de el carburo epsilon permanece más alta en el contenido de carbono que donde la solución de este carburo es completa, esto está de acuerdo con el concepto de que la matriz martensítica debería tender a permanecer en equilibrio metaestable con el carburo epsilon mientras se disuelve.

Basados en el punto de vista de la barrera de dislocaciones la solución del carburo epsilon se esperaría que introdujera un factor de ablandamiento debido a la remoción de este carburo desde los sublímites de la martensita de bajo carbono, existe la posibilidad de que alguna coalescencia del carburo epsilon ocurra durante el proceso de su solución,

dicha coalescencia pudiera contribuir al ablandamiento, por que la disminuci3n en uniformidad en la distribuci3n de carburo en los sublmites proveerfa de una barrera menos efectiva para el movimiento de dislocaciones. Con respecto a la descomposici3n de la martensita de bajo carbono, existen tres posibilidades importantes:

1).- La transformaci3n continua involucrando la precipitaci3n de cementita acompaafada por un decremento uniforme en el contenido de carb3n de la martensita remanente hasta que eventualmente se transforme a ferrita.

2).- Transformaci3n discontinua a un agregado de cementita y martensita de un contenido menor de 0.25% de carbono.

3).- Transformaci3n discontinua a un agregado de cementita y ferrita.

Evidencias obtenidas con microscopio electr3nico indican que la matriz no tiene un contenido uniforme durante la primera parte de la tercera etapa, dando la apariencia de que ocurre un proceso discontinuo en lugar de uno continuo, sin embargo no pudo establecerse si las regiones de la matriz que se forman adyacentes a la cementita durante el perfdo inicial de la transformaci3n son martensita o ferrita.

Es probable que si la ferrita se produce durante la primera parte de la tercera etapa, contendrfa una cantidad apreciable de carbono en soluci3n s3lida, la evaluaci3n eventual de carbono en esta matriz explica el aumento en cantidad de cementita que continua precipitfndose despu3s de que ha desaparecido el carbono en el rango de 190° a 315°C.

C A P I T U L O   I I I

AUSTENITA RETENIDA.

### III.1. AUSTENITA RETENIDA.

En el endurecimiento por temple del acero, el producto de transformación deseado es la martensita, el cual se obtiene haciendo la velocidad de enfriamiento lo suficientemente rápida para prevenir que la austenita se descomponga en otros posibles productos. El tiempo es el factor importante en la formación de esos otros productos, pudiendo ser éstos suprimidos por enfriamiento rápido a través de los rangos de temperatura donde ellos se forman, por lo tanto, es posible superenfriar la austenita al rango de temperatura particular donde la martensita es producida.

Las placas individuales de martensita se forman a alta velocidad (aproximadamente  $10^{-7}$  seg) durante el enfriamiento, procediendo la reacción por la formación de nuevas placas más que por el crecimiento de las ya existentes.

En algunos casos crecen tan rápido que los movimientos internos provocan, en algunos casos, "clicks", los cuales son producidos por la gran energía cinética de cada esfuerzo que produce impulsos elásticos de frecuencia audible.

La transformación austenita - martensita cesa cuando el enfriamiento es detenido, pudiendo resumir estas características diciendo que la reacción depende primordialmente de la temperatura más que del tiempo, en otras palabras, la extensión de la transformación es controlada por la temperatura a la cual el acero es enfriado.

El tamaño de grano es un factor importante en la reacción austenita-martensita; se ha encontrado<sup>(12)</sup> que para aceros - 2340, 4140, y 0.40% C - 3% Cr, Ms es abatida por 10°C, 10°C y 9.4°C respectivamente, cuando el tamaño de grano es incrementado de 7 - 9 a 1 - 2 ASTM.

En aceros con alto contenido de carbón, el efecto de tamaño de grano es pequeño, tal que, de una manera práctica, el tamaño de grano es una variable importante en la retención de austenita, sin embargo, desde el punto de vista científico, se debe de conservar en mente que la formación de martensita es favorecida por un tamaño de grano basto, teniendo como resultado al mismo tiempo la retención de menor cantidad de austenita, esto puede ser contrastado con la reacción perlitica, la cual es favorecida por un tamaño de grano fino.

### III.2. EFECTO DE LA COMPOSICION QUIMICA.

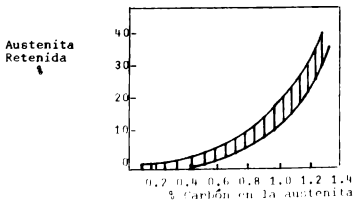


Fig. 3.1. - Efecto del contenido de carbón en la austenita en aceros templados en agua. (Almquera).

Como se muestra en la figura 3.1 la cantidad de austenita retenida es marcadamente dependiente del contenido de carbón disuelto, notándose que aún con contenidos de carbón de 0.2% se encuentra aproximadamente un 2% de austenita retenida, esta extrapolación de la banda de la figura 3.1 indica que pueden existir trazas de austenita retenida en este tipo de aceros.

Se ha visto que el contenido de carbono y elementos aleantes presentan una relación cuantitativa entre la austenita retenida y la temperatura de transformación Ms, cualitativamente existe una correspondencia entre esos factores.

La tabla I enlista los nueve elementos que afectan la retención de austenita.

TABLA I.  
Relación de los elementos que afectan la retención de austenita

ELEMENTO	CAMBIO DE AUSTENITA RETENIDA POR 1% DEL ELEMENTO. (1%)
C	+ 50
Mn	+ 20
Cr	+ 11
Ni	+ 10 (1%)
Mo	+ 9
W	+ 8
Si	+ 6
Co	1
Al	4



Siendo el carbono el elemento más potente en la retención de austenita.

Las dos fórmulas siguientes muestran la influencia de los elementos de aleación sobre la temperatura  $M_s$ .

Formula lineal:

$$M_s (^{\circ}C) = 539 - 423\% C - 30.4\% Mn - 17.7\% Ni - 12.1\% Cr - 75\% Mo.$$

85% de los valores calculados cae dentro de  $25^{\circ}C$  del valor predicho.

Formula Cuadrática:

$$M_s (^{\circ}C) = 512 - 453\% C - 19.9\% Ni + 15\% Cr - 9.5\% Mo + 217\% C^2 - 71.5\% C. Mn - 67.6\% C. Cr.$$

95% de los valores calculados cae dentro de  $25^{\circ}C$  del valor predicho.

### III.3. EFECTO DE LA TEMPERATURA DE AUSTENIZACION.

La temperatura de austenización tiene un gran efecto sobre la temperatura  $M_s$ , y por lo tanto en la retención de austenita, debido a que la composición química de la austenita cambia con el incremento de carburos en solución. Este factor es el de mayor importancia en el tratamiento térmico comercial de aceros de alto carbón donde los carburos son dejados deliberadamente sin disolver.

TABLA II

Efecto de la Temperatura de Austenización y el contenido de Cr sobre la austenita retenida en aceros con 1.1% de carbón (1).

% Cr	Austenita Retenida %	Carburos no disueltos %	Austenita Retenida %	Carburos no disueltos %	Austenita Retenida %	Carburos no disueltos %
0.0	16	0.5	19	0.0	20	0.0
1.5	7	4.5	22	1.6	31	0.0
2.0	2	6.9	21	3.5	51	1.1

Los valores enlistados en la tabla II muestran las cantidades de austenita retenida como una función de la temperatura de austenización y del contenido de cromo en aceros con 1.1% de carbón.

Después de austenizar a 845°C, la cantidad de austenita retenida decrece con el incremento de cromo, ya que éste reduce la solubilidad de los carburos, sin embargo, cuando los carburos son sustancialmente disueltos (1037°C) el contenido de austenita retenida se incrementa con el contenido de cromo, la austenización a 926°C produce resultados intermedios, este fenómeno puede ser observado en el acero con 5% de níquel, el cual podemos usar como un ejemplo.

En la figura 3.2 se observa que el contenido de austenita retenida continúa incrementándose en gran cantidad aún - arriba del punto de solución completa de carburos. La austenización a 845°C por media hora, disuelve todos los carburos

en este acero, obteniéndose 39% de austenita retenida cuando el material es templado en salmuera.

Sin embargo la austenización a 1037°C, produce un 70% de austenita retenida sin ningún cambio posterior en la composición de la austenita.

Se podría suponer a primera instancia que carburos submicroscópicos continúan disolviéndose en el calentamiento de 845°C a 1037°C, pero seguramente la extensión de dicha solución podría difícilmente explicar un incremento en la austenita retenida de 30%, en efecto el aumento en el tiempo de permanencia a 845°C por un factor de diez no cambia el porcentaje de austenita mostrado en la figura 3.2, además este fenómeno no puede ser explicado por la desaparición progresiva de gradientes de concentración residual, debido a que este efecto es esencialmente reversible. Si el acero es primero austenizado a 1037°C y luego enfriado a 860°C (arriba de la temperatura de precipitación de carburos) y mantenido por un tiempo suficientemente largo, el porcentaje de austenita retenida decrece gradualmente hasta llegar al valor que se puede obtener si el acero hubiera sido austenizado a 860°C. Esto muestra que la fuerza impulsora  $F^a - F^m$  es vitalmente dependiente de la actividad del carbono en la austenita, y que en alguna temperatura dada en el rango de la transformación martemítica la fuerza impulsora se incrementa cuando decrece la actividad del carbono, sin embargo, la actividad del carbono no solo depende del contenido de éste, sino también

por la distribución estadística en la red de hierro.

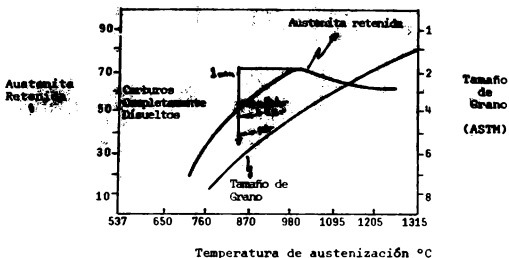


Fig. 3.2.- Efecto de la temperatura de austenización y tamaño de grano en la austenita retenida<sup>(15)</sup>.

El decremento en la austenita retenida aparece como resultado del incremento en la "separación" de agrupamientos de alto y bajo carbono que son estables a 860°C comparada con la distribución que es estable a 1037°C. El hecho de que este fenómeno a 860°C es dependiente del tiempo sugiere que la difusión es involucrada, siendo esto ciertamente necesario para la postulación del proceso de agrupamiento. De otra forma, el tiempo no podría ser un factor importante si el efecto fuera simplemente debido a un cambio en la fuerza de enlace de los átomos en la red.

Si el acero se austeniza a 860°C y se enfría por

teriormente la temperatura, la distribución del equilibrio - de ésta es gradualmente afectada por la influencia de la entropía, la energía de interacción atómica es incrementada, - así como la relativa actividad del carbono, esto disminuye la fuerza impulsora de la reacción martensítica y mayor cantidad de austenita es retenida.

