



UNIVERSIDAD NACIONAL DE COLOMBIA

Influencia del tratamiento térmico sobre la evolución de los carburos y los precipitados de borde de grano en el acero 5160H

Willfrand Perez Urbano

Universidad Nacional de Colombia
Facultad de Minas, Escuela de Materiales y Procesos
Medellín, Colombia

2012

Influencia del tratamiento térmico sobre la evolución de los carburos y los precipitados de borde de grano en el acero 5160H

Willfrand Perez Urbano

Tesis de investigación presentada como requisito parcial para optar al título de:

Doctor en Ingeniería – Ciencia y Tecnología de los Materiales

Director:

Ph. D. Jhon Jairo Olaya Flórez

Codirector:

Ph. D. Bernardo Hernández Morales

Línea de Investigación:

Metalurgia

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Minas, Escuela de Materiales y Procesos

Medellín, Colombia

2012

*“Cuando la sabiduría entrare en tu corazón,
y la ciencia fuere grata a tu alma,
la discreción te guardará; te preservará la
inteligencia, para librarte del mal camino...”*

*“El temor de Jehová es el principio de la
sabiduría, y el conocimiento del Santísimo es
la inteligencia”*

Proverbios 2:10-12 y Proverbios 9:10

A Dios.

A mis padres.

*A la memoria de mi abuela Elisa, tu partida
causa dolor pero dejaste la más grande
enseñanza: amor*

A mi abuela Soledad

A Magali

A toda mi familia

Y todos los que creyeron en mí

Agradecimientos

A Dios por darme todo.

A mis abuelas, padres, hermanos, tíos, tías y toda mi familia, por su amor, apoyo, sacrificio, comprensión, dedicación y compañía.

A Magali, tu amor y entrega hicieron posible este logro.

Al Doctor Jhon Jairo Olaya Flórez director de este trabajo por su amistad, asesoría, dirección y por creer en mí en un momento crucial de mi vida.

Al Doctor Alfonso Devia Cubillos (q.e.p.d) por brindarme aprecio, educación, apoyo y por permitirme trabajar en el Laboratorio de Física del Plasma de Universidad Nacional de Colombia sede Manizales.

Al Doctor Bernardo Hernández Morales por permitirme trabajar en laboratorio de Tratamientos Térmicos del Departamento de Ingeniería Metalúrgica - UNAM. Además por su calidez, sencillez, conocimientos, dirección y por abrirme las puertas de su hogar y su familia. El cariño de Ustedes fue fundamental durante nuestra estancia en México.

A la Empresa Industrias Metálicas Asociadas – IMAL S. A, por todos los aportes entregados a este trabajo y por permitir el vínculo Empresa-Universidad.

Al Doctor Jesús Ángel Arenas Alatorre Director del Laboratorio Central de Microscopia del Instituto de Física – UNAM, por permitirme trabajar en su laboratorio, por su afecto y dedicación. Su apoyo fue trascendental para el desarrollo de este trabajo.

A Mario, Roberto, Diego, Álvaro, Verónica, Samuel personal técnico, administrativo y estudiantes del Laboratorio Central de Microscopia del Instituto de Física – UNAM por toda su colaboración y aprecio.

Al M.Sc. Edgar Espejo director del Laboratorio de Tratamientos Térmicos y Metalografía de la Universidad Nacional de Colombia, por su colaboración y asesoría.

Al Ing. Julio Martin Toro Echeverri director del Laboratorio de Ensayos Mecánicos y Deformación Plástica de la Universidad Nacional de Colombia, por ayudar con los equipos y personal.

A Dery Corredor por sus aportes durante el trabajo del Laboratorio de Microscopía Electrónica de Transmisión (LABTEM) de la Universidad Nacional de Colombia.

Al Ph. D. David K. Matlock director del Advanced Steel Processing and Products Research Center (ASPPRC) de Colorado School of Mines, por sus valiosísimos aportes científicos y literarios.

Al Departamento Administrativo de Ciencia, Tecnología e Innovación, COLCIENCIAS, por los aportes a través del programa “Apoyo a la Comunidad Científica Nacional a través de los Programas de Doctorados Nacionales” año 2006.

A mis compañeros y amigos Diana Maritza, Diego, Fabio, Oscar, su amistad, cariño, colaboración y apoyo fue absoluto e importante en el proceso de este trabajo.

A todos las demás personas que colaboraron y/o aportaron tiempo para el desarrollo de este trabajo de doctorado y que por cuestiones de espacio no las puedo mencionar. Por su dedicación, esfuerzo, voz de aliento y amistad muchas gracias.

Resumen

El objetivo de este trabajo es investigar el efecto de las condiciones del tratamiento térmico de temple y revenido sobre la evolución de los precipitados de borde de grano y la relación de este cambio con las propiedades mecánicas del acero 5160H. Para alcanzar este logro, se ejecutaron tratamientos térmicos de temple utilizando tres temperaturas de austenización cinco tiempos de sostenimiento y tres medios de enfriamiento. Posteriormente se realizaron tratamientos de revenido utilizando cinco temperaturas. Se efectuaron medidas de dureza, tenacidad y resistencia máxima. La composición química se estudió usando espectroscopia de emisión óptica (OES), la microestructura por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM) y los precipitados mediante microscopía electrónica de transmisión (TEM).

Los resultados muestran la presencia de precipitados de cementita, silicio, aluminio y precipitados complejos que contienen elementos microaleantes (Nb, Ti, V). La diferencia en la composición química, el incremento de la temperatura de austenización de 850°C a 1000°C y el incremento del tiempo de sostenimiento de 5 a 30 minutos modificaron la cantidad, el tamaño la morfología y las fases de los precipitados de borde de grano durante el proceso térmico. Las mejores propiedades mecánicas se obtuvieron en la aleación que tiene bajo contenido de elementos microaleantes combinado con la mayor temperatura de austenización de 1000°C y el mayor tiempo de sostenimiento de 30 minutos durante el proceso de temple. Los resultados obtenidos con respecto a la temperatura de revenido son los típicos de los aceros de baja aleación y alto carbono.

Palabras clave: acero 5160H, tratamientos térmicos, propiedades mecánicas, precipitados, TEM.

Abstract

The objective of this work is to investigate the effect of heat treatment conditions of quenching and tempering on the evolution of grain boundary precipitates and the relationship of this change to the mechanical properties of steel 5160H. Quenching heat treatments were carried out using three austenitizing temperatures, five holding times and three quenchants. Subsequently tempering treatments were conducted using five temperatures. Hardness, toughness and tensile strength measurements were made. The chemical composition was studied using optical emission spectroscopy (OES), the microstructure using scanning electron microscopy (SEM) and grain boundaries precipitates by transmission electron microscopy (TEM).

The results showed the presence of cementite, silicon, aluminum and complex precipitates containing microalloying elements (Nb, Ti, V). The difference in chemical composition, increasing austenitizing temperature from 850°C to 1000°C and increasing the holding time from 5 to 30 minutes modified the amount, size, morphology and phase of the grain boundaries precipitates during heat treatments. The best mechanical properties were obtained in the alloy having low content of microalloying elements combined with higher austenitizing temperature of 1000°C and greater holding time of 30 minutes during the quenching process. The results achieved with respect to the tempering process were typical of low alloy and high carbon steels.

Keywords: 5160H steel, heat treatments, mechanical properties, precipitates, TEM.

Contenido

	Pág.
Resumen	IX
Lista de figuras.....	XIII
Lista de tablas	XX
Introducción	1
Información general	1
Objetivos	4
1. Marco teórico	7
1.1 Mecanismos de fractura intergranular.....	7
1.1.1 Fragilización por Revenido Reversible (RTE)	7
1.1.2 Fragilización por martensita revenida (TME)	10
1.1.3 Fragilización por temple (QE).....	12
1.2 Mecanismos de segregación	15
1.2.1 Segregación en equilibrio de los bordes de grano	15
1.2.2 Cosegregación en los borde de grano	16
1.2.3 Segregación fuera de equilibrio.....	18
1.3 Efectos de los aleantes y la microestructura sobre la fragilización por temple	20
1.3.1 Aluminio.....	20
1.3.2 Boro.....	22
1.3.3 Carbono.....	25
1.3.4 Fósforo	26
1.3.5 Tamaño de grano	27
1.4 Sistema de clasificación morfológica de Dubé.....	29
1.4.1 Cinética de crecimiento de la cementita alotriomorfa.....	30
1.5 Modelamiento del campo térmico	38
1.6 Estado del arte	39
2. Desarrollo experimental	45
2.1 Material	45
2.1.1 Análisis de la composición química del material	46
2.2 Tratamiento térmico	48
2.3 Modelamiento del campo térmico	50
2.4 Ensayos de dureza	55
2.5 Ensayos de tensión.....	56
2.6 Ensayos de tenacidad.....	56
2.7 Análisis mediante microscopía.....	58

2.7.1	Microscopía óptica	58
2.7.2	Microscopía electrónica de barrido	59
2.7.3	Microscopía electrónica de transmisión	60
2.8	Final	66
3.	Resultados y discusión.....	67
3.1	Tratamiento térmico	67
3.2	Análisis microestructural	71
3.2.1	Análisis microestructural después del temple	72
3.2.2	Análisis microestructural después del revenido	81
3.3	Propiedades mecánicas.....	83
3.3.1	Dureza.....	83
3.3.2	Tenacidad	91
3.3.3	Tensión	103
3.4	Modelamiento del campo térmico	109
3.5	Análisis mediante microscopía electrónica de transmisión.....	119
3.5.1	Microestructura	119
3.5.2	Precipitados de borde de grano	122
3.6	Resumen de los resultados y discusión.....	158
4.	Conclusiones	165
A.	Anexo: Resultados académicos.....	167
	Bibliografía	169

Lista de figuras

	Pág.
Figura 1-1: Representación esquemática de los efectos de la fragilización por revenido sobre la energía de impacto de Charpy en entalla V como una función de la temperatura de revenido.....	8
Figura 1-2: Energía de impacto Charpy a temperatura ambiente como función de la temperatura de revenido y del contenido de fósforo, en % peso, para el acero 4340 templado y revenido una hora a las temperaturas que se muestran [20].	11
Figura 1-3: Dibujo esquemático que muestra las características destacadas de las microestructuras martensíticas de baja tenacidad de temple (LTT) como una función de la temperatura de revenido y la composición de carbono del acero [33]. En esta figura se limitan las regiones donde ocurren los diferentes fenómenos de fragilización y las condiciones que las propician (a, b y c) en los aceros LTT de alto carbono.	13
Figura 1-4: Mapa de modo de fractura como función de la concentración de carbono y la concentración volumétrica de fósforo [32]......	14
Figura 1-5: Representación esquemática del fenómeno de fragilización por temple [34]. BG= Borde de grano, P = Fósforo.	14
Figura 1-6: Una comparación de los efectos de la temperatura de recocido sobre el crecimiento del grano en los aceros de carbono (franja rayada) y en aceros aleados con aluminio (línea continua) para un tiempo de tratamiento de una hora [61]......	21
Figura 1-7: Relación entre la energía de Charpy en entalla V y la fracción de aparición de fractura intergranular de los especímenes templados desde 1100°C y revenidos a 350°C. Las leyendas que indican composición: AF-0.027P; AFB-0.026P, 0.0017B; MF-0.013P; MFB-0.013P, 0.0014; BF-0.002P; BFB-0.002P, 0.0015B [70].	23
Figura 1-8: Representación esquemática del efecto de la segregación del boro y del fósforo sobre los estados de enlace en los bordes de grano del hierro. Las flechas rojas representan el plano del borde de grano. Las líneas dobles, simples y discontinuas representan enlaces fuertes, normales y débiles entre átomos, respectivamente. (a) Borde de grano en el hierro puro, (b) borde de grano en la aleación Fe-B, y (c) borde de grano en la aleación Fe-P [71].	24
Figura 1-9: Variación del porcentaje de fractura intergranular con la concentración volumétrica de carbono en Fe-0.17P recocido a 600°C [74].	25
Figura 1-10: Sección isotérmica a 950°C para el sistema de fase ternario Fe-P-C [82]......	27
Figura 1-11: Promedio del espesor de la película de cementita medido como una función del contenido de P para tiempos de sostenimiento de 10 (círculos) y 60 (cuadrados) minutos a 750°C en un acero 52100 [77].	28