Es bastante probable que aún en el rango de temperatura donde existen carburos sin disolver, parte del efecto de la temperatura de austenización hasta ahora atribuido al cambio de composición, puede ser debido a un proceso más sutil de cambios de asociación entre átomos de hierro y carbono. Indudablemente, la presencia de elementos aleantes tiene una importante función de este fenómeno.

El decremento progresivo en la austenita retenida, resultado de la permanencia a 860°C después de la austenización a 1037°C es una "reminiscencia" del "acondicionamiento" de la austenita retenida durante el revenido de aceros de alta velocidad, en este último caso existen evidencias de que los carburos precipitan de la austenita, esta expulsión de carbono, al formarse los carburos favorece la transformación de austenita al enfriarse a temperatura ambiente, de lo cual se puede ver que es posible acondicionar austenita para una subsecuente transformación sin precipitación de carburos, por lo que podemos hacer uso de este hecho en conexión con el revenido de aceros de alta aleación, de lo cual puede decirse que la distribución de los embriones de martensita cam

bia con las variaciones de los tratamientos de austenización. Sin embargo, dado que se encuentra debajo de  $M_s$  y además que el enfriamiento es bastante rápido para abatir los efectos de estabilización, la transformación es controlada por el factor de la fuerza impulsora, y no por el limitado suministro de los núcleos potenciales, lo cual puede explicar el decremento de austenita retenida después de austenizar a  $1037^{\circ}\text{C}$ .

Lo descrito anteriormente parece ser el resultado del incremento del tamaño de grano austenítico, lo cual favorece la formación de martensita. El efecto es un poco más pequeño comparado con las otras variables de austenización y tiende a ser oscurecido por ellos.

El efecto del tamaño de grano también acontece por el hecho de que en prolongados calentamientos a  $860^{\circ}\text{C}$  después de austenizar a  $1037^{\circ}\text{C}$  la austenita retenida se encuentra en menor cantidad que el valor obtenido si sólo se calentara el material a  $860^{\circ}\text{C}$ .

No obstante, que la misma distribución de agrupamientos de hierro-carbono pueden ser conseguidos a  $860^{\circ}\text{C}$ , si esta temperatura es acercada por arriba o por abajo, las variaciones del tamaño de grano no son reversibles.

#### III.4. EFECTO DE LA VELOCIDAD DE ENFRIAMIENTO.

Como se estableció anteriormente, la velocidad de enfriamiento tiene influencia sobre la cantidad de austenita retenida en granos, a saber, que se parece a ser estabiliza

dos.

Un ejemplo de esto puede ser mostrado en la tabla III - donde se pueden ver las variaciones de austenita retenida de un acero para herramientas de baja aleación, austenizado a 845°C.

En esta tabla podemos ver que las piezas templadas en aceite retienen más austenita que las templadas en agua, mientras que las templadas en aire retienen más que las templadas en aceite.

TABLA III.  
EFECTO DEL PROCEDIMIENTO DE TEMPLE SOBRE LA  
AUSTENITA RETENIDA<sup>(14)</sup>

TRATAMIENTO	% AUSTENITA RETENIDA
Templado en agua 20°C	5.8
Templado en aceite 20°C	7.0
Templado en aceite 48°C enfriado al aire 20°C	9.0
Templado en aceite 121°C enfriado en aire 20°C	9.5
Templado en sales 230°C enfriado al aire 20°C	10.6
Templado en sales 230°C enfriado en agua 20°C	6.1

La figura 3.3 muestra datos más completos del efecto de la velocidad de enfriamiento, de donde es evidente que la cantidad de austenita retenida incrementa cuando decrece la velocidad de enfriamiento, sin embargo, cuando la velocidad de enfriamiento comienza a ser menor que la crítica, la transformación perlítica causa un marcado abatimiento en el conte-

nido de austenita retenida, debido a que la formación de la perlita reduce la cantidad de austenita aprovechable para la reacción martensítica.

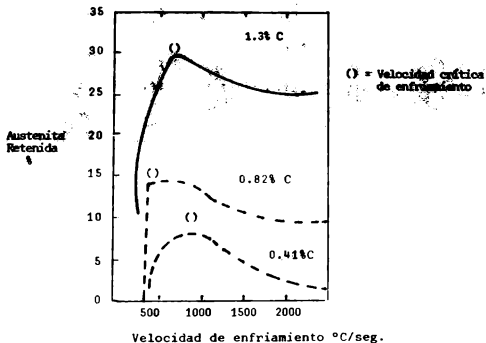


Fig. 3.3.- Efecto de la velocidad de temple en la austenita retenida<sup>(13)</sup>.

### III.5. EFECTO DE LA FORMACION DE CARBUROS Y FERRITA.

Si la velocidad de enfriamiento y la composición de la austenita son tales que permiten la precipitación de carburo



ó ferrita, existe un cambio correspondiente en la composición química de la austenita que puede transformarse en martensita, afectando al mismo tiempo la cantidad de austenita retenida.

Lo dicho anteriormente es mostrado en la figura 3.4 para una serie de aceros de 4.8% de níquel austenizados a 926°C, y enfriados a varias velocidades <sup>(11)</sup>.

De las muestras templadas en agua, aceite y aire, el porcentaje de austenita retenida se incrementa conforme se incrementa el contenido de carbón, pero los especímenes enfriados en cal, mostraron un comportamiento contrario a los primeros.

La razón que explica esta aparente anomalía es que en las últimas series es precipitada ferrita proeutectoide de austenita con un contenido de carbono de 0.62%, que incrementa su contenido de carbón a 1.2% (determinado por mediciones en los parámetros de red), mientras que en la austenita con 1% de carbono es precipitado carburo proeutectoide, el cual baja el contenido de carbón a alrededor de 0.8%.

En las muestras templadas en agua, aceite y aire, la austenita retenida aumentó con el decremento de la velocidad de enfriamiento como se esperaba, existiendo una excepción en el acero con 1% de carbón en el cual el temple en aire produjo ligeramente menos austenita retenida que el enfriado en aceite, lo cual es probable debido a pequeñas cantidades de carburos precipitados durante el enfriamiento lento, esto es mostrado en la figura 3.5.

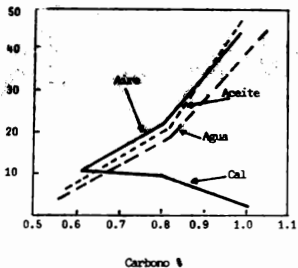


Fig. 3.4.- Efecto del contenido de carbono y de la velocidad de enfriamiento en la austenita retenida<sup>(11)</sup>.

### III.6. EFECTO DE LA FORMACION DE BAINITA.

El efecto que causa la formación de bainita sobre la cantidad de austenita retenida es un poco más complejo, éste depende de la naturaleza del acero, la cantidad de bainita formada y la temperatura a la cual ésta se forma. La bainita acicular actúa, como martensita en la partición de los granos de austenita y limita el tamaño de las placas de martensita que se forman después, además los núcleos potenciales que pueden de otro modo ser aprovechables para la reacción marten sítica.

La operación de esos dos factores sólo podría permitir que la Bainita existente fuera substituida por la martensita, dejando la austenita retenida sin cambiar, lo cual se ha encontrado en aceros comunes al carbón, como se muestra en la figura 3.5. La formación de bainita restringe la formación de martensita en el enfriamiento a temperatura ambiente permaneciendo el contenido de austenita retenida sustancialmente constante, decreciendo posteriormente cuando la austenita es consumida por la reacción bainítica.

Por otro lado, en los aceros aleados que contienen un número restringido de núcleos potenciales, la formación de bainita puede reducir su número suficientemente para hacer a la austenita remanente sensitiva a los efectos de estabilización, en otras palabras, la influencia de cualquier contracción en los embriones que ocurre simultáneamente con la formación de bainita será mucho más pronunciada, haciéndose aún más rápida cuando se baja la temperatura.

estructura %

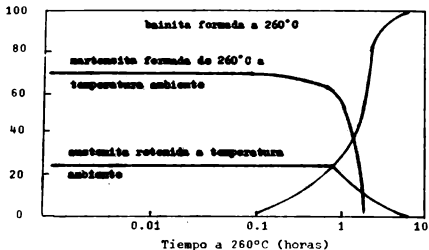


Fig. 3.5.- Efectos de formación de bainita sobre cantidades de martensita y austenita retenida.

estructura %

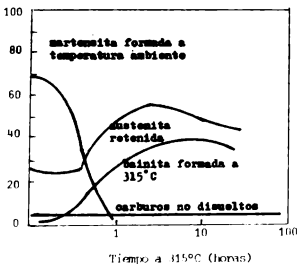


Fig. 3.6.- Efecto de la formación de bainita a 315°C sobre cantidades de martensita en aceros alta velocidad.

En la figura 3.6 se puede observar que la formación de bainita en aceros de alta velocidad durante el tratamiento isotérmico a 315°C, no solo reduce la cantidad de martensita producida en el enfriamiento a temperatura ambiente, sino que incrementa también la cantidad de austenita retenida. En efecto, se ha reportado<sup>(13)</sup> que en aceros de alta velocidad aún después de que la reacción cesa, ocurre un proceso de contracción de embriones, el cual se lleva a cabo en el mantenimiento de la muestra en el rango de la transformación martensítica, posiblemente causando algún tipo de estabilización.

En ambos casos, la presencia de bainita o martensita intensifica el efecto de este proceso en la subsecuente transformación martensítica, aunque es probable que sea más afectada en el rango de la transformación bainítica que en el rango de la martensita debido a las altas temperaturas involucradas, esto es mostrado en la figura 3.7.

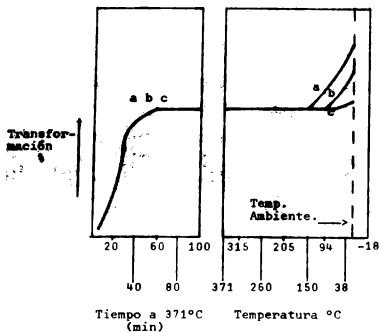


Fig. 3.7.- Efecto de mantenimiento a 371°C después de detener la transformación bainítica con subsecuente enfriamiento para la transformación a martensita, en un acero con 0.7% C - 15% W - 3% Cr, austenizado a 1250°C y templado a 371°C.

### III.7 TRATAMIENTO SUBCERO.

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

En el temple de diversos aceros, el porcentaje de austenita residual suele variar entre los siguientes límites:

Aceros de 1% de C y 5% de Cr .....	25 a 35%
Aceros de 1.5% de C y 12% de Cr ...	15 a 30%
Aceros rápidos .....	15 a 25%
Aceros de Herramientas de Baja Aleación	3 a 15%
Aceros al Carbono .....	5 a 10%

Hasta hace poco tiempo la transformación de esta austenita residual se verificaba siempre en el revenido, consiguiéndose además con este tratamiento un aumento de dureza. En los aceros de alta aleación, se verifica esta transformación al ser calentado el acero templado, a temperaturas variables de 400° a 650°C y al ser luego enfriado al aire.

Con el tratamiento subcero se consigue transformar la austenita residual en martensita, y desde hace algunos años se viene utilizando este proceso para los aceros rápidos, in-  
deformables, de cementación, etc.

Otra aplicación en la que el tratamiento subcero tiene gran interés, es el de las piezas cementadas, en las que con frecuencia después del temple aparecen importantes cantidades de austenita residual.

Dado el carácter particular de este tratamiento, en el cual el revenido final no se puede hacer a una temperatura superior a unos 700°C por que la dureza disminuiría demasiado, el tratamiento subcero es de gran interés, pues es el único medio para transformar esa austenita residual por cuya causa no se alcanza la máxima dureza. Los revenidos a temperaturas de 450°C a 600°C, que se emplean en los aceros rápidos e indeformables, para transformar la austenita residual, aquí no se pueden usar por las circunstancias antes mencionadas.

En la figura 3.8 se señalan los ciclos más utilizados en la industria para el tratamiento subcero. En el ciclo 1, que es el más simple, es el que se emplea generalmente para todos los aceros de cementación de alta aleación. También se utiliza para otros aceros aleados cuando conviene que el tratamiento sea rápido.

Se recomiendan los ciclos 2 y 3 cuando interesa reducir el peligro de grietas, especialmente cuando las piezas tienen aristas y formas complicadas. El ciclo tres es muy recomendable para calibres y galgas, por que con él se consigue el mayor grado de estabilidad de los constituyentes. Siempre el último tratamiento del ciclo es el revenido final, que se ha



ce a temperaturas variables de 100° a 450°C.

En los ciclos 2 y 3 se para el enfriamiento a la temperatura ambiente y se calienta a 160°C antes del enfriamiento subcero, a pesar de que con ello se dificulta la transformación posterior de la austenita, porque se considera preferible evitar deformaciones y grietas que pueden aparecer con un enfriamiento demasiado enérgico, que conseguir una más completa transformación de la austenita.

En los aceros de alta aleación conviene efectuar dos o más enfriamientos subcero, por que la austenita en esos aceros es difícil de transformar, y de esa forma se consigue una transformación más completa.

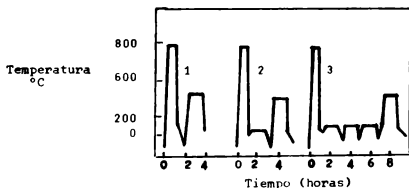


Fig. 3.8.- Representación de tres procesos de tratamiento con enfriamiento subcero.

C A P I T U L O   I V  
ESTABILIZACION DE AUSTENITA

#### IV.1. ESTABILIZACION POR ENVEJECIMIENTO ABAJO DE LA TEMPERATURA DE TRANSFORMACION $M_s$ O POR INTERRUPCION DEL TEMPLE.

Diversos trabajos han mostrado que la austenita es estabilizada por interrupción de la transformación martensítica y envejecimiento a esa temperatura (abajo del punto  $M_s$ )<sup>(17,18)</sup>.

La figura 4.1., muestra la variación de la cantidad de martensita con la temperatura de envejecimiento, cuando el enfriamiento es continuo, la transformación empieza en  $M_s$ , incrementándose la cantidad de martensita de acuerdo a la curva, si el enfriamiento es interrumpido a una temperatura  $T_h$  y el espécimen es mantenido ahí, la cantidad de martensita permanece constante no solo durante el envejecimiento, sino también después de la reanudación del enfriamiento, lo cual es mostrado por la línea horizontal, indicando que la estabilización de austenita ha ocurrido, continuando la transformación martensítica cuando la temperatura  $M_s'$  es alcanzada, pudiéndose determinar de esta forma una temperatura  $M_s'$  para cada temperatura  $T_h$  (tiempo de envejecimiento de 30 minutos). Entendiéndose que la estabilización de austenita ocurre abajo de una temperatura correspondiente a  $\sigma_s$ , que es el punto de intersección de la línea punteada y la línea de enfriamiento continuo, siendo proporcional el decremento en la martensita debido a la estabilización a  $\sigma_s - T_h$ .

Para poder explicar el fenómeno de la estabilización fue propuesto un modelo<sup>(19)</sup> basado en la suposición de que

existen núcleos de martensita en la fase austenítica abajo de la temperatura  $M_s$ , encontrándose que los átomos intersticiales difunden hasta el agrupamiento de dislocaciones en los límites de los núcleos de martensita y la matriz de austenita, fijándose éstos durante el envejecimiento, requiriendo una gran fuerza impulsora para la posterior formación.

Este modelo afirma la existencia de núcleos de martensita de tamaño finito en la austenita retenida, siendo este modelo no muy convincente.

Haciendo a un lado esta suposición, los límites entre la región transformada (martensita) y la no transformada (austenita retenida) y las imperfecciones remanentes de la red, en la fase austenítica, pueden ser considerados como sitios de nucleación, siendo enriquecidos a la vez por difusión de intersticiales durante el envejecimiento. De acuerdo a este modelo la estabilización es explicada como un decremento en los sitios de nucleación.

La cementita precipita dentro y en los límites de grano de la martensita, dentro de la martensita, toma la forma de laminillas o de partículas globulares, tomando en los límites la forma de películas más o menos discontinuas, apareciendo sobre una superficie pulida como formas elongadas engrosándose apreciablemente conforme la cementita continua precipitando de la matriz. Cuando el revenido se efectúa a temperaturas arriba de  $370^{\circ}\text{C}$ , la coalescencia de partículas de cementita ocurre dentro de lo que probablemente sea convertido en granos ferríticos. Esto está manifestado por la solución

de algunas partículas de cementita y crecimiento de otras, dando un efecto neto de disminución progresiva en la cantidad de cementita dentro de los granos ferríticos, acompañado por el ensanchamiento de las películas de cementita en los límites ferríticos:

Los cambios de dureza que ocurren durante esta primera parte se deben a la combinación de la solución del carburo  $\epsilon$  y la conversión de la martensita de bajo carbono que inicialmente contenía alrededor de 0.25% de carbono.

Podría esperarse que la descomposición de martensita de bajo carbono contribuyera al ablandamiento debido a la disminución del contenido promedio de carbono en la matriz y al efecto de endurecimiento debido a la precipitación de cementita, la cual puede promover endurecimiento como consecuencia de su forma, tamaño y distribución, así como por su dureza intrínseca, por lo tanto las laminillas de cementita podrían contribuir al endurecimiento por coherencia; los glóbulos y laminillas al endurecimiento por dispersión; y las películas de cementita el endurecimiento debido a las barreras de dislocaciones en los límites, por lo tanto, el cambio de dureza observado durante la tercera etapa, es un ablandamiento global, puesto que el efecto endurecedor causado por la formación de cementita, se ve mermado por la combinación de ablandamientos debidos a la solución del carburo  $\epsilon$  y la disminución del contenido de carbón en la matriz.

La solución del carburo  $\epsilon$  comienza a fin de la -

primera etapa en un rango aproximado de 175°- 205°C por un tiempo de una hora y es completada aproximadamente de 290° - 315°C, obteniéndose una dureza aún después del revenido de 45 Rc, lo cual indica que el incremento en dureza, debido a la formación de cementita, es realmente mayor que el decremento que ocurre en la matriz, esto implica que el principal proceso de ablandamiento durante la primera parte de la tercera etapa es la solución del carburo epsilon en lugar de que el contenido de carbono en la matriz disminuya.

Después del punto de solución del carburo epsilon, alrededor de 315°C, el ablandamiento es causado principalmente por la expulsión de carbono en la matriz, aunque el crecimiento de las partículas de cementita puede ser, también, un factor importante. Con revenido continuo, alrededor de 370°C, la coalescencia y transferencia en los límites de cementita en los límites de grano ferríticos juegan un papel muy importante en el ablandamiento.

En los aceros con un contenido menor de carbono (aproximadamente 0.15%) se ha encontrado que la dureza permanece constante al revenir hasta aproximadamente 205°C, presentando una disminución con respecto a las aleaciones de mayor contenido de carbono al revenirlas a esa temperatura.

Suponiendo que la cementita empieza a precipitar en sublímites, debería esperarse un efecto de endurecimiento, este factor aparentemente está sobrealanceado mediante el ablandamiento debido a la expulsión de carbono de la matriz.

Al revenir alrededor de 290°C, la solución de los sublímites de carburos se lleva a cabo, lo cual es suficiente para aumentar la velocidad de ablandamiento, a pesar de la formación concurrente de cementita.

Arriba de 290°C continúa el ablandamiento como un resultado de la expulsión de carbono de la matriz, hasta un grado creciente de coalescencia y desplazamiento de la cementita hacia los límites de grano.

Para poder explicar dicha estabilización se ha tomado como ejemplo el efecto de la suspensión del temple de un acero 1.1% C - 1.5% Cr durante 30 minutos a varias temperaturas entre el rango de transformación martensítica y la temperatura ambiente <sup>(14)</sup>.

Por ejemplo, si el proceso de temple es detenido a 55°C el acero contendrá 51% de martensita al alcanzar esta temperatura, después de mantener la muestra a esta temperatura - por espacio de 30 minutos, la transformación es inhibida hasta alrededor de 46°C donde esta continúa en forma paralela - a la curva de transformación normal.

Durante el enfriamiento de 55°C a 46°C (th = temperatura de retención) aproximadamente 6% de austenita podría haber sido transformada a martensita, permaneciendo éste 6% de austenita sin transformar hasta el final de la reacción.

En vista de que la curva de material estabilizado se desplaza verticalmente a la curva de enfriamiento normal, se puede concluir que bastantes núcleos potenciales desaparecen

durante el tratamiento de retención a  $T_h$ , interfiriendo con el proceso de la subsecuente transformación, ésto - es mostrado en la figura 4.1.

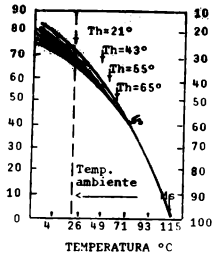


Fig. 4.1.- Cantidad de martensita formada durante el enfriamiento continuo y después de mantenerla durante 30 min. a temperatura  $T_h$ . En una aleación 1.1% C - 1.5% (austenizado a 1038°C).



A primera vista ésto podría verse como una contradicción de lo establecido anteriormente, de que el efecto de estabilización se incrementa con el aumento de la temperatura, representando lo dicho después la verdadera dependencia de la temperatura de estabilización ó sea la cantidad de martensita coexistente es constante, sin embargo, la estabilización es grandemente afectada por la presencia de martensita, a mayor cantidad de martensita, más fácilmente ocurre la estabilización. Este factor puede observarse en la figura 4.1. y explica la anomalía en el incremento de estabilización con el decremento de la temperatura.