Figura 1-12: Efecto del tamaño de grano austenítico sobre la temperatura de transición de los aceros Ni-Cr dopados con P o Sn, los cuales tenían dureza constante y concentración de dopante intergranular fija [83].	29
Figura 1-13: El sistema de clasificación morfológico de Dubé. (a) bordes de grano alotriomorfos, (b) placas laterales de Widmanstätten, (c) diente de sierra Widmanstätten, (d) idiomorfos, (e) Widmanstätten intragranular y (f) estructuras masivas [84].	31
Figura 1-14: Esquema del perfil de concentración a través de un borde de cementita migrando por difusión volumétrica. El campo de difusión del carbono se define por medio de la distancia desde la interface cementita/austenita hasta el punto donde la concentración de carbono alcanza la concentración volumétrica de carbono.	32
Figura 1-15: La mitad del espesor de las películas de cementita calculada (líneas sólidas) y experimental (franja cruzada) como una función del tiempo de reacción a 800°C para un acero 1.2%C, 0.91%Mn, 0.23%Si con diferentes tamaños de grano [85].	34
Figura 1-16: Crecimiento de la cementita simulado el cual muestra los efectos del tamaño de grano sobre la cinética del crecimiento de los alotriomorfos de cementita de acuerdo al modelo esférico [87].	37
Figura 1-17: Imagen de TEM que ilustra la dispersión de las partículas de cementita en las interfaces de las cintas o placas de ferrita (antes martensita), después de un recocido de 30 min a 680°C en un acero de medio carbono [94].	40
Figura 1-18: Micrografía TEM de campo brillante de un acero C3B revenido a 755°K. Se observan partículas de cementita (señaladas por las flechas) en medio de una alta densidad de dislocaciones [95].	41
Figura 1-19: Imágenes TEM de campo brillante las cuales muestran (a) un precipitado de cementita de borde de grano ubicado una triple unión de granos austenita (señalados por la flecha) en una muestra preparada utilizando una técnica de electropulido convencional (650°C por 2 s) y (b) un precipitado de borde de grano en un espécimen TEM preparado por ataque fuerte (650°C por 1 s) [96].	42
Figura 1-20: Imágenes TEM que muestran la evolución del estado de precipitación durante el laminado en caliente. “Td” = temperatura de la última deformación aplicada y “Tq” = temperatura de temple. (a) Td = Tq = 1075°C; (b) precipitados gruesos y finos, Td = 1075°C, Tq = 870°C; (c) detalle que muestra los precipitados más finos, Td = 1075°C, Tq = 870°C; (d) precipitados gruesos y finos, Td = Tq = 810°C [107].	43
Figura 1-21: Superficies de fractura intergranular del acero 5160H en donde se muestran las regiones de escalones paralelos que se correlacionan a la morfología de las interfaces cementita/austenita. (a) Escalones paralelos ubicados a un lado de un borde de grano y (b) escalones paralelos ubicados en una región maclada de borde de grano. Micrografías SEM [121].	44
Figura 2-1: Diagrama del montaje experimental utilizado para el tratamiento térmico de temple en el lecho fluidizado. 1) horno, 2) reactor de lecho fluidizado, 3) ducto de aire, 4) compresor, 5) estructura para desplazar el soporte, 6) soporte para la sonda, 7) rotámetro, 8) termopares, 9) equipo de adquisición de datos y 10) computadora.	51
Figura 2-2: Representación esquemática de la sonda de acero 5160H utilizada para modelar el campo térmico. Las dimensiones están en milímetros.	51

Figura 2-3: Esquema que representa la metodología utilizada para el modelamiento del campo térmico durante el temple en lecho fluidizado para sondas de acero 5160H.....	53
Figura 2-4: Diagrama del montaje experimental utilizado para el tratamiento térmico de temple con aceite. 1) Horno, 2) soporte de la sonda, 3) tanque con aceite, 4) motor y propela, 5) resistencia, 6) termopares, 7) equipo de adquisición de datos y 8) computadora.	54
Figura 2-5: Esquema que enseña donde se realizaron las medidas de dureza sobre la superficie de las probetas de acero 5160H. Dimensiones en mm.	55
Figura 2-6: Esquema que se utilizó para realizar las medidas de microdureza. Se muestran los puntos que se indentaron y las dimensiones de la probeta.	56
Figura 2-7: Mecanizado de las probetas para los ensayos mecánicos a partir de las platinas de acero 5160H en estado de recibido.	57
Figura 2-8: Geometría de las probetas de acero 5160H utilizadas para los ensayos de tensión. Las dimensiones están en milímetros.	57
Figura 2-9: Geometría de las probetas de acero 5160H utilizadas para los ensayos de impacto Charpy con entalla V. Las dimensiones están en milímetros.	58
Figura 2-10: Dimensiones y geometría de las probetas utilizadas para los análisis microestructurales, medidas de dureza y medidas de microdureza. Todas las dimensiones están en milímetros.	59
Figura 2-11: Cortadora de disco de diamante marca Bühler utilizada para obtener las tajadas de acero 5160H.	60
Figura 2-12: Cortadora ultrasónica GATAN modelo 601 utilizada para obtener discos de 3 mm de diámetro de acero 5160H para los análisis de TEM.	61
Figura 2-13: Desbastador de discos GATAN modelo 623 utilizando para adelgazar los discos de 3 mm hasta un espesor de 50 – 70 μm	62
Figura 2-14: Equipo de <i>dimple</i> marca GATAN modelo 656.	62
Figura 2-15: Pulidor iónico marca GATAN modelo 691.	63
Figura 2-16: Cortadora de disco de diamante marca WIRTZ modelo CUTO 1.....	64
Figura 2-17: Instrumento marca Fischione Instruments modelo 130 utilizado para cortar los discos.	64
Figura 2-18: Equipo para realizar el electropulido marca STRUERS Tenupol 5.	65
Figura 3-1: Fotografías de probetas de acero 5160H templadas en agua. Las temperaturas de austenización son: A) 850°C, B) 930°C y C) 1000°C.....	68
Figura 3-2: Probetas de acero 5160H agrietadas después del tratamiento térmico de temple en agua. A) austenización a 930°C por 15 minutos, B) austenización a 1000°C por 30 minutos.....	69
Figura 3-3: Presencia de microgrietas en probetas de acero 5160H templadas del proveedor de Colombia. A) austenización a 850°C por 5 minutos y temple en agua, magnificación 500X. B) austenización a 1000°C por 30 minutos y temple en aceite, magnificación 1000X.....	70
Figura 3-4: Microgrietas de una probeta del proveedor de Colombia austenizada a 850°C durante 20 minutos, templada en agua y revenida a 500°C durante 1 hora. Magnificación 250X.....	70

Figura 3-5: Características microestructurales de las probetas de acero 5160H en condición de recibido. A) región central de la probeta, B) región cerca de la superficie de la probeta.....	71
Figura 3-6: Micrografías con magnificación de 500X de la microestructura martensítica observadas en probetas de acero 5160H templadas. A) proveedor Colombia, austenización a 850°C por 10 minutos y temple en aceite. B) proveedor México, austenización a 1000°C por 20 min y temple en agua.....	72
Figura 3-7: Micrografías con magnificación de 2.000X de la microestructura martensítica observadas en probetas de acero 5160H templadas. A) proveedor China, austenización a 930°C por 30 minutos y temple en aceite. B) proveedor Corea, austenización a 930°C por 5 minutos y temple en agua.....	73
Figura 3-8: Tamaño de grano de austenita previa de las probetas de los cuatro proveedores de acero 5160H austenizadas a 1000°C durante 30 minutos y templadas en aceite.....	78
Figura 3-9: Gráfica del tamaño de grano de austenita previa en función de la temperatura de austenización para las probetas del proveedor de Colombia. El tiempo de sostenimiento fue 30 minutos.	79
Figura 3-10: Micrografías del tamaño de grano de austenita previa de las probetas del proveedor de Corea. Tiempo de sostenimiento 30 minutos. Magnificación 100X.....	80
Figura 3-11: Dureza como función del tiempo de sostenimiento para las probetas del proveedor de Corea austenizadas a las tres temperaturas y templadas en agua.....	84
Figura 3-12: Dureza como función del tiempo de sostenimiento para las probetas del proveedor de México austenizadas a 1000°C y templadas en dos medios diferentes.....	85
Figura 3-13: Dureza como función del tiempo de sostenimiento para las probetas de cada proveedor austenizadas a 930°C y posteriormente templadas en aceite.....	85
Figura 3-14: Dureza de las probetas de acero 5160H revenidas como función del tiempo de sostenimiento. Probetas del proveedor de Colombia austenizadas a 850°C durante cada tiempo de sostenimiento, templadas en agua y finalmente revenidas a 500°C por una hora.....	89
Figura 3-15: Dureza como función de la temperatura de revenido. Estos datos pertenecen a las probetas de acero 5160H del proveedor de Colombia sometidas al tratamiento térmico de temple y revenido.....	90
Figura 3-16: Tenacidad de las probetas de acero 5160H como función de la temperatura de austenización. Austenización durante 5 minutos y temple en aceite.	93
Figura 3-17: Tenacidad de las probetas de acero 5160H como función de la temperatura de austenización. Austenización durante 30 minutos y templadas en aceite.....	93
Figura 3-18: Fractografías SEM obtenidas de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H templadas. A) probeta de Colombia austenizada a 930°C por 5 minutos, B) probeta de México austenizada a 1000°C por 30 minutos.	94
Figura 3-19: Fractografías SEM de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H templadas pertenecientes al proveedor de Colombia. El tiempo de sostenimiento a la temperatura de austenización es de 30 minutos y el medio de temple fue aceite.	97

Figura 3-20: Tenacidad de las probetas de acero 5160H como función de la temperatura de revenido para cada temperatura de austenización previa al temple. Estas probetas pertenecen al proveedor de México..... 100

Figura 3-21: Tenacidad de las probetas de acero 5160H como función de la temperatura de revenido para cada composición química. Austenización a 1000°C y temple en aceite..... 102

Figura 3-22: Curva esfuerzo-elongación de las probetas en estado de temple del proveedor de China, austenizadas a 1000°C durante 5 y 30 min. El medio de temple fue aceite..... 104

Figura 3-23: Esfuerzo máximo como función del tiempo de sostenimiento para cada composición química. Datos pertenecientes a las probetas de acero 5160H austenizadas a 1000°C y templadas en aceite. 105

Figura 3-24: Esfuerzo máximo como función de la temperatura de austenización para dos composiciones químicas. Datos pertenecientes a las probetas de acero 5160H austenizadas a 850°C y 1000°C durante 5 minutos y templadas en aceite. 106

Figura 3-25: Gráfica del esfuerzo máximo como función de la temperatura de austenización. Proveedor Colombia, austenización durante 30 minutos, temple en aceite y finalmente revenido a 500°C por 1 hora..... 107

Figura 3-26: Gráfica del el esfuerzo máximo como función de la temperatura de revenido. Proveedor Colombia, austenización a 1000°C durante 30 minutos, temple en aceite y finalmente revenido durante 1 hora para cada temperatura..... 108

Figura 3-27: Curva de enfriamiento experimental de una probeta de acero 5160H templada en lecho fluidizado. Calentamiento a 500°C. 110

Figura 3-28: Gráfica de las estimaciones del flux de calor en la superficie en función del tiempo. Calentamiento a 500°C y enfriamiento en lecho fluidizado. 110

Figura 3-29: Curva de enfriamiento experimental de una probeta de acero 5160H templada en lecho fluidizado. Austenización a 850°C. 112

Figura 3-30: Gráfica de las estimaciones del flux de calor en la superficie en función del tiempo. Austenización a 850°C y temple en lecho fluidizado..... 112

Figura 3-31: Gráficas de la primera derivada de la temperatura y la segunda derivada de la temperatura con respecto al tiempo. Calentamiento a 500°C..... 113

Figura 3-32: Gráficas de los flux de calor en la superficie estimados en función de la temperatura de subsuperficie y sus respectivas derivadas con respecto a la temperatura. Calentamiento a 500°C..... 114

Figura 3-33: Gráficas del flux de calor como función del tiempo y sus respectivas derivadas con respecto al tiempo. Calentamiento a 500°C. 114

Figura 3-34: Gráficas de la primera derivada de la temperatura y la segunda derivada de la temperatura con respecto al tiempo. Austenización a 850°C. 115

Figura 3-35: Gráficas de los flux de calor en la superficie estimados y sus respectivas derivadas con respecto a la temperatura de subsuperficie. Austenización a 850°C. 116

Figura 3-36: Gráficas del flux de calor como función del tiempo y sus respectivas derivadas con respecto al tiempo. Austenización a 850°C..... 116

Figura 3-37: Gráfica del flux de calor en la superficie como función del tiempo calculada con WinProbe. 117

Figura 3-38:	Gráfica del flux de calor en la superficie como función de la temperatura de subsuperficie calculadas con WinProbe.	118
Figura 3-39:	Curvas de enfriamiento experimentales superpuestas.	118
Figura 3-40:	Imágenes TEM de campo claro de la microestructura del acero 5160H en estado de temple. A) proveedor de Colombia austenizada a 850°C durante 5 minutos, B) proveedor de Corea austenizada a 1000°C durante 30 minutos, C) proveedor de México austenizada a 1000°C durante 30 minutos. Todas las probetas se templaron en aceite.	120
Figura 3-41:	Imágenes TEM de campo claro de la microestructura del acero 5160H templado y revenido. Probetas del proveedor de Colombia austenizadas a 850°C durante 30 minutos, templadas en aceite y revenidas a 500°C durante 1 hora.	121
Figura 3-42:	Precipitado de cementita (Fe_3C) de morfología cúbica. A) Imagen de campo claro, B) imagen de campo oscuro y C) patrón de difracción de electrones.	123
Figura 3-43:	A) Precipitado de borde de grano de cementita (Fe_3C), B) mapeo químico, C) espectro EDX y D) cuantificación de elementos.	124
Figura 3-44:	A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano de cementita (Fe_3C) y B) patrón de difracción de electrones.	125
Figura 3-45:	A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano de Fe_3C y B) patrón de difracción de electrones.	126
Figura 3-46:	A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano de $FeSi$, B) patrón de difracción de electrones y C) análisis EDX.	127
Figura 3-47:	A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano de $AlFe_3$, B) imagen TEM de campo oscuro y C) patrón de difracción de electrones.	128
Figura 3-48:	Precipitado de borde de grano $M_{23}C_6$, M_3C , MC o M_7C_3 . A) Imagen TEM de campo claro, B) imagen TEM de campo oscuro y C) patrón de difracción de electrones.	129
Figura 3-49:	Precipitado con morfología cuboide. A) Imagen TEM de campo claro y B) imagen TEM de campo oscuro.	130
Figura 3-50:	Precipitado con morfología elipsoide, A) imagen TEM de campo claro y B) imagen TEM de campo oscuro.	131
Figura 3-51:	Imágenes TEM de campo claro. A) precipitado con morfología esferoidal cubierto con una capa de hexagonal y B) precipitado con morfología rómbica.	131
Figura 3-52:	Imágenes TEM de campo claro. A) varios precipitados de borde de grano, B) precipitado con morfología esferoidal y C) magnificación del recuadro blanco en A).....	132
Figura 3-53:	Imagen TEM de campo claro de precipitados de borde de grano y precipitados intracintas.	134
Figura 3-54:	Imágenes TEM de campo claro. A) precipitados de borde de grano y precipitados intracintas. B) precipitados intracintas.	134
Figura 3-55:	A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado de Al_4C_3 , B) patrón de difracción de electrones, C) análisis EDX y D) cuantificación de elementos.	136
Figura 3-56:	A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado con morfología cuboide, B) análisis EDX y C) cuantificación de elementos.	137