Como se había mencionado anteriormente, existe una temperatura denominada  $\sigma_g$  arriba de la cual la estabilización no medible, es causada por el mantenimiento de la muestra durante 30 minutos, el punto de la temperatura  $M_s'$  es extrapolado hasta  $\sigma_g$ , tendiendo a ser cero en el intervalo  $T_h - M_s$  en  $\sigma_g$ . Pudiendo concluir que; por encima de  $\sigma_g$ , el número de núcleos potenciales es tan grande, que la pérdida de algunos no altera la transformación cuando es reanudado en enfriamiento. Esto propone la siguiente pregunta: ¿Podría el número de núcleos potenciales ser tan abundante por encima de  $\sigma_g$  y limitándose más y más por abajo de  $\sigma_g$ ?, existe una simple respuesta: La continuación de la reacción martensítica durante el enfriamiento consume núcleos.

Por lo tanto, esta disponibilidad de los núcleos potenciales empieza a ser más y más crítica conforme la transformación sucede, siendo ahora evidente que la cantidad de aus-

tenita retenida a temperatura ambiente, no solo depende de Ms, sino también del grado de estabilización que ocurre durante el proceso.

#### IV.2. ESTABILIZACION DE AUSTENITA.

La estabilización de austenita en general se clasifica de la siguiente manera:

- a). Estabilización Química (debida a un cambio en la composición química)
- b). Estabilización Térmica (debida a un tratamiento térmico).
- c). Estabilización Mecánica (debida a una deformación plástica).

Causas de la estabilización.

Generalmente hablando, la temperatura de iniciación de la transformación, el proceso de la transformación y otras características son controladas por la energía libre química del sistema, esto depende de tres factores: El primero es el cambio en la composición química y está basado esencialmente en la difusión de átomos, el segundo es la variación de ordenamiento atómico, sin cambio en la estructura cristalina, tal como la formación de una estructura ordenada o un arreglo de átomos intersticiales; afectando estos dos primeros factores: la entalpía y entropía del sistema.

El tercer factor es el de los esfuerzos internos (compresión y tensión) el cual principalmente afecta la entalpía.

La diferencia de energía libre química  $\Delta F^Y + \sigma^Y$  es la fuerza impulsora de la transformación y es convertida en energía libre no química, la cual está considerada dentro de las imperfecciones de la red en la transformación, incluyendo también la energía de interfase entre austenita y martensita, siendo parcialmente consumida en el trabajo hecho, lo cual es cambiado después en calor.

Estas energías forman una parte de la energía de activación para la nucleación y crecimiento de los productos de la transformación. El incremento en vacancias hace a la fase austenítica menos estable por el incremento en los sitios de nucleación, actuando los límites de grano e imperfecciones de la red también como sitios de nucleación, contribuyendo también a hacer la fase austenítica inestable, sin embargo por otra parte, esto contribuye a la estabilización de la fase austenítica, debido a la obstrucción del crecimiento del producto de transformación, dependiendo la influencia de esas contribuciones de la composición química y de la naturaleza de las imperfecciones.

Resumiendo lo anterior, podemos enlistar 7 mecanismos de estabilización. (El signo + indica estabilizador y el signo - no estabilizador).

#### 1.- Estabilización Química.

1.- Cambio en la composición (difusión de átomos) +

- 2.- Rearreglamiento Atómico +
- 3.- Tensión y Compresión Interna ±

## II.- Estabilización No Química.

- 4.- Esfuerzos de Corte Internos (esfuerzos de alto rango) -
- 5.- Imperfecciones de la Red y Esfuerzos de Bajo Rango:
  - a). Impedimento de Crecimiento. +
  - b). Sitios de Nucleación -
- 6.- Atmosferas de Cottrell y Precipitación Coherente +
- 7.- Vacancias Inmóviles.

## IV.3. RANGO DE TEMPERATURA DE TRANSFORMACION<sup>(20)</sup>.

Existe un espacio entre la temperatura de inicio (Ms) - y la temperatura de término (Mf) en la mayoría de las transformaciones martensíticas, la cual muestra que la transformación no está únicamente definida a través de un espécimen, - en otras palabras, podemos decir que la matriz de la región que transforma después, fue más estable que la región que - transforma primero.

Ahora se discutirá como ocurre la estabilización en el siguiente ejemplo: Si se considera una aleación Fe-Ni donde el contenido de níquel es de alrededor de 30%; el punto de transformación Ms se encuentra por debajo de la temperatura

ambiente, tal que podemos despreciar el efecto de la difu--  
sión de átomos durante la transformación, además, no ocurre  
un ordenamiento de la red, por lo tanto podemos excluir los  
mecanismos 1 y 2.

Supóngase que un cristal de la fase martensítica es pro-  
ducido, lo cual causa una tensión interna a su alrededor. Una  
región que es expuesta a tensión, es inducida a transformar,  
mientras que la región expuesta a compresión suprime la trans-  
formación y la temperatura Ms es abatida, trabajando en este  
caso el mecanismo número tres.

La región sin transformar es más pobre en sitios favora-  
bles para la nucleación, cooperando con ésto un efecto de -  
partición, lo cual muestra que el mecanismo 5+ está trabaja-  
ndo.

Por lo tanto podemos concluir que en una aleación con -  
alto contenido de níquel, los mecanismos 3 y 5 crean un ran-  
go de temperatura de transformación. Dado que una aleación -  
con menos contenido de níquel tiene una alta temperatura de  
transformación, el mecanismo número 1 puede intervenir si el  
enfriamiento es suficientemente lento.

Podemos tener otro ejemplo con elementos intersticiales  
tales como carbón ó nitrógeno, en este caso operan los meca-  
nismos 3 y 5 como en las aleaciones Fe-Ni.

Durante la transformación ocurre un ordenamiento del ti-  
po  $Fe_4C$  ó  $Fe_4N$  en la austenita retenida, estabilizándola, pe-  
ro esta estabilización, no puede ser muy grande debido a que

el ordenamiento es inhibido en la martensita, tal que el efecto podría ser realmente cancelado.

Un efecto más importante en la estabilización es quizá debido a la difusión de átomos de carbón o nitrógeno dentro de la austenita retenida provenientes de la martensita ya transformada, cuando el contenido de carbón o de nitrógeno es bajo y la temperatura de transformación es alta.

#### IV.4. EFECTOS DE LA TEMPERATURA DE AUSTENIZACION.

Efectos Sobre la Temperatura Ms.

Sastri y West<sup>(21)</sup> han reportado que al aumentar la temperatura de austenización la temperatura de transformación se eleva. La figura 4.2 muestra un ejemplo en el cual las líneas punteadas indican que el tamaño de grano austenítico se incrementa conforme la temperatura de austenización aumenta. Además se ha encontrado que los tiempos largos de calentamiento producen también una elevación en la temperatura de transformación Ms, lo cual es mostrado en la figura 4.3.

Una interpretación de este hecho puede ser debido al mecanismo 7, debido a que una alta temperatura de temple produce más vacancias y por lo tanto más sitios de nucleación, haciendo este fenómeno incierto como efectivo. Por otro lado, una alta temperatura de temple puede producir un gran esfuerzo térmico durante el temple, de aquí que sea esperada que al aumentar la temperatura Ms, este efecto sin embargo, no puede

ser muy grande.

Una causa más probable de la elevación de la temperatura  $M_s$  es la reducción de la energía necesitada para la transformación, la cual se origina en la eliminación de imperfecciones de la red, debido al calentamiento a altas temperaturas.

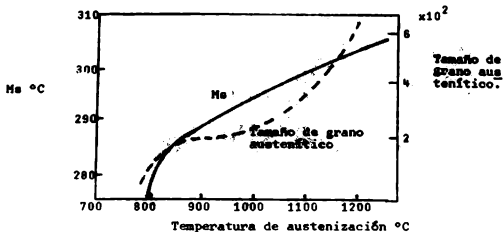


Fig. 4.2.- Cambio en la temperatura  $M_s$  y tamaño de grano austenítico con la temperatura de austenización. Tiempo de calentamiento de 2 minutos para  $800^\circ - 1000^\circ\text{C}$  y 1 minuto para temperaturas mayores a  $1000^\circ\text{C}$ (21).

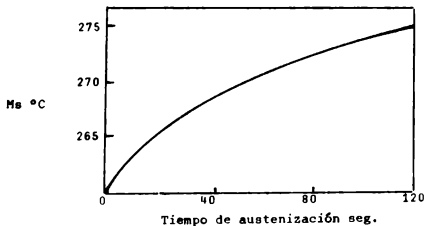


Fig. 4.3.- Cambio de la temperatura  $M_s$  con el tiempo, a la temperatura de austenización de  $800^\circ\text{C}$ (21).



#### IV.5. EFECTOS SOBRE LA CANTIDAD DE AUSTENITA RETENIDA.

Se ha encontrado que la cantidad de austenita retenida - tiene un máximo para ciertas temperaturas de austenización, - también se ha encontrado que la baja temperatura de austenización limita la cantidad de austenita retenida debido a la insuficiente disolución de carburos de hierro, un ejemplo de esto se muestra en la Figura 4.4.

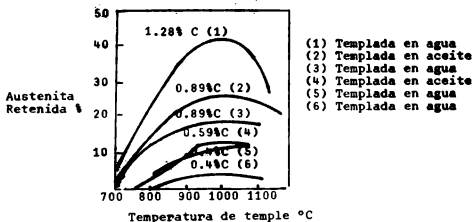


Fig. 4.4.- Cambio en la cantidad de austenita retenida con la temperatura de temple.

Por otra parte también se ha encontrado que la cantidad de austenita retenida aumenta aún con temperaturas de austenización tan altas como 900°- 1000°C, donde la solución de carbón se entiende como sigue: eliminación de imperfecciones de la red y decremento del número de límites de grano austenítico causado por el tratamiento térmico, son el resultado del predominio del mecanismo 5 - sobre el mecanismo 5 +<sup>(22)</sup>.

#### IV.6.- ESTABILIZACION POR MANTENIMIENTO POR ENCIMA DE LA TEMPERATURA Ms.

Estudios hechos con ~~aceres~~ al ~~como~~ <sup>(22)</sup> muestran como es afectada la temperatura Ms por el mantenimiento de especificación a 250°C, justamente arriba de la temperatura Ms.

Se puede observar primero que el valor de Ms decrece con el tiempo de mantenimiento, indicando estabilización, incrementándose dicho valor después de un tiempo aproximado de 2 minutos, este valor se mantiene durante un tiempo más largo. Para tiempos de mantenimiento más largos se observa un abrupto decremento en la temperatura Ms, lo cual es debido a la transformación bainítica, lo cual es mostrado en la figura 5 por medio de una línea continua. Esto ha sido estudiado por dilatometría y se ha encontrado que cuando ocurre la transformación bainítica, es primero producida la ferrita sobresaturada en carbón, en la cual el grado de sobresaturación de átomos intersticiales es más grande que en la fase austenítica, estos intersticiales, por lo tanto, difunden en la austenita no transformada, dando como resultado un marcado abatimiento en la temperatura Ms, figura 4.5.

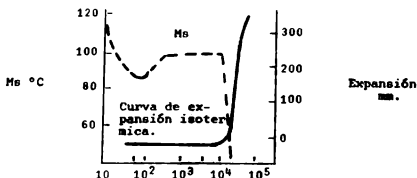


Fig. 4.5.- Efecto de envejecimiento a  $250^{\circ}\text{C}$  en la temperatura  $M_s$  en una aleación Fe - 1.06% Cr.

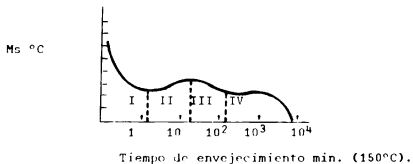


Fig. 4.6.- Efecto del envejecimiento a  $150^{\circ}\text{C}$  en la temperatura  $M_s$  en una aleación Fe - 1.05% C - 3.08% Ni.

Estudios efectuados en aceros al níquel, templados a  $200^{\circ}\text{C}$  (arriba de  $M_s$ ) y luego envejecidos a  $150^{\circ}\text{C}$ , muestran que el punto  $M_s$  cambia con el tiempo de envejecimiento en cuatro etapas, correspondiendo un correspondiente desarrollo cuando el tiempo de envejecimiento es mantenido constante. Cuando la temperatura de envejecimiento es variable, Fig. 4.6.

La energía de activación fue determinada para cada etapa por medición del cambio en la temperatura Ms con el tiempo de envejecimiento a varias temperaturas y por dilatometría, dichos resultados son mostrados en la tabla I, mostrándose también los mecanismos de estabilización (24,25).

TABLA I

Estabilización de austenita por envejecimiento a temperaturas arriba de Ms en una aleación Fe - Ni 3.08% - C 1.05%.

ETAPA	TEMPERATURA DE ENVEJECIMIENTO	ENERGIA DE ACTIVACION (Kcal/mol)	MECANISMO DE ESTABILIZACION DE AUSTENITA
I	Abajo de temperatura ambiente	----	Interacción elástica entre dislocaciones en austenita.
	Temperatura ambiente.	30-21.5	Interacción elástica entre dislocaciones y átomos intersticiales.
	Arriba de 60°C	32.3	Obstrucción del movimiento de dislocaciones por precipitados finos.
II	Arriba de 80°C	18.4	Relajación de esfuerzos en la martensita (aumento de la temperatura de transformación).
III	Arriba de 80°C después de la etapa II.	18.7	Incremento de energía en los límites de austenita - martensita.
IV	Arriba de 100°C	28.1	Formación de martensita - debido a la descomposición parcial de la austenita retenida.

La transformación martensítica del tipo explosivo (burst) también se ve afectada de la siguiente forma: La temperatura -

de transformación decrece con el incremento de la temperatura de envejecimiento, mostrando los efectos de la estabilización, la cual se puede explicar como sigue, la facilidad de nucleación difiere de lugar a lugar (dependiendo del estado de imperfecciones de la red), inutilizando a más núcleos por "entramamientos intersticiales" a altas temperaturas de envejecimiento donde difunden más fácilmente, abatiendo por consecuencia la temperatura  $M_b^{(24)}$ .

Si la temperatura de envejecimiento es elevada más, empieza a funcionar un contraefecto, las vibraciones térmicas dispersan los intersticiales indicados y restablecen las soluciones sólidas perfectas, estas dos acciones opuestas producen un valor mínimo en la temperatura  $M_b$  a una temperatura de envejecimiento particular. Lo anterior puede mostrarse en la figura 4.7 usando aleaciones de níquel con bajo contenido de carbón.

Aleación	Ni	C	Mn	Si	Fe	Ms
30 Ni	30.1	0.02	0.25	0.07	restante	- 30°C
31 Ni	31.6	0.02	0.28	0.02	restante	- 50°C

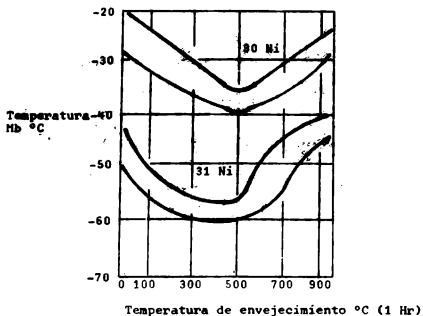


Fig. 4.7.- Variación de la temperatura Mb con la temperatura de envejecimiento.

IV.7.- ESTABILIZACION POR TRANSFORMACION REVERSIBLE Y POR REPETICION DE TRANSFORMACION CICLICA.

IV.7.1. A. Repetición de ciclos Austenita - Martensita.

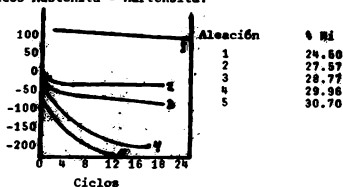
En las aleaciones Fe - Ni la austenita retenida formada por recalentamiento de la martensita por encima de  $A_f$ , tiene una mayor cantidad de esfuerzos que la fase austenítica original, esto es quizá debido a la conservación de las imperfecciones de la red desarrolladas durante la primera transformación<sup>(27,28)</sup>.

La fase martensítica producida por enfriamiento de la austenita retenida tiene mayor resistencia que la martensita formada, encontrándose que la repetición de calentamientos y enfriamientos incrementa los esfuerzos con cada ciclo<sup>(19)</sup>. Se ha encontrado que para aleaciones Fe - Ni (30.5% - 33.5%), un ciclo, incrementa dicha resistencia 2.5 veces y 5 ciclos dan un incremento de 2.8 veces<sup>(20,21)</sup>.

En general, la repetición de la transformación estabiliza la austenita y abate la temperatura  $M_s$ , prolongando también el periodo de incubación<sup>(22)</sup> de la transformación martensítica isotérmica, siendo más notable el decremento en la temperatura  $M_s$  conforme aumenta el contenido de níquel, figura 4.8.

Estudios hechos con microscopio electrónico revelaron que la densidad de dislocaciones en la austenita retenida fue incrementada, haciéndose la estructura más fina después de la transformación a martensita, en resumen, fué observado que las maclas decrecen, mientras que la densidad de dislocaciones se incrementa conforme el ciclaje se lleva a cabo, dejando solo dislocaciones después de cinco ciclos<sup>(23)</sup>.

Fig. 4.8.- Abatimiento de la temperatura Ms después de ciclos térmicos Austenita - Martensita.



#### IV.7.2.- B. Repetición de Ciclos de Austenita-Martensita-Epsilon.

La estabilización por envejecimiento y por ciclaje térmico, también ocurre en la transformación Austenita (f.c.c.) -Martensita Epsilon (h.c.p.)<sup>(35)</sup>.

Se ha encontrado<sup>(35)</sup>, que cuando son repetidos los ciclos austenita 200°C en una aleación Fe - Mn 19.7% - C 0.06%, la cantidad de martensita epsilon se incrementa, siendo esto acompañado también por un incremento en dureza hasta 4 ciclos, posteriores repeticiones estabilizan la austenita y disminuyen la cantidad de martensita epsilon, dando como resultado un decremento en la dureza. Se encontró también que el efecto de estabilización es más grande para los ciclos térmicos alrededor de 400°C.

Otros estudios hechos en aleaciones Fe - Mn 16.4% - C 0.09%, han mostrado que la temperatura Ms de la transformación austenita -martensita epsilon decrece como resultado de la repetición de ciclos entre -180° y 400°C, y que la cantidad de transi-



formación de austenita a martensita epsilon se ve incrementada, lo cual es revelado por curvas de histéresis de expansión térmica y cambios de resistividad eléctrica y dureza<sup>(22)</sup>. En esta situación es cambiada más o menos por reducción de velocidades de calentamiento y enfriamiento en un ciclo. Por ejemplo, después de la repetición del ciclo:

(20°C, 7 Hrs.) 5 Hrs. (400°C, 4 Hrs) 5 Hrs. (20°C, 8 Hrs)

El punto Ms decrece gradualmente y finalmente, la fase austenítica está tan estabilizada que ya no transforma, sin embargo, esta transforma gradualmente a martensita epsilon cuando se deja a temperatura ambiente durante un largo tiempo. La transformación en este caso ocurre más rápidamente para un espécimen sujeto a un pequeño número de ciclos.

Durante estos ciclos térmicos fueron desarrolladas fallas de apilamiento, las cuales contribuyen a la estabilización, dicha estabilización fue estudiada en ciclos repetidos de transformación austenita martensita epsilon por mediciones de difracción de rayos X usando una aleación Fe - Mn 19.1% - C 0.05%<sup>(27,28)</sup>.

En el primer reporte fueron observados los cambios en las reflexiones de rayos X de relativamente granos grandes, los cuales fueron crecidos por calentamiento a 1150°C, mientras que en un segundo reporte, fueron estimadas cantidades relativas de martensita epsilon y austenita de la relación de reflexiones de (111)<sub>γ</sub> y (10.1)<sub>ε</sub>, usando especímenes de grano fino, el cual fue obtenido por recocido a 800°C después -

de deformarlos plásticamente.

La figura 4.9 muestra esta relación para tres clases diferentes de ciclos térmicos. En cada caso, el contenido de martensita epsilon se incrementa para un solo ciclo pero decrece con la repetición de más de dos ciclos, indicando la estabilización de la fase austenítica.

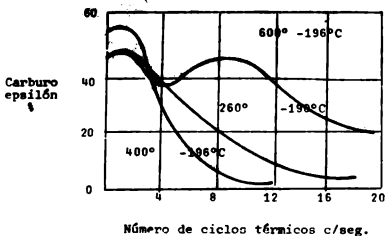


Fig. 4.9.- Efecto de la retención de la transformación en una aleación Fe - 19.1% Mn - 0.05 C<sup>(18)</sup>.

C A P I T U L O V

DESARROLLO EXPERIMENTAL.

## V.1. SELECCION DEL MATERIAL.

Para poder llevar a cabo este estudio se necesitó una aleación que presentara las siguientes características:

- 1.- Que presentará temperaturas de inicio de Transformación Martensítica, a nivel sub-cero.
- 2.- Que fuera capaz, durante el temple, de retener suficiente cantidad de austenita, cuyos cambios pudieran ser medibles al efectuar este trabajo.
- 3.- Que presentara transformación martensítica isotérmica.

El material que reúne estas características, es una aleación Fe - 10.6 Cr - 26.4Ni, el cual presenta temperatura Ms inferior a - 80°C reteniendo suficiente cantidad de austenita después de temple, y la cual se conoce que presenta transformación isotérmica.

El material fue recibido en barras de 9.52 milímetros de diámetro, del cual fueron cortadas probetas de 10 milímetros de longitud, para llevar a cabo pruebas de dureza y microdurezas y así como los tratamientos térmicos. Para llevar a cabo las pruebas de resistencia a la tracción, las probetas fueron maquinadas bajo la norma A 370 ASTM, cuyas características son presentadas en la figura 5.1<sup>(19)</sup>.

La fotografía No. 5.1. muestra el material de llegada.