Figura 3-57: A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado con morfología esferoidal, B) Análisis EDX y C) cuantificación de elementos.	138
Figura 3-58: Imagen TEM de campo claro de algunas formaciones.....	140
Figura 3-59: A) Imagen TEM de campo claro de un aglomerado de formaciones que tienen morfología de fibras, B) análisis EDX y C) cuantificación de elementos.....	141
Figura 3-60: A) Imagen de campo claro de un precipitado esferoidal con dos capas que cubren el núcleo, B) patrón de difracción de electrones, C) análisis EDX y D) cuantificación de elementos. Precipitado de la forma (Ti,Nb)(C,N).	143
Figura 3-61: Imágenes TEM de campo claro. A) zona con diferentes precipitados de borde de grano, B) magnificación zona 1 de A, C) magnificación zona 1 de A y D) magnificación zona 3 de A.	145
Figura 3-62: A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano que tiene morfología cuboide y B) análisis EDX.	146
Figura 3-63: Imágenes TEM de campo claro. A) Varios precipitados de borde de grano, maclas y cintas de martensita, B) magnificación zona 1 de A, C) magnificación zona 2 de A y D) magnificación zona 3 de A.	149
Figura 3-64: Imagen TEM de campo claro con muchos precipitados de borde de grano.....	150
Figura 3-65: A) Imagen TEM de campo claro de muchos precipitados de borde de grano, B) Análisis EDX y C) cuantificación de elementos.....	151
Figura 3-66: A) Imagen TEM de un precipitado irregular y B) Análisis EDX.....	153
Figura 3-67: A) Imagen TEM de varios precipitados y B) análisis EDX.	154
Figura 3-68: Imagen TEM de campo claro de varios precipitados de borde de grano.....	155
Figura 3-69: A) Imagen TEM de varios precipitados de borde de grano y B) magnificación de la zona del recuadro de A.	156
Figura 3-70: A) Imagen TEM de campo claro de precipitados de borde de grano y B) magnificación del recuadro de A.	157
Figura 3-71: Tenacidad, fractografías y estados de precipitación como función de la temperatura de austenización. Tiempo de sostenimiento 30 minutos y temple en aceite.....	160
Figura 3-72: Esfuerzo máximo y estados de precipitación como función del tiempo de sostenimiento. Temperatura de austenización 1000°C y temple en aceite.	162

Lista de tablas

	Pág.
Tabla 2-1: Clasificación del acero 5160H con el número de colada suministrado por el proveedor.....	45
Tabla 2-2: Composición nominal para el acero 5160H de acuerdo a la norma AISI....	46
Tabla 2-3: Resultados del análisis químico de las muestras de acero 5160H para los cuatro proveedores. Los valores están en porcentaje de peso (% peso).....	47
Tabla 2-4: Condiciones del tratamiento térmico de temple. Temperatura de austenización, tiempo de sostenimiento y medio de temple.....	49
Tabla 2-5: Condiciones del tratamiento térmico de revenido. Temperatura de revenido, tiempo de revenido y medio de enfriamiento.....	50
Tabla 2-6: Condiciones utilizadas para el proceso de electropulido en el equipo marca STRUERS modelo Tenupol 5.....	65
Tabla 2-7: Condiciones utilizadas para el proceso de electropulido en el equipo marca FISCHIONE INSTRUMENTS modelo 650 EA.....	66
Tabla 3-1: Resultados del análisis microestructural del proveedor de Corea, para cada una de las condiciones de tratamiento térmico de temple utilizando como medio de enfriamiento al agua. Todas las micrografías se tomaron a 2.000X.....	74
Tabla 3-2: Análisis microestructural por SEM de las probetas del proveedor de México, austenizadas con las tres temperaturas durante un tiempo de sostenimiento de 30 minutos y templadas en dos medios de enfriamiento. Magnificación 10.000X.	75
Tabla 3-3: Análisis microestructural por medio de SEM obtenido de las probetas del proveedor de México, austenizadas a 1000°C durante los diferentes tiempos de austenización y templadas en agua. Magnificación 10.000X.	76
Tabla 3-4: Micrografías ópticas del tamaño de grano de austenita previa en las probetas templadas del proveedor de Corea. Temperatura de austenización 1000°C. Magnificación 100X.....	77
Tabla 3-5: Análisis microestructural realizado con las probetas de acero 5160H del proveedor Colombia austenizadas a 850°C para cada tiempo de sostenimiento y revenidas a 500°C durante 1 hora. Magnificación 2.000X.....	81
Tabla 3-6: Análisis microestructural de las probetas de Colombia austenizadas por 20 minutos a cada temperatura de austenización, templadas y posteriormente revenidas a cada temperatura de revenido durante 1 hora. Magnificación 1.000X.	82
Tabla 3-7: Medidas de dureza obtenidas de las probetas de acero 5160H templadas en lecho fluidizado y aceite a 60°C agitado.	87
Tabla 3-8: Tenacidad de las probetas de acero 5160H de los cuatro proveedores en estado de recibido y aquellas sometidas al tratamiento térmico de temple.....	91

Tabla 3-9: Fractografías SEM de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H del proveedor Colombia templadas en aceite donde se muestra el efecto del tiempo de sostenimiento.	95
Tabla 3-10: Fractografías SEM de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H templadas. Las probetas se austenizaron a 1000°C durante 30 minutos y se templaron en aceite.	98
Tabla 3-11: Tenacidad de las probetas de acero 5160H del proveedor de Colombia sometidas al proceso de temple. Se utilizaron tres medios de enfriamiento diferentes. ..	99
Tabla 3-12: Estado de precipitación de las probetas de acero 5160H templadas. Temperatura de austenización 1000°C durante 30 minutos.	159
Tabla 3-13: Resumen de los resultados experimentales obtenidos.	161

Introducción

Información general

Es frecuente que se utilice el acero 5160 templado y revenido para la fabricación de resortes de automóviles y camiones. Usualmente, este material se produce en hornos de arco eléctrico a partir de chatarra ferrosa reciclada la cual introduce elementos de impureza que contribuyen a los fenómenos de fragilización en el acero 5160. Estas impurezas producen la fragilización por temple el cual es un fenómeno que está muy asociado con los aceros de alto carbono. El estudio de este fenómeno de fragilización por medio del análisis de la evolución de los carburos y los precipitados de borde de grano durante el tratamiento térmico en el acero de alto carbono 5160 templado y revenido son el tema de esta tesis.

La fragilización por impurezas en los aceros templados y revenidos normalmente ocurre durante el revenido o durante un enfriamiento lento después de un revenido. La fragilización por revenido es un término genérico que se utiliza para describir la pérdida de tenacidad y la decohesión intergranular de los aceros templados que se revienen en el rango de temperaturas entre 250 y 600 °C. Sin embargo, dentro de este rango de temperaturas, se han identificado dos maneras diferentes de fragilización. La forma de fragilización a temperaturas entre 350 y 600 °C se denomina “Fragilización por Revenido Reversible” (RTE, *reversible temper embrittlement*, por sus siglas en inglés) y se atribuye a la segregación de elementos de impurezas a los bordes de grano. La forma de fragilización por revenido a temperaturas bajas se identifica como “Fragilización por Martensita Revenida” (TME, *tempered martensite embrittlement*, por sus siglas en inglés), y se sabe que ocurre dentro del rango de temperaturas de 250 a 400°C. Se cree que la TME se produce por la precipitación de carburos M_3C intercintas (carburos ubicados en la región que limita las cintas de martensita) e intergranular (carburos

ubicados en la región que limita los granos), lo que resulta en decohesión del borde de grano o en un cambio en el modo de fractura de dúctil a transgranular frágil.

La TME en los aceros de medio carbono con altos contenidos de fósforo presenta una estructura fósforo/cementita en los bordes de grano de austenita previa que es responsable por la forma de fractura intergranular, la cual es idéntica a la de los aceros de alto carbono. En los aceros de medio carbono es necesario el revenido para producir la cementita (responsable de la fragilización intergranular), mientras que en los aceros de alto carbono la cementita se forma durante los pasos de austenización/temple del tratamiento térmico y no es necesario el revenido para fragilizar el material. Para diferenciar el fenómeno de TME observado en los aceros de medio carbono del fenómeno de fragilización observado en los aceros de alto carbono, la fragilización relacionada con la formación de cementita en los bordes de grano se denomina “Fragilización por Temple” (QE, *quenching embrittlement*, por sus siglas en inglés). Posteriormente se discutirán en detalle los diferentes mecanismos de fragilización.

Se han desarrollado estudios con respecto a establecer las relaciones de orientación entre la fase de cementita y otras fases en el acero, la dispersión de partículas de cementita en la matriz de algunos aceros, la precipitación de la cementita en aceros de ultra alta resistencia utilizando la comparación entre modelos obtenidos y los resultados de los análisis con microscopía electrónica; entre otros. No obstante, la cementita no solamente se ha estudiado como fase en los aceros sino que también se han elaborado investigaciones sobre la precipitación de la cementita en los bordes de grano, lo cual está muy relacionado con este trabajo. Entre otros trabajos se han realizado el análisis de los precipitados de cementita que forman redes interconectadas de precipitados de borde de grano y el análisis de la morfología de la cementita de borde de grano. Actualmente se puede encontrar una gran cantidad de bibliografía sobre trabajos de investigación que en términos generales tratan con los diferentes precipitados de borde de grano en el acero, enfocándose en su análisis cristalográfico, la determinación de la coherencia con la matriz, la composición química, la morfología y para esto se han utilizado diferentes técnicas físicas y químicas.

Con respecto a la relación entre la cementita, los precipitados de borde de grano y el fenómeno de fragilización por temple del acero 5160 se han realizado pocos trabajos de

investigación. Algunos de los temas que se han tratado son: la evolución de los carburos en la matriz de este acero en estado revenido y su influencia sobre algunas propiedades mecánicas, el efecto de la temperatura de austenización sobre el fenómeno de fragilización por temple. Además en la industria se ha observado que este material cuando se somete al proceso de tratamiento térmico de temple y revenido presenta agrietamiento. Dependiendo de la geometría de las piezas el agrietamiento se puede generar durante del temple o durante el revenido. La presencia de estas grietas reduce el tiempo de vida útil de los resortes fabricados con este acero, lo cual se ha asociado al fenómeno de fragilización por temple. Las evidencias experimentales se han enfocado principalmente en los efectos de este fenómeno sobre las propiedades mecánicas.

En el estado del arte se ha encontrado información que brinda cierto conocimiento que permite entender y/o evidenciar algunos aspectos que generan o influyen en el fenómeno de fragilización por temple. Con base en esta indagación se evidenció que es importante que sean comprendidos e incluso determinados de manera experimental varios aspectos sobre el fenómeno de fragilización por temple. Por ejemplo:

- Determinar la evolución de los carburos (en especial la cementita) y los precipitados de borde de grano durante la austenización y/o revenido.
- Establecer la relación y la influencia que puede existir entre la presencia de los carburos y los precipitados de borde de grano con el fenómeno de fragilización por temple.
- Cuantificar el efecto de los parámetros del tratamiento térmico de temple (temperatura de austenización, tiempo de austenización y tasa de enfriamiento) sobre la formación de los carburos y los precipitados de borde de grano.
- Cuantificar la relación entre la cantidad volumétrica de fósforo y la cantidad de cementita formada en los bordes de grano.
- Evaluar la interacción entre la matriz y los precipitados, principalmente la coherencia entre la matriz y la cementita y su papel sobre el fenómeno de fragilización por temple.
- Determinar la influencia de los precipitados y la cementita de borde de grano sobre las propiedades mecánicas del acero.

La aclaración de estos aspectos permitirá comprender el fenómeno de fragilización e incrementar el conocimiento para que en el futuro se pueda eliminar o disminuir su influencia sobre la vida útil de las piezas elaboradas con los aceros que presentan este fenómeno principalmente en el acero 5160H.

Objetivos

El propósito de este estudio es generar conocimiento que permita entender el fenómeno de fragilización por temple mediante el análisis de la evolución de los carburos y de los precipitados de borde de grano durante la austenización y el temple de aceros de alto carbono. Para tal fin se propusieron los siguientes objetivos:

Objetivo general

Determinar la influencia de los parámetros del tratamiento térmico sobre la evolución de los carburos y precipitados de borde de grano en el acero 5160H los cuales están relacionados con el fenómeno de fragilización por temple.

Objetivos específicos

- Realizar en forma sistemática diferentes tratamientos térmicos de temple y revenido a las muestras del acero AISI 5160H.
- Evaluar las características microestructurales y las propiedades mecánicas del acero AISI 5160H que ha sido sometido a los diferentes tratamientos térmicos.
- Realizar análisis cristalográficos de los carburos y precipitados de borde de grano sobre las muestras de acero 5160H.
- Establecer la influencia de cada tratamiento térmico sobre la microestructura y las propiedades mecánicas obtenidas al final de cada tratamiento térmico.
- Relacionar la evolución de los carburos y precipitados de borde de grano sobre la microestructura y las propiedades mecánicas.
- Cualificar la relación de los parámetros de cada tratamiento térmico sobre los carburos y precipitados de borde de grano y su relación con el fenómeno de fragilización por temple.

- Modelar matemáticamente la evolución de los campos térmico y microestructural para algunos de los tratamientos térmicos.

El logro de estos objetivos se obtuvo por medio de experimentos que permitieron evaluar los efectos del tiempo, temperatura y medio de temple sobre la evolución de los carburos y precipitados de borde de grano en el acero 5160H, los cuales se pueden observar en el capítulo 2 (DESARROLLO EXPERIMENTAL). Finalmente, se relaciona la evolución de estos precipitados con las propiedades mecánicas del acero y el fenómeno de fragilización por temple.