## V.2. ELECCION DE LA TECNICA EXPERIMENTAL.

Para llevar a cabo la medición del avance del proceso estudiado, existen diversos métodos tales como:

Dilatometría

Resistividad Eléctrica

Micromeretría

Metalografía Cuantitativa, etc.

De las técnicas mencionadas arriba, se optó por la de la metalografía cuantitativa, que si bien no es la más exacta, es la que prácticamente se puede llevar a cabo más fácilmente, ya sea en el laboratorio o industrialmente, ya que dicha prueba se basa sólo en el conteo óptico de puntos<sup>(10)</sup>.

## V.3. DESARROLLO DE LA TECNICA EXPERIMENTAL.

### Tratamiento Térmico.

Las probetas cortadas a las dimensiones ya mencionadas, fueron primeramente austenizadas a 800°C por un periodo de media hora, templándolas después en agua a temperatura ambiente, con lo cual no se obtuvo la transformación esperada, después de esto, se hicieron intentos para lograr la transformación martensítica austenizando el material a la misma temperatura y mismo tiempo de permanencia y templándolo en un baño de alcohol saturado con hielo seco (-80°C), con lo cual no se obtuvieron resultados satisfactorios.

Se decidió entonces llevar el material a una temperatura de austenización de 1000°C, conservar el mismo tiempo de

permanencia y templar el material en un baño de nitrógeno líquido ( $-196^{\circ}\text{C}$ ), pasando las probetas a un baño de agua a temperatura ambiente antes de someterlas al tratamiento subcero.

Este tratamiento intermedio fue hecho con el objeto de retener una mayor cantidad de austenita.

Las primeras pruebas que se efectuaron, no dieron resultados positivos, debido a que el tiempo del tratamiento intermedio era demasiado grande (5 minutos), teniendo dos opciones para obtener la transformación martensítica:

- 1.- Bajar la temperatura del tratamiento subcero.
- 2.- Reducir el tiempo del tratamiento intermedio.

La opción adoptada fue la segunda. Se efectuaron varias pruebas, variando los tiempos, encontrándose que el tiempo apropiado de este tratamiento fue de tres segundos, pasando las probetas inmediatamente después al baño de temple subcero.

#### V.3.1. Tratamiento Isotérmico.

El tratamiento de temple isotérmico fue llevado a cabo de la siguiente manera: Una probeta de las mismas dimensiones que las ocupadas en el tratamiento cíclico, fue austenizada a  $1000^{\circ}\text{C}$  por un período de media hora, después del cual se efectuó un tratamiento intermedio en las mismas condiciones mencionadas anteriormente, pasando la muestra inmediatamente después al baño de temple ( $\text{N}_2$  líquido) el cual permaneció 1274 Hrs.

#### V.4. TRATAMIENTO CICLICO.

El tratamiento ciclico, por medio del cual es posible - acondicionar la austenita retenida para una subsecuente transformación a martensita ( si la temperatura no es suficiente - mente alta para provocar la transformación a bainita ), pudiendo además acelerar dicha reacción<sup>(11)</sup>, fue llevado a cabo entre el baño de acondicionamiento (alcohol saturado con hielo seco) y el baño de temple (nitrógeno líquido). El tiempo de permanencia en cada baño fue de cinco minutos.

El número de ciclos escogidos para este tratamiento fue de cinco, debido a que ha sido reportado que con esta cantidad de ciclos se obtienen los mejores resultados, en cuanto a propiedades mecánicas se refiere<sup>(12)</sup>.

#### V.5. METALOGRAFIA CUANTITATIVA.

Las muestras, después de tratamiento térmico fueron pulidas y atacadas, para lo cual se utilizó una solución de cloruro férrico acuoso<sup>(13)</sup>, realizándose después de esto la metalografía cuantitativa.

La fracción transformada de austenita, en cada ciclo, - fue determinada a 100 aumentos, contando un mínimo de 2500 - puntos por probeta, para lo cual se utilizó un microscopio - de platina invertida.

El microscopio tenía en los oculares una rejilla de 1 - cm<sup>2</sup>, dividida en 100 partes iguales, utilizándose la inter-

sección de cada línea para las determinaciones de las fases existentes (martensita y austenita retenida).

Una vez efectuado el conteo de puntos (100) en una zona preestablecida de la probeta, la platina del microscopio fue desplazado 1 mm, por medio de un tornillo micrométrico, asegurándose con esto que la nueva zona a cuantificar no fuera la misma, siguiendo este procedimiento hasta "barrer" media probeta, obteniéndose como se dijo anteriormente, 2500 puntos por muestra.

Las mediciones fueron hechas por duplicado en los cinco ciclos y en la probeta tratada isotérmicamente.

Antes de realizar las pruebas definitivas, en un intento para tener una mejor imagen de las fases existentes, se llevó a cabo el recubrimiento de las probetas con cobre.

Con este método, la martensita, debido a su mayor potencial, se recubre de cobre, al meter la muestra en una solución de sulfato de cobre<sup>(13)</sup>, dando con esto un mayor contraste con la austenita retenida. Este método fue desechado, debido a las dificultades en el control en el tiempo de cobrizado, la austenita retenida en ocasiones se cubría también con cobre, provocando errores de gran consideración al momento de efectuar la metalografía cuantitativa.



## V.6. DUREZAS.

### V.6.1. Microdureza.

Para este tipo de pruebas se utilizó un microdureómetro Leitz, con una carga de 505 gramos, fueron efectuadas pruebas en todas las probetas cicladadas, así como en la probeta en que se efectuó el tratamiento isotérmico, tomándose en cada caso un promedio de 11 mediciones, con las cuales se "buzca" el diámetro de la muestra.

Para llevar a cabo estas pruebas, las probetas fueron pulidas y las mediciones efectuadas sin ataque, ya que si este se llevaba a cabo, no se podía distinguir con precisión la huella dejada por el penetrador.

### V.6.2. Dureza. Rockwell B.

Después de que se efectuaron las pruebas de microdureza, se llevaron a cabo pruebas de dureza Rb, para lo cual las probetas fueron pulidas nuevamente, con el objeto de quitar las huellas del penetrador vickers.

Estas mediciones fueron efectuadas a lo largo del diámetro de las muestras y en todas ellas.

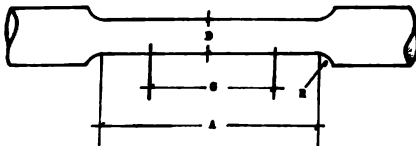
## V.7. RESISTENCIA A LA TRACCION.

Como se mencionó anteriormente, las probetas para resistencia a la tracción fueron maquinadas bajo la norma A 370 - ASTM (Fig. 5.1).

Las probetas fueron sometidas al mismo tratamiento tér-

mico empleado anteriormente, conservando: temperatura de austenización = 1000°C, tiempo de permanencia (media hora), tratamiento intermedio a 25°C por tres segundos y ciclajes entre nitrógeno líquido y alcohol + hiale seco con tiempos de permanencia en cada uno de cinco minutos.

Para llevar a cabo estas pruebas se utilizó una máquina INSTRON de 10 toneladas de capacidad, las pruebas fueron realizadas en un tiempo máximo de cinco minutos después de que salían de su último tratamiento cíclico.



Diámetro nominal	6.25 mm
Diámetro (D)	$6.25 \pm 0.12$ mm
Longitud de trabajo (G)	$25 \pm 0.10$ mm
Radio del fillet	5 mm
Longitud de la sección reducida	32 mm

Figura 5.1.- Esquema y dimensiones de las probetas para ensayo de tracción, bajo la norma 1370 A.S.T.M.



Fotografía 5.1.- Aleación Fe-10.6% Cr- 26.44% Ni en estado de llegada (500x).

C A P I T U L O   V I

RESULTADOS

## VI.1. TRANSFORMACION ISOTERMICA.

Como se mencionó anteriormente, esta transformación fue llevada a cabo a temperaturas de nitrógeno líquido (-190 °C) por un tiempo de 1224 hrs.

Los resultados obtenidos de la metalografía cuantitativa y durezas (durezas Vickers y Rb) son mostrados en la Tabla 6.1., así como en la fotografía 6.1.

METALOGRAFIA CUANTITATIVA	e'	V <sub>ret.</sub>
	90.00	10.00%
Durezas		
Dureza Vickers	221	
Dureza Rb	90	

Tabla 6.1.- Resultados obtenidos en la transformación martensítica isotérmica.

## VI.2. TRANSFORMACION CICLICA.

### VI.2.1. Metalografía Cuantitativa.

Los resultados obtenidos en el análisis metalográfico cuantitativo del material son mostrados en la gráfica 6.1., en la tabla 6.2 y en las fotografías Nos. 6.2., 6.3., 6.4., 6.5 y 6.6.

Se puede encontrar un aumento en la cantidad de martensita hasta el tercer ciclo, observándose un decremento de 3% y 7% en el cuarto y quinto ciclo, con respecto al tercer ciclo.

Consecuentemente, la cantidad de austenita retenida disminuye hasta el tercer ciclo para posteriormente aumentar en el cuarto y quinto ciclo.

El aumento de la cantidad de austenita retenida, observado en el cuarto y quinto ciclo, indicaría una reversibilidad de la reacción  $\gamma \rightarrow \alpha'$ , dicha reversibilidad no puede ser posible, debido a que como se ha explicado anteriormente, las temperaturas entre las cuales estamos ciclando (-195 y -80), serían bajas para poder lograr dicha transformación.

La forma de explicar este comportamiento anómalo desde el punto de vista metalográfico es el siguiente; a medida que se van efectuando los ciclajes la martensita original y la martensita obtenida durante cada ciclo se van reviniendo, y por lo tanto al observarla al microscopio se oscurecen progresivamente, quedando al final del tratamiento cíclico una gama de tonalidades que van desde el negro de la martensita formada primeramente hasta el amarillo claro de la austenita. Así la posibilidad de enmascaramiento entre las diferentes estructuras presentes es más fuerte al final del proceso, y esto, provocará una apariencia muy similar al microscopio, entre la austenita retenida y la martensita obtenida en los últimos ciclos, lo cual puede introducir un error en la determinación de la cantidad de austenita retenida en estos últimos ciclos.

VI.2.2. Dureza.

VI.2.2.1. Microdureza.

Los resultados de esta prueba son mostrados en la gráfica

figura 6.2. y en la tabla 6.3. Se puede observar la carencia de una relación de comportamiento racional, debido a que los resultados no concuerdan con los obtenidos en la metalografía cuantitativa.

Debido a que como se explicó en el capítulo V, estas pruebas fueron realizadas sobre especímenes sin ataque, lo cual impide observar el microconstituyente sobre el cual se toma la dureza. Por otra parte, el efecto de partición de la austenita retenida durante la transformación martensítica hace que las placas de martensita formadas durante cada ciclo sean cada vez de menor tamaño; esto puede ocasionar que al momento de tomar la dureza, la huella pueda caer sobre interfaces entre martensita obtenida en diferentes ciclos, en interfaces austenita retenida - martensita y en la misma austenita retenida, lo cual ocasiona la discrepancia mencionada anteriormente.

Por estas razones, esta prueba fue considerada como no representativa de la dureza obtenida al llevar a cabo este tratamiento.

#### VI.2.2.2. Dureza.

La gráfica 6.3 y la tabla 6.4 muestran los resultados obtenidos de esta prueba.

Se puede observar que existe un incremento de dureza hasta el tercer ciclo, después del cual la dureza decrece ligeramente en el cuarto y quinto ciclos.

Esta prueba arroja resultados más acordes con los obte-

nidos en la metalografía cuantitativa. El de que el tamaño de huella en este tipo de prueba es mayor que en el ensayo Vickers, elimina el error involucrado debido a la mezcla de estructuras obtenida durante el tratamiento cíclico del material.

En una sección posterior se profundizará en el análisis de estos resultados.

#### VI.2.3. Resistencia a la Tracción.

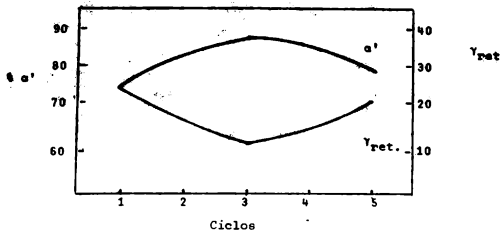
Los resultados de este ensayo son mostrados en las gráficas 6.4, 6.5 y 6.6 y en la tabla 6.5.

Se puede observar que como en el caso de las durezas Rb, la resistencia a la tracción es incrementada hasta el tercer ciclo, mostrándose de nuevo un decremento en el cuarto y quinto ciclos.

Estos resultados concuerdan bien con los encontrados en las determinaciones de dureza y metalografía cuantitativa.

En la siguiente sección se dará una explicación más detallada de los resultados obtenidos en la metalografía cuantitativa, dureza Rockwell B y resistencia a la tracción.

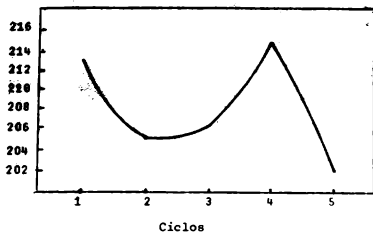




Gráfica 6.1.- Variación de la cantidad de  $a'$  y  $Y_{ret}$  durante los ciclajes entre  $N_2$  líquido y  $CO_2 + Alcohol$ .

TABLA 6.2.  
CANTIDAD DE  $a'$  Y  $Y_{ret}$  EN CADA CICLO.

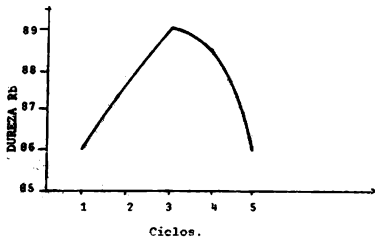
	CICLOS				
	1	2	3	4	5
$a'$	75	81	88	85	80
$Y_{ret}$	25	19	12	15	20



Gráfica 6.2.- Dureza Vickers contra ciclos.

Tabla 6.3.- Resultados obtenidos de las pruebas de dureza Vickers por cada ciclo.

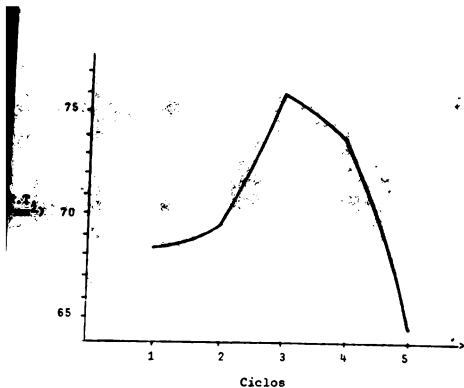
	Ciclos				
	1	2	3	4	5
Dureza Vickers	213	205	206	215	202



Gráfica 63.- Dureza Rb contra ciclos.

CICLOS

	1	2	3	4	5
Dureza Rb.	86	87	89	88.5	86



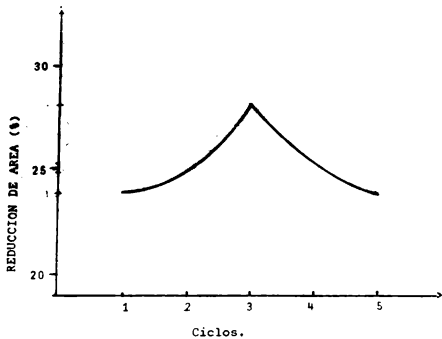
Gráfica 6.4.- Variación de la resistencia a la tracción por ciclos.

TABLA 6.5

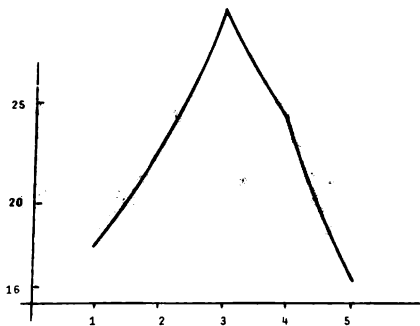
RESULTADOS OBTENIDOS DE LAS PRUEBAS DE RESISTENCIA A LA TRACCION POR CICLOS

CICLOS

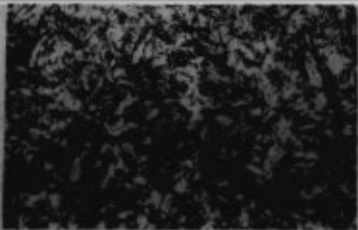
	1	2	3	4	5
R.T. (Kg/mm <sup>2</sup> )	68.46	69.47	75.96	73.75	64.59
Reducción de Area (%)	23.80	24.91	27.02	25.39	23.61
Carga de ruptura (Kg)	1090	1090	1090	1687.5	1525.0
Alargamiento (%)	12.1	14.7	15.1	26.3	16.12



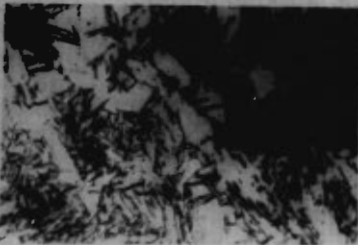
Gráfica 6.5.- Variación del % de reducción de area  
contra ciclos.



Gráfica 6.6.- Variación del % de alargamiento por ciclos.



Fotografía 6.1.- Cantidad de martensita formada por -  
transformación isotérmica (100x y 400x).

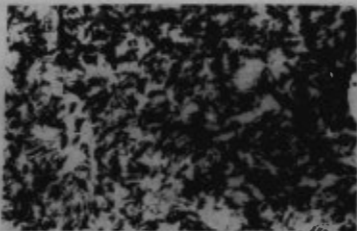




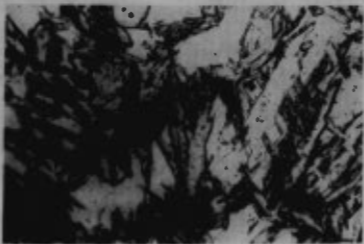
Fotografía 6.2.- Cantidad de Martensita formada en el primer ciclo (100x y 400x).





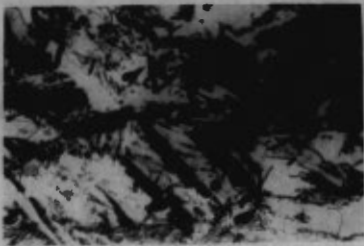


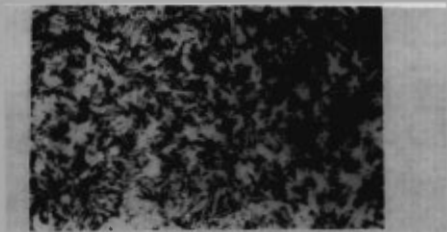
Fotografía 6.3.- Cantidad de Martensita formada en el segundo ciclo (100x y 400x).



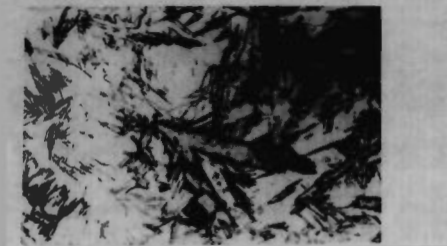


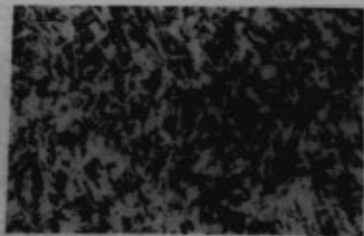
Fotografía 6.4.- Cantidad de Martensita formada en el ter  
cer ciclo (100x y 400x).





Fotografía 6.6.- Cantidad de Martensita formada en el quinto ciclo (100x y 400x).





Fotografía 6.5.- Cantidad de Martensita formada en el cuarto ciclo (100x y 400x).



C A P I T U L O   V I I

DISCUSION

Primeramente se debe mencionar que el material utilizado en este trabajo transforma martensíticamente, después de un tratamiento intermedio, a temperatura subcero (-196°C).

En otros trabajos se ha encontrado que pueden, en ciertas aleaciones, estar asociados dos tipos de cinética de transformación austenita-martensita.

Sin embargo, se ha encontrado una explicación totalmente satisfactoria, pero las teorías más avanzadas permiten una posible explicación.

Kauffman y Cohen<sup>(44)</sup>, han desarrollado un módulo de nucleación, el cual indica que los elementos de aleación tienen una marcada influencia en la temperatura de transformación martensítica explosiva (burst), denominada  $M_d$ , dicha influencia puede ser explicada si se asume un incremento en el tamaño de los núcleos, a medida que elementos como el níquel aumentan en la aleación.

Por otra parte se ha encontrado que para aleaciones que transforman isotérmicamente el problema de nucleación está definido, considerándose un tamaño de núcleo constante<sup>(45)</sup>.

Pati y Cohen<sup>(46)</sup> han encontrado, que así como en la nucleación existe una relación a fuerza impulsora, la cual para la transformación explosiva es baja, mientras que para la transformación isotérmica es alta, por lo tanto es más factible que ocurra la transformación explosiva, o en su defecto que ocurra primero.

Magee<sup>(87)</sup> ha dado una posible explicación a dichas diferencias, considerando dos comportamientos diferentes, uno a bajas temperaturas, donde la difusión de carbono es prácticamente como, y otro a temperaturas donde existe cierta movilidad de los átomos de carbono.

Cuando existe movilidad puede ocurrir la estabilización, la cual de acuerdo a los modelos de Kirkman y Shyne<sup>(88)</sup>, ocurre por la inmovilización de la interfase  $\gamma' - \alpha'$  por átomos intersticiales, así mismo, los autores<sup>(89)</sup> han determinado que a temperaturas menores de  $-60^{\circ}\text{C}$  no existe estabilización, siendo esto debido a la carencia de movilidad atómica, por lo tanto, la transformación isotérmica observada puede ser debida a efectos de nucleación, los cuales a tan baja temperatura deben proceder a una velocidad muy baja, la cual a medida que los sitios disminuyen, se irá haciendo más lenta.