1. Marco teórico

1.1 Mecanismos de fractura intergranular

Los bordes de grano juegan un papel importante en relación al endurecimiento y la tenacidad de los materiales. Estos bordes de grano pueden actuar como una fuente de debilitamiento inherente y por lo tanto se observará fractura intergranular de baja energía como resultado de algunos tratamientos térmicos, ambientes o condiciones de estado de esfuerzos [1-5]. Ahora bien, los bordes de grano pueden ser sitios de preferencia para la nucleación y propagación de grietas. Este agrietamiento de las piezas se puede generar a través de tratamientos térmicos, los cuales producen segregación de impurezas a los bordes de grano a) sin la precipitación de una segunda fase observable y b) con la presencia de segundas fases. En estos casos están incluidos los mecanismos de Fragilización por Revenido Reversible (RTE), Fragilización por Martensita Revenida (TME) y Fragilización por Temple (QE). Existen también otras causas de agrietamiento en los materiales como la acción de ciertos ambientes (tales como atmósferas oxidantes o la descarburación de la pieza) y la combinación de esfuerzos con altas temperaturas (por ejemplo, en procesos de laminado en caliente); sin embargo, estos mecanismos de fractura no se discutirán en las siguientes secciones.

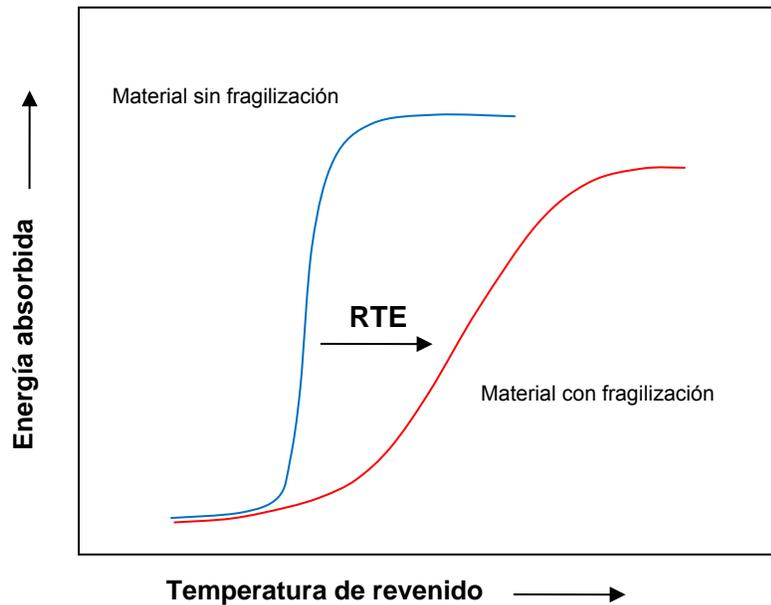
1.1.1 Fragilización por Revenido Reversible (RTE)

El fenómeno de fragilización por revenido, que también se conoce como fragilización reversible de dos pasos, se identificó hace más de un siglo y aún no se ha comprendido completamente [3]. Se ha encontrado que la principal consecuencia de este fenómeno es el incremento de la temperatura de transición de dúctil a frágil tal como se observa en el esquema de los datos Charpy de la Figura 1-1.

Usualmente se ha asociado a la fragilización por revenido con la fractura intergranular de baja energía en los aceros templados y revenidos, los cuales se han calentado o se han enfriado lentamente a través de un rango de temperaturas entre 300 y 600°C. Este

fenómeno es reversible, ya que un recalentamiento del acero fragilizado por encima de 600°C y un enfriamiento rápido remueve la mayor parte de la fragilización [1-3, 6, 7].

Figura 1-1: Representación esquemática de los efectos de la fragilización por revenido sobre la energía de impacto de Charpy en entalla V como una función de la temperatura de revenido.



Balajiva y sus colaboradores [8] fueron los primeros en indicar la influencia de las impurezas sobre la RTE. Ellos compararon un acero comercial al 3 % de níquel-cromo con un acero de alta pureza producido en el laboratorio con la misma composición nominal y demostraron que la fragilización ocurrió solamente en la aleación de pureza comercial.

Después de este trabajo, Steven y Balajiva [9] utilizaron un acero de alta pureza con elementos de impureza que se agregaron de manera controlada para evaluar los efectos de los elementos de impureza individuales presentes en los aceros. Los elementos fragilizantes más influyentes fueron el antimonio, fósforo, estaño y arsénico. Este resultado se confirmó posteriormente [6, 10, 11] y además se pudo concluir que se logra una disminución en la tenacidad con el aumento de la concentración de impurezas y con tiempos mayores de sostenimiento a las temperaturas de fragilización. Las interacciones

impureza – carburo también pueden jugar un papel sobre la RTE. La segregación de un elemento de impureza puede debilitar las interfaces de los carburos y así reducir la deformación requerida para que crezca una grieta fibrosa [12-14].

La severidad de la fragilización no solamente depende de la cantidad de elementos fragilizantes, sino también de la composición total de la aleación. Algunos aleantes pueden aumentar o suprimir la segregación en los bordes de grano de las especies fragilizantes. Por ejemplo, el cromo, níquel y manganeso incrementan la fragilización mediante cosegregación de algunos compuestos hacia los bordes de grano, mientras que el molibdeno se cree que retarda la fragilización [2-3, 11, 15]. Otros estudios [16] han indicado que la adición de tierras raras suprime la RTE del acero; por ejemplo, los lantánidos permiten la formación de compuestos en la matriz que disminuyen la cantidad de elementos fragilizantes disponibles para la segregación hacia los bordes de grano.

Se ha intentado explicar el grado de fragilización por revenido [17,18] mediante expresiones que correlacionan la concentración en los bordes de grano de P y Sn, el tamaño de grano y la dureza del acero. Para ello, se ha utilizado la variación observada sobre la temperatura de transición donde aparece la fractura (*FATT*, *fracture-appearance transition temperatura*, por sus siglas en inglés). Bruemmen y Viswanathan [17] al describir un estudio sobre el acero NiCrMoV presentaron la siguiente ecuación de fragilización:

$$\begin{aligned} \Delta FATT = & 4.8P + 24.5Sn + 13.75(7 - GS) + \\ & 2(Rc - 20) + 0.33(Rc - 20)(P + Sn) + \\ & 0.036(7 - GS)(Rc - 20)(P + Sn) \end{aligned} \quad (1.1)$$

Donde *FATT* se expresa en °C, la concentración de P y Sn se expresan como la razón de alturas de sus picos de Auger con respecto al hierro, *Rc* es la dureza Rockwell C y *GS* es el número ASTM del tamaño de grano. Infortunadamente debido a la influencia de la composición total del acero no se ha desarrollado una ecuación de fragilización unificada. Cuando se aplicó, la Ecuación (1.1), a un tipo diferente de acero, Bruemmen y Viswanathan no observaron una buena concordancia entre la *FATT* calculada y medida.

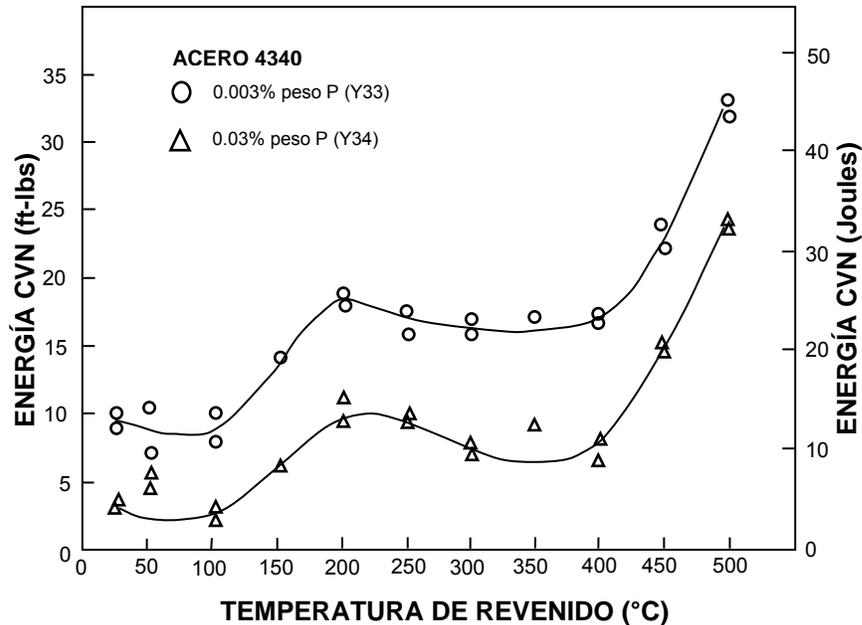
En resumen, la RTE se caracteriza por una pérdida de ductilidad, un incremento en la temperatura de transición dúctil a frágil y un aumento en el porcentaje de fractura intergranular. La RTE se produce por la segregación de trazas de impurezas (principalmente P, Sn, Sb, As) hacia los bordes de grano y a las interfaces de los carburos. El grado de fragilización depende de la concentración de impurezas en los bordes de grano y es función de los procesos de tratamiento térmico y la composición total del sistema.

1.1.2 Fragilización por martensita revenida (TME)

La fragilización por martensita revenida, conocida también como fragilización de un paso o fragilización en 350°C, se caracteriza por la pérdida de tenacidad del material. Esta pérdida ocurre cuando un acero martensítico de baja aleación se reviene por tiempos cortos (normalmente una hora) a temperaturas en el rango de 250-400°C [1, 2, 19]. En la Figura 1-2 se ilustra el efecto de la TME con la presencia de un mínimo en la energía de impacto Charpy a temperatura ambiente en función de la temperatura revenido [20]. La fragilización por martensita revenida tiene asociadas la fractura intergranular y la transgranular [21, 22]. Aunque todavía no se han formulado modelos precisos para describir todos los aspectos de la TME intergranular se tienen algunas evidencias. Primero, la fragilización coincide con el inicio de la precipitación de cementita [23, 24], y segundo, para que ocurra la fragilización es esencial la segregación de impurezas hacia los bordes de grano [25, 26].

Briant y Banerji [19] propusieron que la segregación de impurezas en los bordes de grano durante la austenización disminuye la resistencia cohesiva de los límites de grano. El revenido en este rango de temperaturas forma cementita de borde de grano en forma de placas, la cual actúa como barreras deslizantes y ayuda a iniciar las grietas intergranulares en los límites ya debilitados por las impurezas. Si no ocurre segregación de impurezas, los bordes de grano no pierden resistencia y la formación de carburos no puede producir fragilización intergranular [25, 26]. La combinación de estos factores, cementita e impurezas, es la que produce los mecanismos de esta fragilización.

Figura 1-2: Energía de impacto Charpy a temperatura ambiente como función de la temperatura de revenido y del contenido de fósforo, en % peso, para el acero 4340 templado y revenido una hora a las temperaturas que se muestran [20].



Por otro lado la fractura transgranular se produce por la descomposición térmica de las películas intercintas de austenita retenida y la precipitación asociada de carburos intercintas [27-29] o la formación de carburos intracintas gruesos (carburos ubicados en la región interior de las cintas de martensita) [30, 31]. La formación de estos carburos se debe a la difusión de los átomos de carbono desde la fase martensita. Estas estructuras promueven la fractura por clivaje. Thomas [29] propuso que la fractura por intercintas ocurre por la descomposición de la austenita retenida entre los límites de las cintas de martensita. Esto promueve la formación de películas finas de carburo M_3C las cuales suministran caminos de fractura preferenciales. Este mecanismo también fue descubierto por Horn y Ritchie [27] en el acero 300M en donde encontraron que la TME se incrementaba por la desestabilización mecánica y térmica de las películas adyacentes de austenita retenida (debido a la reducción del carbono) y el efecto fragilizante de una capa de austenita transformada mecánicamente (martensita intercinta sin revenir).

En resumen, la TME ocurre en aceros de alta resistencia templados y revenidos y está asociada con una pérdida de tenacidad al impacto Charpy cuando se reviene a

temperaturas en el rango entre 250 y 400°C. La fragilización está asociada con los modos de fractura transgranular e intergranular. El modo de fractura intergranular se relaciona con la segregación de impurezas (principalmente fósforo) a los bordes de grano de la austenita y con la formación de películas de carburos en los bordes de grano de la austenita previa durante el revenido. Además, se cree que la descomposición de la austenita retenida intercintas durante el revenido, la inestabilidad mecánica de la austenita retenida y la formación de carburos gruesos, están asociados con la fractura.

1.1.3 Fragilización por temple (QE)

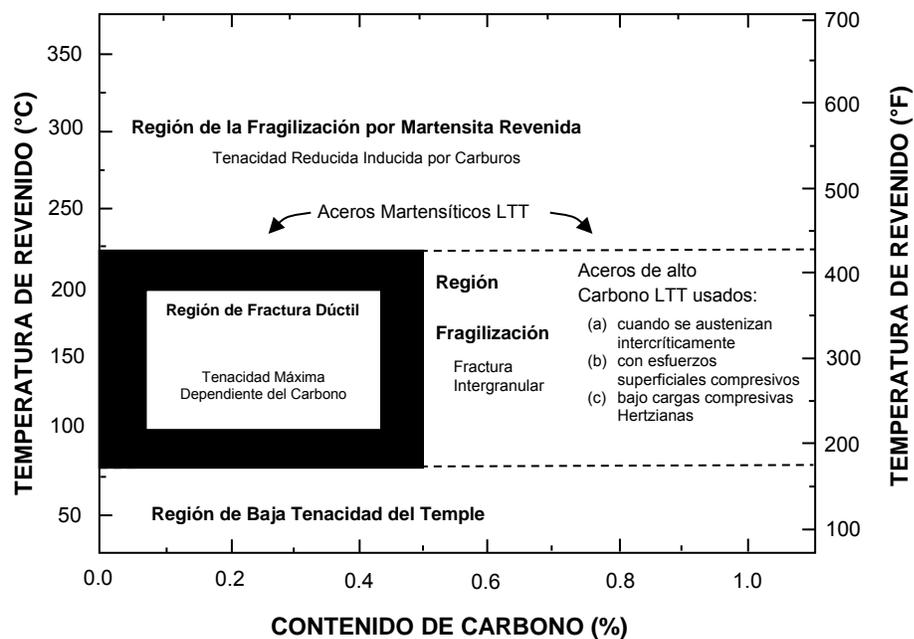
La fragilización por temple está asociada con la segregación de fósforo hacia los bordes de grano de la austenita y la formación de cementita en estos mismos durante las etapas del tratamiento térmico de austenización y/o temple [32, 33]. La segregación de fósforo y la formación de cementita conducen a un debilitamiento de los bordes de grano y a la propagación de la fractura intergranular.

La Figura 1-3 muestra un dibujo esquemático presentado en el trabajo de Krauss [33] para explicar los diferentes mecanismos de fractura observados en aceros martensíticos, bajo condiciones de esfuerzos de tensión o de flexión, como una función del contenido de carbono y de las temperaturas de revenido. El revenido con temperaturas superiores a 200°C induce a la transformación de la austenita retenida y el reemplazo de los carburos de transición por partículas más gruesas de cementita, reduciendo la resistencia y promoviendo la TME [33].

Para los aceros con un contenido de carbono por debajo de 0.5%, el revenido a bajas temperaturas conduce a la fractura dúctil. Hyde [32], en un estudio de aceros carburizados, demostró que se deben tener las combinaciones críticas de carbono y fósforo para que ocurran los mecanismos de QE y la fractura intergranular. Esta relación se muestra en la Figura 1-4 donde se presenta la delineación entre el modo de fractura intergranular y el transgranular como una función de la concentración volumétrica de fósforo y carbono. Se destaca que incluso para concentraciones muy bajas de fósforo ocurre la fractura intergranular en el acero que tiene un contenido de 0.55% en peso de carbono. La eliminación de la cementita intergranular que promueve la fragilización,

requiere el control del fósforo y del carbono. Se ha demostrado que la adición de elementos aleantes tales como boro, titanio y molibdeno ayuda al control de la fractura intergranular [6, 32].

Figura 1-3: Dibujo esquemático que muestra las características destacadas de las microestructuras martensíticas de baja tenacidad de temple (LTT) como una función de la temperatura de revenido y la composición de carbono del acero [33]. En esta figura se limitan las regiones donde ocurren los diferentes fenómenos de fragilización y las condiciones que las propician (a, b y c) en los aceros LTT de alto carbono.



Matlock y Krauss [34] propusieron un mecanismo para el fenómeno de fragilización por temple, el cual se muestra esquemáticamente en la Figura 1-5. Durante el proceso de austenización, el fósforo se segrega hacia los bordes de grano de la austenita. El fósforo en estos límites fomenta la formación de cementita en los límites de grano de la austenización [35-37] y con el crecimiento de la cementita se produce la difusión de fósforo y carbono a los límites de grano. También puede ocurrir una precipitación adicional de cementita durante el temple, resultando en una estructura martensítica final con los bordes de grano fragilizados. Así como en la TE y la TME, la severidad de la QE depende del contenido de aleantes, tamaño de grano y dureza.

Figura 1-4: Mapa de modo de fractura como función de la concentración de carbono y la concentración volumétrica de fósforo [32].

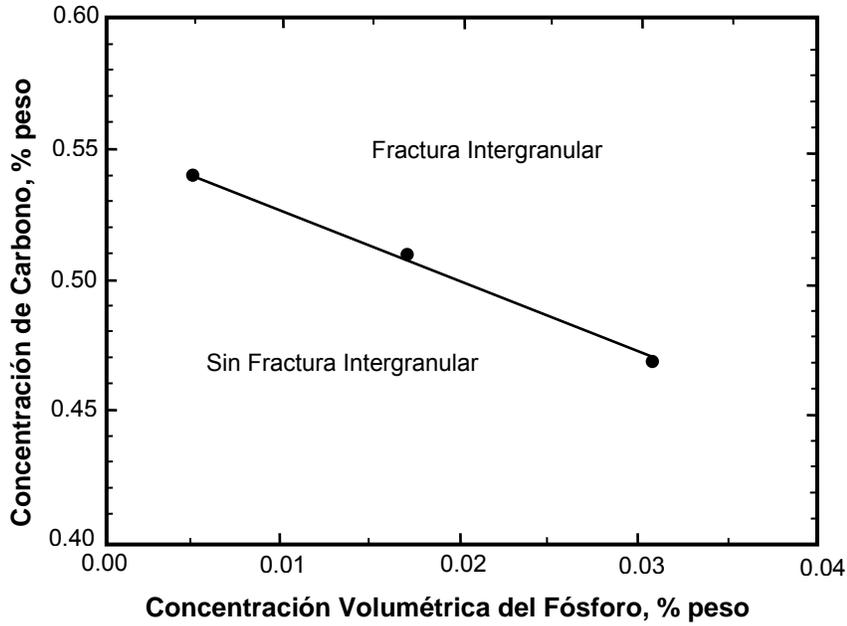
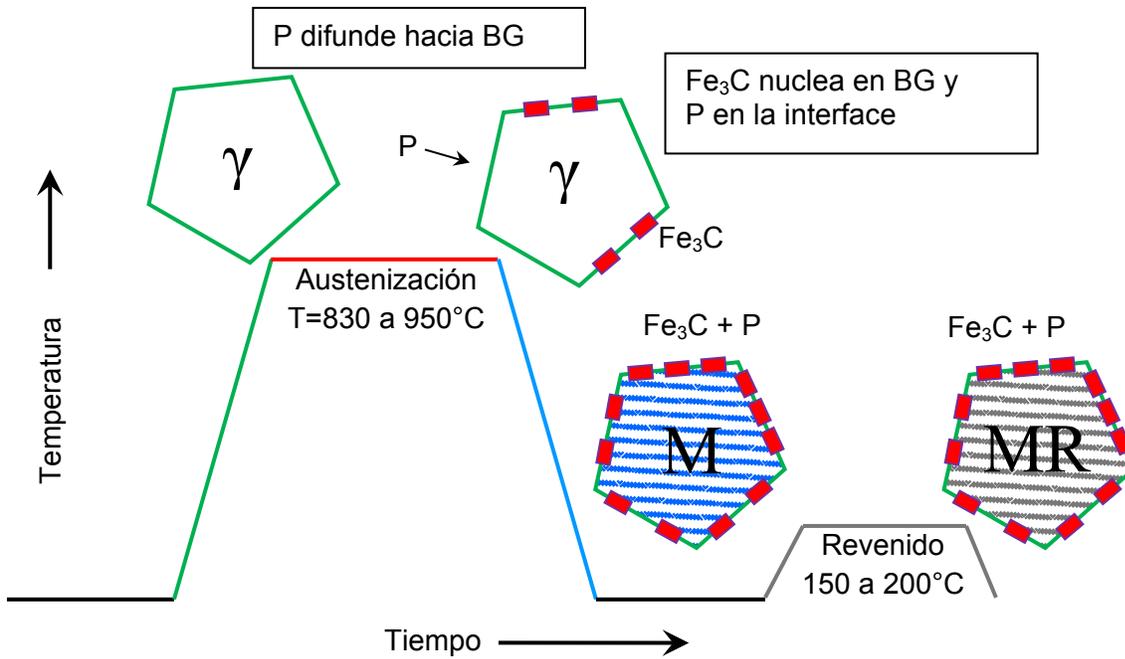


Figura 1-5: Representación esquemática del fenómeno de fragilización por temple [34]. BG= Borde de grano, P = Fósforo.



1.2 Mecanismos de segregación

Hondros y Seah [38] definen la segregación como los cambios localizados de concentración producidos durante la redistribución térmica en estado sólido de las especies entre la matriz y las interfaces. Esta redistribución puede ocurrir en las superficies libres, bordes de grano, fallas de apilamiento y las interfaces de las fases. En las siguientes secciones se discutirán los principales modelos de segregación en equilibrio y fuera del equilibrio.

1.2.1 Segregación en equilibrio de los bordes de grano

La teoría de segregación en equilibrio para los bordes de grano enriquecidos fue desarrollada por McLean [39]. Este modelo se fundamenta en la reducción de la energía de distorsión (o energía de deformación) de la red generada por la diferencia de tamaño entre los sitios ocupados por el soluto y el solvente. Si esta energía de deformación se puede relajar mediante segregación hacia regiones distorsionadas, tales como bordes de grano o dislocaciones, se produce la gran fuerza motriz para dicha segregación. Para el desarrollo de esta teoría se aplicaron las siguientes condiciones de frontera: Solamente un elemento se segrega a la interface, la interface tiene un número fijo de sitios idénticos que podrían ser ocupados por el segregante y el llenado de cualquier sitio particular no altera la posibilidad de llenar cualquier otro.

El modelo de McLean para la segregación en equilibrio hacia los bordes de grano solo considera las variaciones debidas a la entropía configuracional; las variaciones debidas a la entropía vibracional no fueron consideradas. En su análisis, N sitios de red sin distorsión contienen P átomos de soluto y n sitios de interface distorsionados contienen p átomos de soluto. Si la energía de distorsión molar de un átomo soluto en uno de los N sitios inicialmente sin distorsión es E y para los n sitios distorsionados inicialmente esta energía es e , entonces la energía libre, G , debida a los átomos de soluto es:

$$G = pe + PE - RT\{\ln n! N! - \ln(n - p)! p! (N - P)! P!\} \quad (1.2)$$

El mínimo de G ocurre cuando:

$$\frac{p}{n-p} = \frac{P}{N-P} \exp\left(\frac{E-e}{RT}\right) \quad (1.3)$$

Usando una notación más común, donde las concentraciones se describen en fracciones molares, esta se puede expresar en la forma [40],

$$\frac{X_b}{X_{b_0}-X_b} = \frac{X_C}{1-X_C} \exp\left[\frac{E_1}{RT}\right] \quad (1.4)$$

Abajo donde X_{b_0} es el valor de saturación de la concentración de soluto en el borde de grano X_b , X_C es la concentración volumétrica de soluto y E_1 es la energía libre de adsorción en el borde de grano. Para las tres últimas ecuaciones R es la constante de los gases y T la temperatura

Los puntos positivos de modelo de McLean son la capacidad para predecir que la segregación se incrementa a medida que el contenido volumétrico de soluto incrementa y/o la temperatura disminuye. Este modelo presenta la limitación del número fijo de sitios de adsorción, la segregación eventualmente alcanza un valor de saturación X_{b_0} el cual generalmente es igual a una monocapa [38].

Los puntos negativos de este modelo son: (a) que no consideran las energías de atracción y repulsión entre los diferentes átomos de soluto y (b) que todos los constituyentes se consideraron que están en solución en la matriz o en los bordes de grano. Tampoco se consideraran los efectos que pueden tener los precipitados de carburos, fosfuros y nitruros sobre la fragilización.

1.2.2 Cosegregación en los borde de grano

Guttmann y colaboradores [41] desarrollaron un modelo para la cosegregación de elementos aleantes e impurezas fundamentándose en la tesis de que hay una interacción atractiva preferencial entre el soluto metálico (M) y las impurezas (I). Esta interacción puede ocurrir en los bordes de grano o en la matriz con un efecto concurrente. Cuando se presenta la interacción en los bordes de grano se ha observado un aumento de la segregación de ambos tipos de elementos. Sin embargo cuando

ocurren las interacciones en la matriz, se previene la segregación debido a que el metal expulsa las impurezas [41]. En esta investigación también se realizó una aproximación termodinámica con el siguiente análisis: Si no hay una interacción preferencial entre los átomos M e I, las energías libres de segregación, ΔG_i , son iguales a aquellas en las respectivas aleaciones binarias Fe-impureza, las cuales son constantes o incrementan levemente con la temperatura de acuerdo a:

$$\Delta G_I = \Delta G_I^0 = \Delta H_I^0 - T\Delta S_I^0 \quad (1.5)$$

Cuando existe una interacción química preferencial entre los átomos M e I con respecto a la matriz de hierro, ΔG_i , llega a ser una función de las concentraciones intergranulares de I y M y las energías de segregación son:

$$\Delta G_I = \Delta G_I^0 + \frac{\beta_{MI}^\phi}{c^\phi} Y_M^\phi - \frac{\beta_{MI}^\alpha}{c^\alpha} X_M^\alpha \quad (1.6)$$

$$\Delta G_M = \Delta G_M^0 + \frac{\beta_{MI}^\phi}{\alpha^\phi} Y_I^\phi - \frac{\beta_{MI}^\alpha}{\alpha^\alpha} X_I^\alpha \quad (1.7)$$

Donde ϕ denota los sitios de borde de grano y α se utiliza para los sitios de la matriz. Por lo tanto c^ϕ y α^ϕ son las fracciones de los sitios disponibles en los bordes de grano para los átomos I y M; β_{MI}^ϕ y β_{MI}^α son las energías de interacción M-I preferenciales en los bordes de grano y en la matriz, respectivamente; Y_I^ϕ y Y_M^ϕ describen el cubrimiento parcial del borde de grano en términos de la fracción molar de I y M respectivamente; y X_I^ϕ y X_M^ϕ denotan las fracciones molares de los átomos I y M en la matriz. Para la interacción atractiva M-I preferencial, los términos β_{MI} son positivos y la segregación de un elemento mejora la del otro, resultando en cosegregación. Para la interacción repulsiva, β_{MI} es negativo y se reduce la segregación de ambos elementos.

Varios análisis experimentales [11,42,43] confirman la validez de la teoría de cosegregación, aunque muchos otros autores [14,44,45] han rechazado esta teoría, proponiendo otros mecanismos tales como segregación de desmezclado [14,46] o que los elementos aleantes únicamente modifiquen el comportamiento fragilizante de las impurezas [45], pero no cosegregan hacia los bordes de grano.