Por otra parte se pudo comprobar que al llevar a cabo el tratamiento cíclico, la transformación de austenita retenida a martensita fue incrementada, lo cual nos indica que durante el tiempo que el material está a la temperatura más alta del ciclo, existe cierta movilidad atómica, la cual permite quitar el anclaje de las interfases  $\gamma - \alpha'$  acelerando con esto la reacción. La temperatura del tratamiento debe de ser lo suficientemente baja como para no permitir la estabilización, pues si ésta existiera no se podría lograr la subsecuente transformación, o bien, se necesitarían temperaturas abajo de  $-196^{\circ}\text{C}$ .

También se ha encontrado, que el campo de esfuerzos asociados a la austenita retenida es mayor que el asociado a la austenita original, consecuentemente la martensita formada por ciclaje a partir de esta austenita retenida, provocará un aumento en la resistencia del material, así como en la dureza.

Krauss y Cohen<sup>(22)</sup> encontraron en aleaciones Fe-Ni que la resistencia a la tracción después de un ciclo térmico es incrementada 2.5 veces y 2.8 veces después de cinco ciclos.

Lo expuesto anteriormente concuerda, en nuestro caso, con el aumento en propiedades mecánicas como son dureza y resistencia a la tracción hasta el tercer ciclo (Tabla 6.1).

Para poder explicar el abatimiento en propiedades mecánicas en el cuarto y quinto ciclo, nos podemos basar en estudios hechos por Yershova y Bogachen<sup>(23)</sup> los cuales han demostrado que cuando se lleva a cabo un tratamiento cíclico en aleaciones Fe-Mn-C, la transformación de la austenita no ocurre a la martensita tetragonal ( $\alpha'$ ), sino que la estructura obtenida consiste de una martensita H.C.P. denominada martensita epsilon ( $\epsilon$ ), la cual presenta propiedades físicas diferentes a la martensita tetragonal. Ellos encontraron que cuando son llevados a cabo ciclos entre  $\gamma$  y  $\epsilon$ , la cantidad de  $\epsilon$  incrementa, siendo acompañada por un incremento en dureza hasta cuatro ciclos, posteriores repeticiones causan una marcada estabilización en la austenita y decrece la cantidad de martensita  $\epsilon$ , lo cual da como resultado un decremento en dureza.

Dichos estudios también mostraron que el fenómeno de  $\epsilon$



tabilización es incrementado por la adición, ya sea de Cr 6 Ni<sup>(10)</sup> ó Mo 6 W<sup>(11)</sup>.

Basándonos en lo anteriormente expuesto y debido a que la aleación con la que estamos trabajando es básicamente Fe-Ni-Cr, podemos decir que se está presentando en nuestro caso un fenómeno similar a partir del cuarto ciclo, sin embargo - podríamos decir que el decremento observado en las propiedades mecánicas (dureza y resistencia a la tracción), es debido a una transformación de la martensita  $\epsilon$  a una martensita con diferente estructura cristalográfica como la martensita  $\alpha'$ , la cual en este sistema presenta, por ser una estructura más estable menores propiedades mecánicas.

Por otra parte, si observamos los resultados obtenidos en las probetas cicladas (tabla 6.2) y los comparamos con los obtenidos en el tratamiento isotérmico (tabla 6.1), podemos ver que daré este último tratamiento, se utilizaron 1224 hrs. para tener una transformación de 15%, mientras que con los ciclajes podemos llegar a una cantidad de transformación muy cercana (13%) en solo 30 minutos, pudiendo concluir con esto que el tratamiento cíclico es bastante efectivo, dentro de las temperaturas adecuadas, para poder acelerar la transformación martensítica, redundando todo esto en un ahorro de tiempo y dinero.

## CONCLUSIONES

- 1.- Ha sido establecido que en aleaciones Fe-Ni-Cr, la transformación austenita retenida + martensita puede ser lograda llevando a cabo tratamientos térmicos cíclico en un rango - adecuado de temperatura.
- 2.- El tratamiento cíclico produce una cantidad muy aproxima da de martensita que la lograda por tratamiento isotérmico.
- 3.- La transformación isotérmica en este tipo de aleaciones existe y puede ser acelerada considerablemente por tratamiento cíclico.

## REFERENCIAS

- 1.- E.R. Petty, "Martensite", Ed. Longman, 1970.
- 2.- E. A. Martínez, Tesis Doctoral, Universidad de Sheffield, Inglaterra, 1979.
- 3.- F.W. An Investigation of the Quench Aging Process in Iron, Department of Metallurgy, Technical University, - Denmark, 1967.
- 4.- M.G.H. Wells: Acta Met. 1964 Vol. 12 pp. 389 - 99.
- 5.- G. Kurdjumov and Lyssak "The Application of Single Crystals to the Study of Tempered Martensite", Journal, - Iron and Steel Institute, vol. 156 1947 p 29.
- 6.- G. Kurdjumov and Lyssak "Kinetics of the Primary Stage of Martensite Decomposition", Journal of Technical Physics, Vol. 19, 1949, p. 525.
- 7.- G. Folke "Tempering of Martensite in Iron-Carbon Alloys", M.I.T. Thesis. Department of Metallurgy, Massachusetts Institute of Technology, 1952.
- 8.- R.D. Heidenreich, L. Sturkey and H.L. Woods "Investigation of Secondary Phases by Electron Diffraction and - The Electron Microscope", Journal of Applied Physics, vol. 7 1946, p 127.
- 9.- E.A. Calnan and C.J.B. Clews, Discussion to References 4 and 14 Journal, Iron and Steel Institute, vol. 170, - march 1952, p 252.
- 10.- L.J. Hofer "A Study of Iron Carbides", Physical Chemistry Section, Synthetic Fuels Research Branch Progress -

Report N°1, April to June 1952, Thermomagnetic Analysis by E.M. Cohn and L.J.E. Hofer Supported by U.S. Air Force Under Project N°52 670 A - 270.

- 11.- J. Crangle and W. Sucksmith "Magnetic Analysis of Iron Carbon Alloys - The Tempering of Martensite and Retained Austenite", Journal, Iron and Steel Institute, Vol. 168, June 1951 p. 141.
- 12.- W.J. Barnett and A.R. Troiano "The Effect of Grain Size on the Martensite Transformations", Metals Technology, - August 1948.
- 13.- M. Cohen "Retained Austenite", Transactions of the ASTM, vol 41 1949.
- 14.- W.J. Harris and M. Cohen "Stabilization of the Austenite-Martensite Transformation" Metals Technology T.P. 2446, September 1948.
- 15.- S.A. Kulin Unpublished Research at Massachusetts Institute of Technology, Under ONR Contract N5 ORI-07814, - 1948.
- 16.- B. L. Averbach and M. Cohen "X-Ray Determination of Retained Austenite by Integrated Intensities" Metals Technology, February, 1948.
- 17.- J. Philiber and C. Crussard C.R. SCI Paris 239, 1493 - (1954).
- 18.- S.C. Cloyer, J. Iron Steel Institute, 200, 102 (1962).
- 19.- K.P. Finsman and J.C. Shine, Acta Met, 14 1063 (1966)  
11, 1123, (1967).
- 20.- S. Takeuchi and H. Suzuki Sci. (Tohoku Univ) A2, 43 (1960).

- 21.- A.S. Sastri and D.R.F. West, J. Iron Steel Inst. 203, 138 (1965).
- 22.- A. Matsuda, M. Kumura and K. Nakajima, Japan Inst. Metals, Fall Meeting p 210 (1970).
- 23.- M. Okamoto and R. Odaka J. Jpn Inst. Met. 18 181 (1963).
- 24.- M. Izumiya Sci. Rep. Irtu (Tohoku Univ). 14, 11 (1962).
- 25.- E.G. Ramchandran and C. Dasarathy, Acta Met, 8, 274, - 566 (1960).
- 26.- O.P. Maksimova and V.V. Nemirovskiy, Dokl. Acad Nauk - SSSR, 177 N°1, p 81 (1967).
- 27.- R.N. Messler, Jr. G.S. Anselland and V.I. Lizunov Trans ASM 62, 362 (1969).
- 28.- S.R. Thomas and G. Krauss Trans AIME 239, 1136 (1967).
- 29.- J.A. Mathews, Almer Suc Steel Treat. 8 565 (1925).
- 30.- G. Krauss, Jr. and M. Cohen, Trans AIME 224, 1212 (1962), 227-278 (1963).
- 31.- M. Kondo and T. Hachisuka J. Jpn Inst. Met. 21, 227 (1957).
- 32.- J. Philibert, C.R. Acad Sci Paris 240 529 (1955).
- 33.- H. Sato and N. Uchida J. Jpn Inst. Met. 36 779 (1972).
- 34.- G. Wasserman, Arch. EisenHüttenwes, 6, 347 (1933).
- 35.- L.S. Yerzhova and I.N. Bogachev, Fil Met, Metalloved, 13, 300 (1962).
- 36.- H. Schumann and F. Heider 2. Metallks 56, 165 (1963).
- 37.- R. Sn. Shklynar U.T. Yegolayev, C.D. Chumakova, L.S. Malinov, U.D. Solovey. and V.B. Vikhodets. Fiz. Met, Metalloved, 20, 908 (1967).

- 38.- R. Shlyyor, V.F. Yegolayev, L.D. Chumakova, L.S. Malinov and V.D. Solovey, Fiz Met, Metalloved 21, 235 (1980).
- 39.- Annual Book of ASTM Standards (Steel - Plates, Sheet, - Strip, Wire, Metallic Coated Products) Part 3, 1977.
- 40.- F.B. Pickering. "The Basis of Quantitative Metallography", Institute of Metallurgical Technicians Monograph N°1 - 1978.
- 41.- R. Bröck "The physical Properties of Martensite and - Bainite, Iron and Steel Institute, Spec, Rep. 93, 165.
- 42.- G.L. Khell "The Principles of Metallographic Laboratory Practice, Appendix, p. 413, (1949).
- 43.- E.J. Klimex "A Metallographic Method for Measuring of - Retained Austenite" Metals Engineering, Quarterly, Vol. 15 N°1, February p. 55, (1975).
- 44.- L. Kauffman y M. Cohen. Progr. Met. Phys. 1958, 7, 165.
- 45)(13).- A.R. Entwisle - Metallurgical Transactions 1971, - 2, 2395.
- 46)(14).- S.R. Pati y M. Cohen - Acta Met. 1969, 17, 189.
- 47)(15).- C.L. Magie: Phase transformations ASM 1970, 115.
- 48)(8).- K. R. Kinsman y S.C. Shyne: Acta met, 1967, 15, 1527.
- 49)(9).- K.R. Kinsman y J.C. Shyne: Acta Met, 1966, 14, 1063.