1.2.3 Segregación fuera de equilibrio

Los mecanismos de segregación fuera de equilibrio involucran la interacción de elementos de soluto con vacancias, dislocaciones o cualquier tipo de defecto, los cuales pueden servir como sumideros para los átomos de soluto. Estos mecanismos están asociados con la segregación desmezclada, la expulsión de soluto durante la nucleación y crecimiento del precipitado, la interacción vacancia-impureza en el temple y la migración al borde de grano.

La teoría de desmezclado (*de-mixing*) propuesta por Militzer y Wieting [47,48] da una nueva interpretación para el fenómeno de la RTE. De acuerdo a los autores, la segregación, por ejemplo, del fósforo en equilibrio de borde de grano y la tasa de enriquecimiento no se puede gobernar por la difusión volumétrica, como anteriormente se supuso por McLean y Guttman [39,41], por razones tanto termodinámicas como cinéticas. Se interpretó la fragilización del borde de grano con relación a la formación de una brecha de miscibilidad, dentro de un borde de grano, debido a las interacciones repulsivas débiles entre el fósforo y el carbono. La formación de una fase enriquecida con fósforo y carbono por debajo de 600°C, se denomina como desmezclado [49], y que determina la fragilización. Considerando que el carbono tiene una difusividad mucho mayor que el fósforo, el crecimiento de la fase enriquecida con fósforo mediante difusión de borde de grano es el mecanismo de control. Esta teoría explica de forma fácil la naturaleza reversible del fenómeno de la RTE, ya que en un recalentamiento sobre 600°C no hay brecha de miscibilidad y en consecuencia no se observó fragilización. Esta teoría apoya la naturaleza anisotrópica de la segregación de borde de grano que se ha observado con medidas de microscopía electrónica de Auger [50].

Se puede explicar un tipo diferente de segregación por medio de la expulsión del soluto durante la nucleación y crecimiento del precipitado [46,51,52]. Este modelo se fundamenta en la diferente solubilidad del soluto en los carburos y en la matriz. La diferencia de solubilidad favorece la difusión hacia los bordes interfaciales de los átomos de impureza con la nucleación y crecimiento de los carburos. Este mecanismo permitiría una concentración más alta de impurezas en la interface carburo/matriz [51]. Con el crecimiento del carburo se incrementa la concentración de impurezas en esta región lo que puede conducir a decohesión y fractura intergranular.

Otro tipo de mecanismo de segregación fuera de equilibrio está basado en considerar las interacciones vacancia-impureza con los límites de grano [38,53-55]. Este modelo depende de la formación de complejos vacancia-impureza para acomodar la energía de distorsión de la red. En los aceros después del temple, se retiene un gran exceso de concentración de vacancias en el material. Para acomodar los cambios en la concentración de vacancias en equilibrio con la temperatura, el material se somete a una gran fuerza motriz para la difusión de los átomos hacia los bordes de grano, los cuales actúan como sumideros durante el enfriamiento y revenido [54]. La disminución en los complejos vacancia-impureza cerca de los bordes de grano resulta en la formación de un gradiente en la concentración compleja a través de todo el centro del grano. El gradiente de concentración promueve la difusión de estos complejos hacia los bordes de grano. Esta difusión conlleva a una concentración en exceso de átomos de impureza para concentrarse y segregarse en los bordes de grano.

La difusión de los límites de grano también puede contribuir como un mecanismo de segregación de borde de grano fuera de equilibrio. En este modelo, la segregación se produce por la interacción de los átomos de soluto con un borde de grano en movimiento durante la recristalización y el crecimiento de grano [54-56]. El borde de grano en movimiento a través de los granos agrupa los átomos disueltos, resultando en un incremento en la concentración en los límites de grano. Este efecto ha sido estudiado por Kasen [56] en aleaciones diluidas de aluminio y cobre. En este trabajo se utilizó la variación en la resistencia eléctrica como medida de la concentración de soluto de borde de grano y se concluyó que la cantidad de soluto segregado también depende de la distancia de migración del borde de grano. El mismo tipo de fenómeno también fue observado por Menyhárd y Uray [57] en un estudio sobre la aleación diluida tungsteno-hierro. En este estudio se realizó un recocido a 1200°K y 1500°K y se observó un incremento en la concentración de borde de grano del hierro. Ellos determinaron que la difusión volumétrica del hierro en este rango de temperatura es despreciable descartando así la posibilidad de segregación en equilibrio.

Infortunadamente, los fenómenos de fragilización metalúrgica están lejos de ser entendidos en su totalidad. Cada teoría aplica a un fenómeno específico bajo una determinada condición. Aun se debe desarrollar un conocimiento fundamental sobre el

papel de la adición de elementos y las interacciones matriz-aleante-impureza en los bordes de grano.

1.3 Efectos de los aleantes y la microestructura sobre la fragilización por temple

Esta sección detalla los efectos de los elementos aleantes y la microestructura sobre la susceptibilidad/severidad del fenómeno de fragilización por temple.

1.3.1 Aluminio

El aluminio se ha utilizado principalmente en la producción del acero para propósitos de desoxidación; sin embargo, no se puede ignorar su papel como un elemento microaleante. En los aceros, el aluminio se puede combinar con nitrógeno disuelto para precipitar como nitruros de aluminio. Este cerámico tiene una gran influencia sobre el control del tamaño de grano, el cual influye directamente con la templabilidad y las propiedades mecánicas [58]. Con altas concentraciones de nitruro de aluminio se puede tener un efecto fragilizante que se manifiesta con una fractura intergranular [59].

La solubilidad del AlN en el acero se comporta de acuerdo con la ecuación del producto de solubilidad normal:

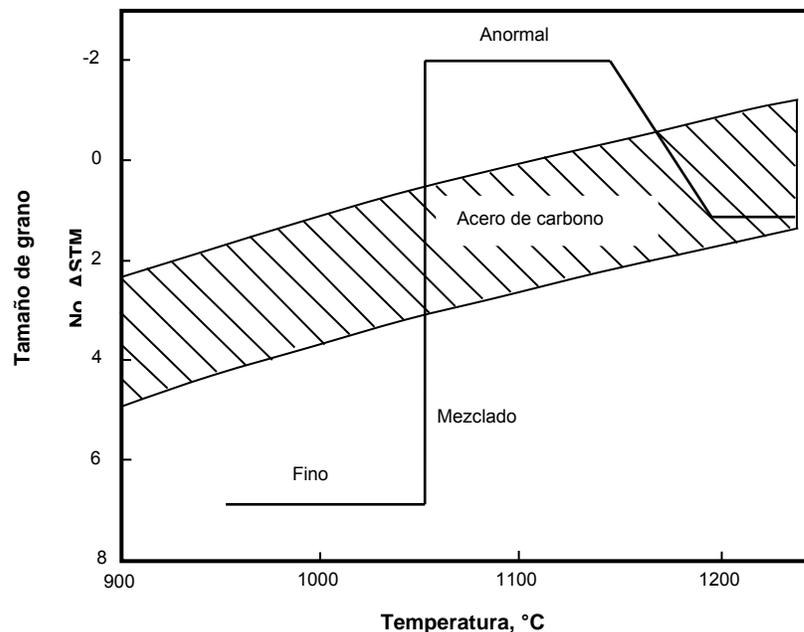
$$\ln[Al][N] = \ln k = \frac{Q}{RT} + C \quad (1.8)$$

Donde $[Al]$ y $[N]$ representan respectivamente la concentración de aluminio y el nitrógeno, k es la solubilidad producto, Q es la energía de activación, R es la constante de gas, T es la temperatura absoluta y C es una constante. Bajo condiciones de equilibrio, la precipitación ocurre cuando se excede la solubilidad producto. De manera complementaria Leslie y sus colaboradores [60] propusieron que la solubilidad del AlN se debía representar por la Ecuación (1.9)

$$\log[Al][N] = -\frac{6770}{T} + 1.03 \quad (1.9)$$

Las ecuaciones que se describieron anteriormente son muy útiles para calcular la temperatura aproximada de disolución del AlN como una función de la cantidad de Al y N presentes en el material. En la Figura 1-6 se puede observar la importancia de controlar la temperatura de disolución de los precipitados de AlN. En esta gráfica se observa que los aceros al carbono (franja rayada) que se calientan en el campo austenítico presentan un crecimiento de grano gradual y relativamente uniforme. Sin embargo en esta gráfica también se observa que en los aceros aleados con aluminio (línea continua) el crecimiento de grano es lento hasta alcanzar la temperatura de grano grueso (usualmente alrededor de 1100°C), donde comienza la disolución del AlN y los granos aislados crecen a expensas de los granos pequeños. Este fenómeno, descrito como recristalización secundaria o crecimiento de grano anormal, produce una microestructura doble que consiste de granos de austenita primarios finos y unos pocos granos gruesos aislados. Con temperaturas de austenización más altas (alrededor de 1250°C) se presenta el crecimiento de grano normal y se produce un tamaño de grano más uniforme el cual es considerablemente más fino que aquellos producidos de la recristalización secundaria [61].

Figura 1-6: Una comparación de los efectos de la temperatura de recocido sobre el crecimiento del grano en los aceros de carbono (franja rayada) y en aceros aleados con aluminio (línea continua) para un tiempo de tratamiento de una hora [61].



1.3.2 Boro

El boro es un elemento aleante que normalmente se usa para incrementar la templabilidad del acero. Este efecto está asociado con la migración del boro hacia los bordes de grano de la austenita y la inhibición de la nucleación de la ferrita en los bordes de grano [62-65].

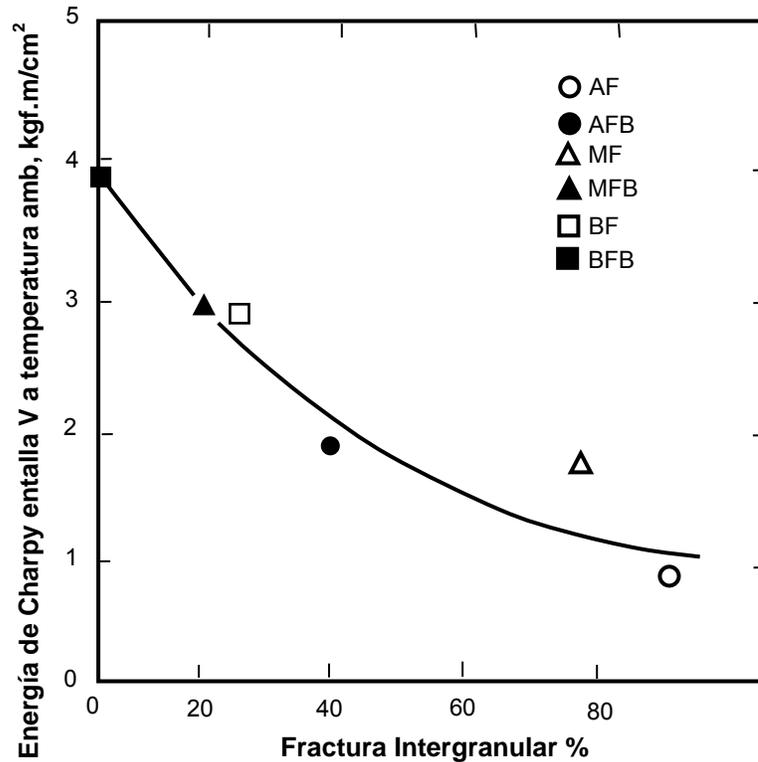
El boro presente en precipitados no contribuye al aumento en la templabilidad y aleado con aluminio y titanio evita la formación del nitruro de boro y la disminución del boro en solución [64]. El B en los bordes de grano puede incrementar la tenacidad mediante uno o una combinación de los siguientes mecanismos [66-70]:

- El boro aumenta intrínsecamente la cohesión de borde de grano en el hierro
- El boro suprime la segregación del fósforo hacia los bordes de grano

Inoue y Namba [70] estudiaron los efectos del contenido de fósforo y las adiciones de boro sobre la cantidad de fractura intergranular en los aceros de medio carbono; sus resultados se resumen en la Figura 1-7. Se muestra la correlación entre una disminución en la energía de impacto a temperatura ambiente y un incremento en el porcentaje de fractura intergranular. Las muestras sin boro (símbolos abiertos) y las muestras con boro (símbolos sólidos), presentaron un incremento en la cantidad de fractura intergranular con un incremento en el fósforo. Es evidente la trascendencia de la adición de boro al comparar el acero con bajo contenido de fósforo (BF) y el acero con medio contenido de fósforo más boro (MFB), los cuales exhiben la misma tenacidad y extensión de fractura intergranular.

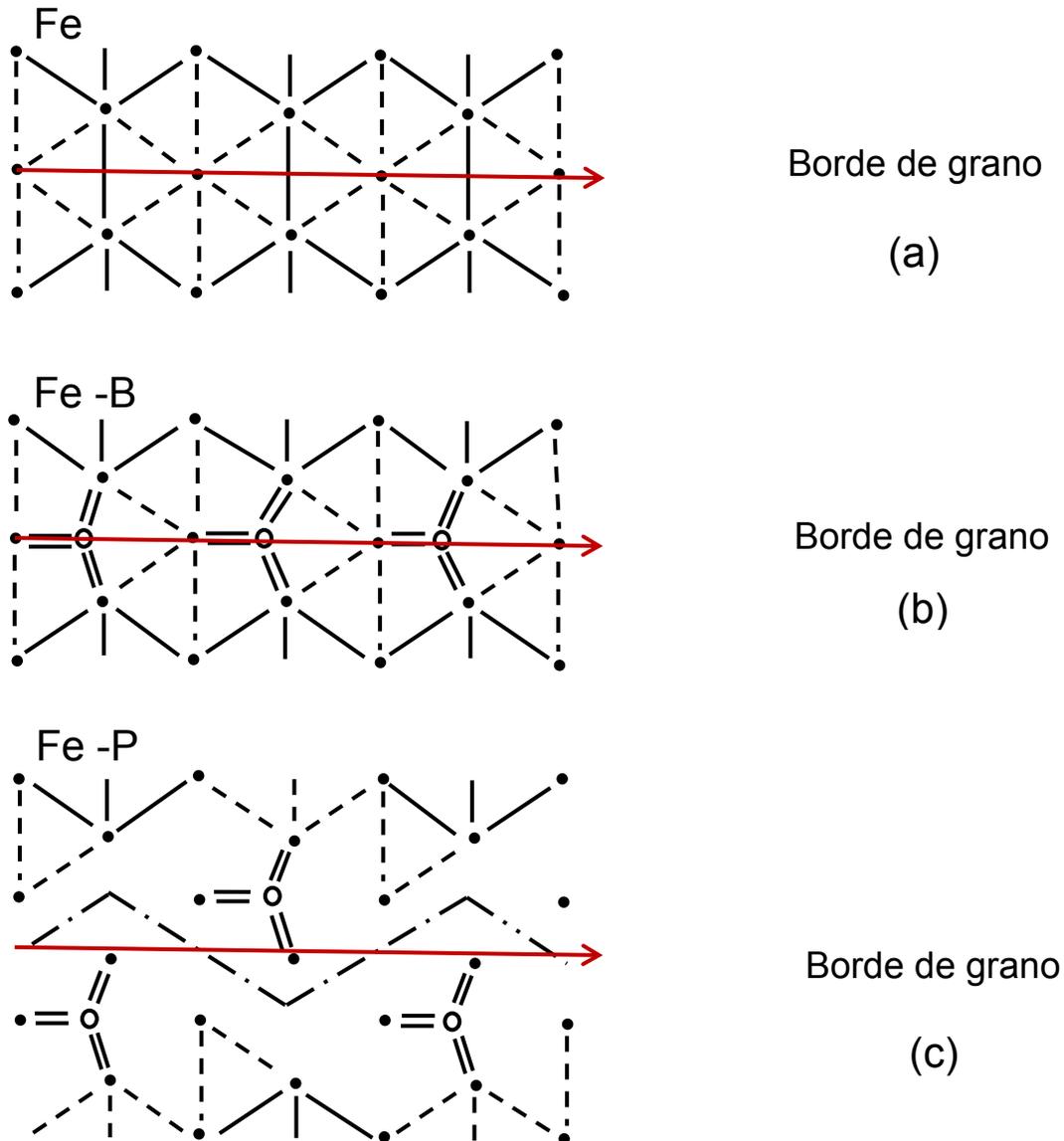
Hashimoto y sus colaboradores [71] estudiaron el efecto de la segregación de fósforo y boro sobre el estado de los enlaces en los bordes de grano. En la Figura 1-8 se muestra una representación esquemática de los efectos del P y B sobre dichos enlaces. Ellos consideraron que los átomos del hierro puro en un borde plano están enlazados débilmente con sus átomos vecinos. Sin embargo, la resistencia de los bordes de grano no disminuye mucho, ya que algunos átomos vecinos están fuertemente enlazados de manera perpendicular al borde plano, ver Figura 1-8a.

Figura 1-7: Relación entre la energía de Charpy en entalla V y la fracción de aparición de fractura intergranular de los especímenes templados desde 1100°C y revenidos a 350°C. Las leyendas que indican composición: AF-0.027P; AFB-0.026P, 0.0017B; MF-0.013P; MFB-0.013P, 0.0014; BF-0.002P; BFB-0.002P, 0.0015B [70].



Cuando se considera la segregación del boro, se forman enlaces fuertes entre los átomos hierro-boro a lo largo de los bordes de grano y los enlaces hierro-hierro no se debilitan, es decir, el boro aumenta la cohesión en el material, ver Figura 1-8b. Una vez que se segregan los átomos de impurezas de fósforo en este borde, se introducen nuevas estructuras y los enlaces perpendiculares al borde plano y de carácter fuerte se debilitan debido a los enlaces débiles hierro-hierro circundantes a los compuestos de Fe_9P . Hashimoto y sus colaboradores [71] consideran que la fractura intergranular puede ocurrir a lo largo de la línea cadena de un solo punto que se muestra en la Figura 1-8c, concluyendo que el fósforo actúa como fragilizador del hierro.

Figura 1-8: Representación esquemática del efecto de la segregación del boro y del fósforo sobre los estados de enlace en los bordes de grano del hierro. Las flechas rojas representan el plano del borde de grano. Las líneas dobles, simples y discontinuas representan enlaces fuertes, normales y débiles entre átomos, respectivamente. (a) Borde de grano en el hierro puro, (b) borde de grano en la aleación Fe-B, y (c) borde de grano en la aleación Fe-P [71].



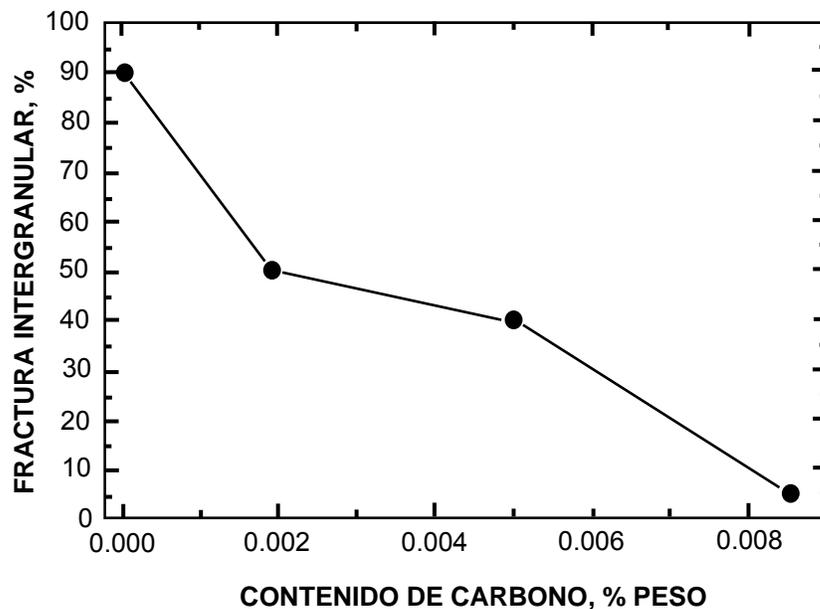
1.3.3 Carbono

El carbono puede modificar la tenacidad dependiendo si está presente como elemento libre o como compuesto. El carbono en forma elemental aumenta la cohesión de borde de grano y mejora la tenacidad [72-74], mientras que en forma de carburo induce la fractura intergranular [32,35,36,75].

Para los aceros de bajo carbono se han propuesto tres hipótesis para explicar los efectos del carbono elemental sobre la fractura intergranular [73], las cuales se resumen a continuación:

1. Con un incremento en la concentración de carbono en volumen se produce una disminución del porcentaje de fractura intergranular, ver Figura 1-9. Este fenómeno se puede interpretar con un modelo de competición de sitio en el cual se consideran los átomos de carbono para reemplazar la segregación del fósforo en los bordes de grano y la disminución de la segregación de fósforo incrementa la tenacidad [74].

Figura 1-9: Variación del porcentaje de fractura intergranular con la concentración volumétrica de carbono en Fe-0.17P recocido a 600°C [74].



2. Los átomos de carbono modifican la naturaleza del enlace atómico alrededor de los átomos de fósforo y reducen el efecto debilitante del fósforo sobre la cohesión del borde de grano.
3. El carbono incrementa la cohesión del borde de grano por sí mismo, independientemente de la segregación del fósforo. Suzuki y colaboradores [73] creyeron que el principal efecto del carbono elemental sobre la reducción de la cantidad de fractura intergranular se debe al efecto inherente del carbono segregado para incrementar la cohesión del borde de grano.

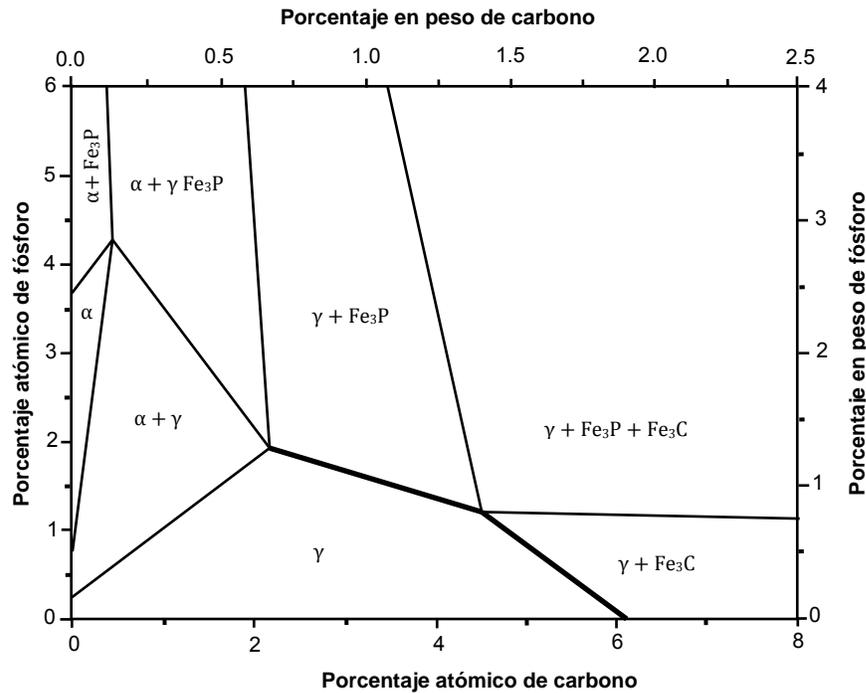
Por otro lado, en los aceros de alto carbono se observó que la cementita, Fe_3C , se forma sobre los bordes de grano de la austenita, promoviendo la fractura intergranular y la reducción de la tenacidad [32,33,35,36,76-78]. Los mecanismos de fragilidad de estos se presentaron en la sección 1.1.

1.3.4 Fósforo

El efecto combinado del fósforo y la cementita en los bordes de grano es uno de los mecanismos más importantes de la fragilización por temple. El fósforo se segrega hacia los bordes de grano durante la austenización y el temple [79-81]. El grado de concentración intergranular del fósforo es una función de la aleación y del procesamiento; este disminuye con un incremento en la temperatura de austenización y una disminución en la concentración volumétrica del fósforo [80].

El efecto de la segregación de fósforo se aumenta por su interacción con el carbono en los bordes de grano. La Figura 1-10 muestra una sección isotérmica a $950^{\circ}C$ para el sistema de fase ternario Fe-P-C [82]. Como se puede observar por el seguimiento de la línea más gruesa desde la derecha hacia la izquierda, con un incremento en el contenido del fósforo se disminuye la solubilidad del carbono en la austenita. Con el incremento de la concentración volumétrica de fósforo y la segregación de fósforo hacia los límites de grano de la austenita se aumenta la formación de cementita y se disminuye la solubilidad del carbono en equilibrio con la cementita.

Figura 1-10: Sección isotérmica a 950°C para el sistema de fase ternario Fe-P-C [82].



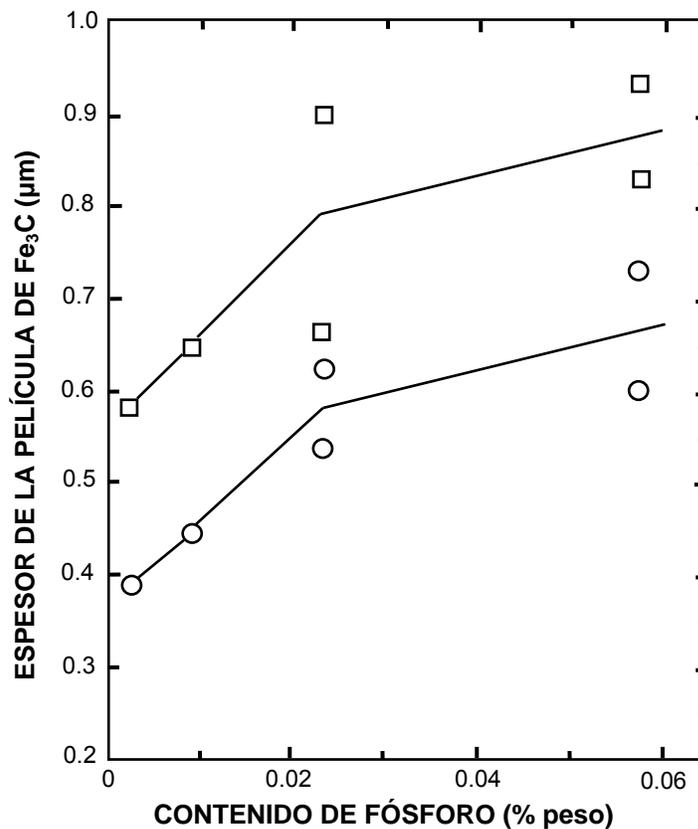
La segregación del fósforo durante la austenización promueve la formación de películas muy delgadas de cementita de borde de grano durante el temple en el acero 0.85%C EX24 [35]. La Figura 1-11 muestra las medidas experimentales del espesor de las películas de cementita formadas sobre los bordes de la austenita como una función del contenido del fósforo [77]. La línea superior (cuadrados) se determinó de las muestras preparadas a 750°C por 60 minutos, mientras que la línea inferior (círculos) se determinó de las muestras mantenidas a 750°C por 10 minutos. Estos resultados indican que un incremento en la segregación de fósforo hacia los bordes de grano de la austenita durante la austenización acelera la formación isotérmica de cementita en el acero 52100 [36].

1.3.5 Tamaño de grano

El tamaño de grano de la austenita es el único factor metalúrgico que permite un incremento tanto en el límite elástico como en la tenacidad. El tamaño de grano de la austenita previa afecta la segregación de elementos de impureza hacia los bordes de grano mediante la modificación de la razón del área a volumen de la superficie del borde

de grano. Si una cantidad finita de soluto está libre para segregarse hacia los bordes de grano, entonces un acero con un tamaño de grano más pequeño (el cual tiene un área superficial mayor que un acero de grano grande) tendrá una concentración mucho más diluida de impurezas en los bordes de grano.

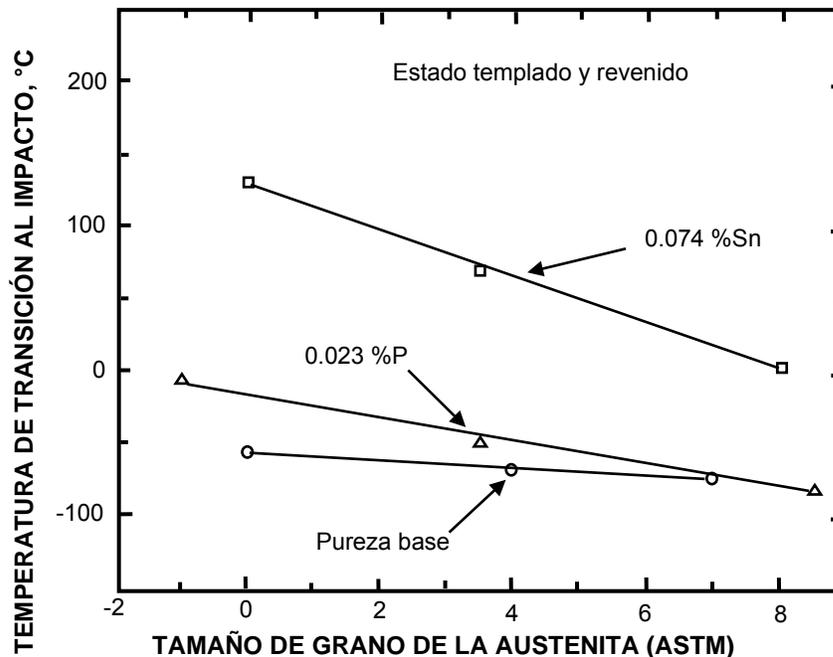
Figura 1-11: Promedio del espesor de la película de cementita medido como una función del contenido de P para tiempos de sostenimiento de 10 (círculos) y 60 (cuadrados) minutos a 750°C en un acero 52100 [77].



La influencia del tamaño de grano austenítico y las impurezas sobre la temperatura de transición de impacto fue estudiada por Campus [83] en un acero 3%Ni-Cr con composición estándar (pureza base) y el mismo acero con impurezas, cuyos resultados se pueden observar en la Figura 1-12. El acero sin impurezas presenta un ligero incremento en la temperatura de transición (desde -84 hasta -68°C) a medida que el tamaño de grano austenítico se incrementa desde ASTM 7 a 0. Con la introducción de

elementos de impureza, la temperatura de transición al impacto es más sensible al tamaño de grano, por ejemplo, con la adición de estaño se observó una variación en la temperatura de transición desde -6 hasta 120°C. La adición del fósforo presentó una tendencia similar, un incremento de la temperatura de transición a medida que el tamaño de grano se incrementa, pero los efectos de la adición del fósforo desaparecieron una vez el tamaño de grano austenítico alcanzó un tamaño cercano a ASTM 8. Como todos estos aceros se templaron desde la misma temperatura de austenización, se puede considerar que es similar la cantidad de fósforo libre para segregarse hacia los bordes de grano. Por lo tanto, se supone que las variaciones en la temperatura de transición se produjeron por el efecto de disolución debido al tamaño de grano menor [73].

Figura 1-12: Efecto del tamaño de grano austenítico sobre la temperatura de transición de los aceros Ni-Cr dopados con P o Sn, los cuales tenían dureza constante y concentración de dopante intergranular fija [83].



1.4 Sistema de clasificación morfológica de Dubé

En las siguientes secciones se discute la clasificación de las diferentes morfologías de los precipitados de la cementita de borde de grano.

La clasificación de las diferentes morfologías en que la ferrita y la cementita se pueden desarrollar fue presentada inicialmente por Dubé y posteriormente modificada por Aaronson [84] con la inclusión de subgrupos primarios y secundarios. La Figura 1-13 muestra la clasificación morfológica de Dubé que se resumen en los siguientes sistemas [84]:

- (a) Cristales alotriomorfos de borde de grano los cuales nuclean en los bordes de grano de la matriz y crecen preferencialmente a lo largo de esos bordes.
- (b) Placas laterales de Widmāstatten que son cristales en forma de placas o agujas los cuales se desarrollan en los bordes de grano de la matriz hacia el interior de la matriz. También hay placas laterales secundarias que normalmente se desarrollan desde los bordes de grano alotriomorfos.
- (c) Los dientes de sierra de Widmāstatten tienen una sección transversal triangular en el plano de pulido y se desarrollan desde la región de los bordes de grano.
- (d) Los idiomorfos que son cristales aproximadamente equiaxiales. En la transformación a ferrita o cementita, ellos se forman casi enteramente en el interior de los granos de austenita (primarios). En otras transformaciones, tanto en aleaciones ferrosas o no ferrosas, también se han observado idiomorfos de borde de grano (secundarios).
- (e) Las placas intragranulares Widmāstatten, o agujas, se forman en los interiores de los granos de matriz.
- (f) Las estructuras masivas, resultan de la deformación de los cristales de otras morfologías y del crecimiento de grano dentro de la matriz que forman una microestructura policristalina equiaxial en todo el volumen.

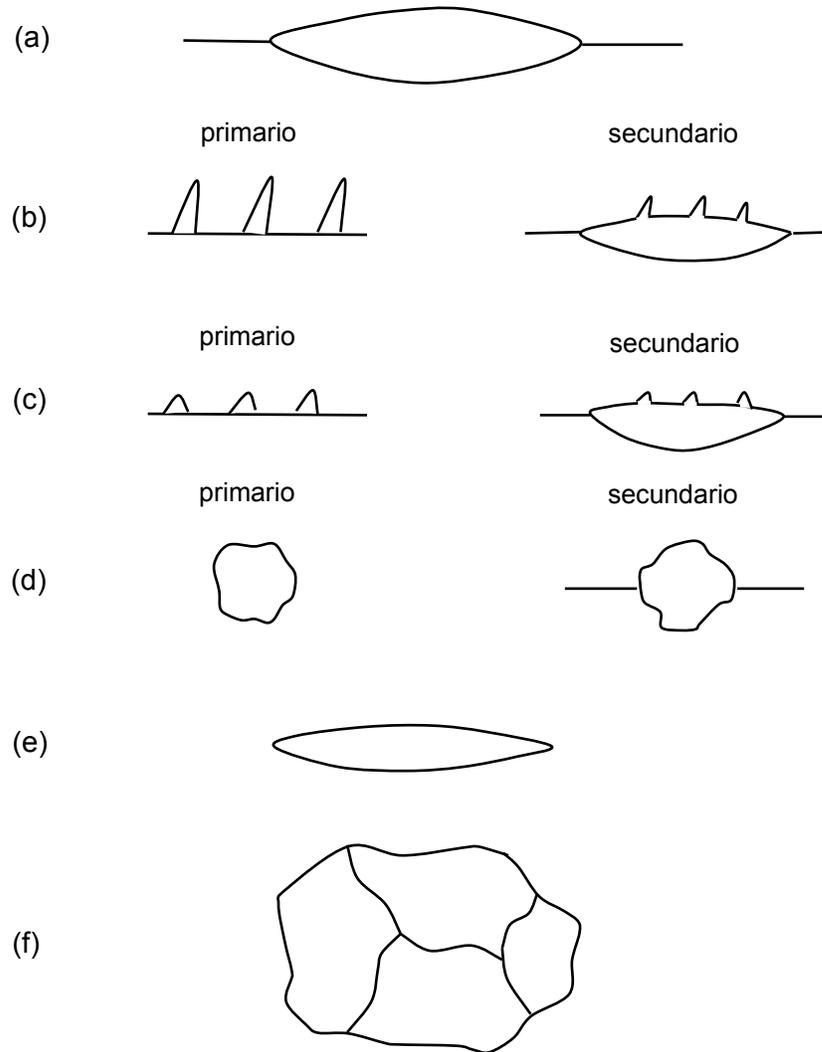
En este estudio consideraremos el crecimiento de la cementita como bordes de grano alotriomorfos.

1.4.1 Cinética de crecimiento de la cementita alotriomorfa

Heckel y Paxton [85] estudiaron la cinética del crecimiento de los bordes de grano alotriomorfos en aceros hipereutectoides suponiendo que los granos de la austenita se

pueden tratar como esferas y que el crecimiento de la cementita alotriomorfa está controlada por la difusión del carbono.

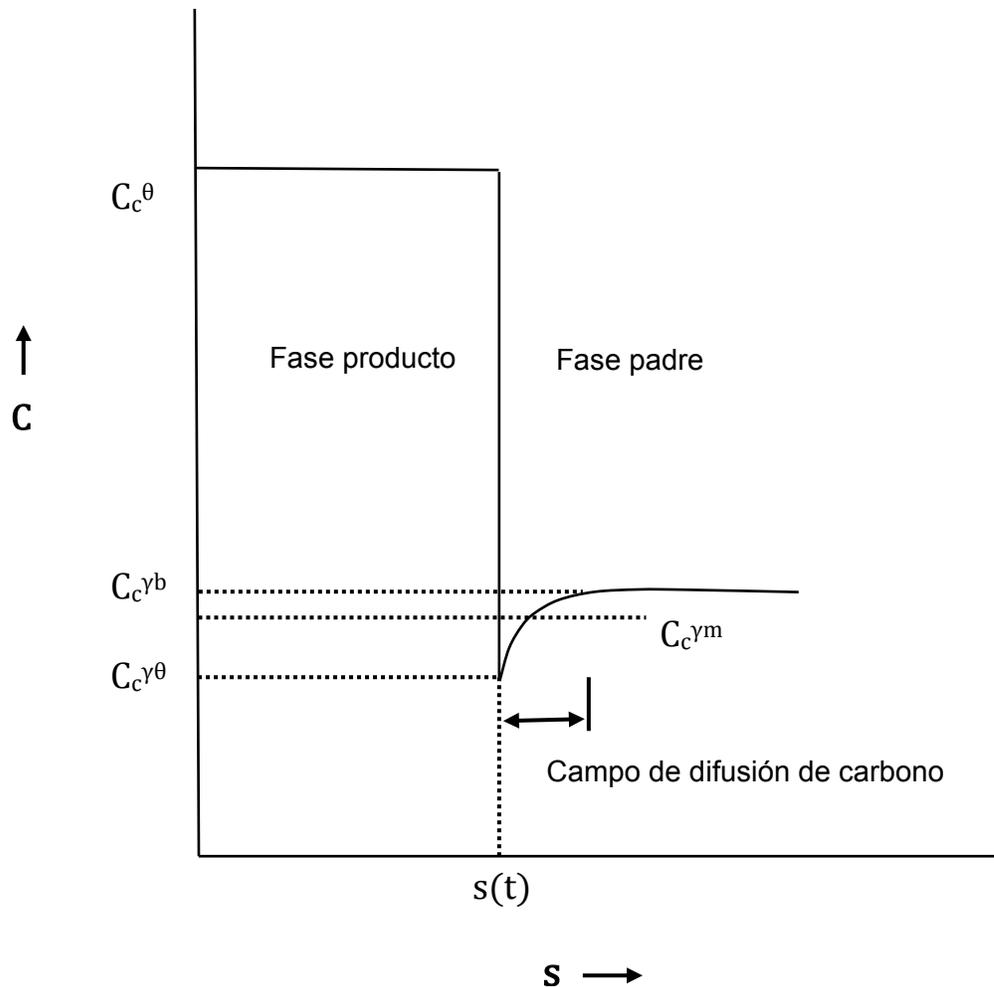
Figura 1-13: El sistema de clasificación morfológico de Dubé. (a) bordes de grano alotriomorfos, (b) placas laterales de Widmanstätten, (c) diente de sierra Widmanstätten, (d) idiomorfos, (e) Widmanstätten intragranular y (f) estructuras masivas [84].



En el crecimiento controlado por la difusión del carbono, el perfil de concentración de carbono contra la distancia a través del compuesto cementita/austenita podría tener la forma que se muestra en la Figura 1-14. La distancia desde la interface cementita/austenita hasta el punto donde la concentración de carbono alcanza la concentración volumétrica de carbono define un campo de difusión de carbono. Las

interacciones entre los campos de difusión de los diferentes precipitados afectan significativamente la cinética del crecimiento. En el crecimiento controlado por la difusión de carbono, el carbono se debe difundir hacia la interface cementita/austenita y eventualmente unirse con la red de cementita junto con tres átomos de hierro.

Figura 1-14: Esquema del perfil de concentración a través de un borde de cementita migrando por difusión volumétrica. El campo de difusión del carbono se define por medio de la distancia desde la interface cementita/austenita hasta el punto donde la concentración de carbono alcanza la concentración volumétrica de carbono.



La película de cementita entre los dos granos de austenita se forma por la difusión de carbono hacia los bordes de grano; así solamente la mitad del espesor de la película se debe asociar con un solo grano. Suponiendo que el volumen específico de la cementita y la austenita sea el mismo y que la pérdida de carbono de la austenita sea balanceado por la ganancia de carbono en la cementita, uno puede obtener la mitad del espesor de la película, s , de acuerdo a la Ecuación (1.10) [86].

$$s = \left[1 - \left(\frac{C_C^\theta - C_C^{\gamma b}}{C_C^\theta - C_C^{\gamma m}} \right)^{1/3} \right] R \quad (1.10)$$

Donde $C_C^{\gamma m}$ y $C_C^{\gamma b}$ son, respectivamente, las concentraciones media y volumétrica del carbono en la austenita, C_C^θ es la concentración del carbono en la cementita y R es el radio del grano de la austenita. Suponiendo que el valor de x sea pequeño comparado con R y la difusividad del carbono en la austenita, D , sea constante sobre toda la esfera de austenita, Heckel y Paxton [85] calcularon el valor de $C_C^{\gamma m}$ como una función del tiempo de crecimiento, t , de acuerdo a la Ecuación (1.11).

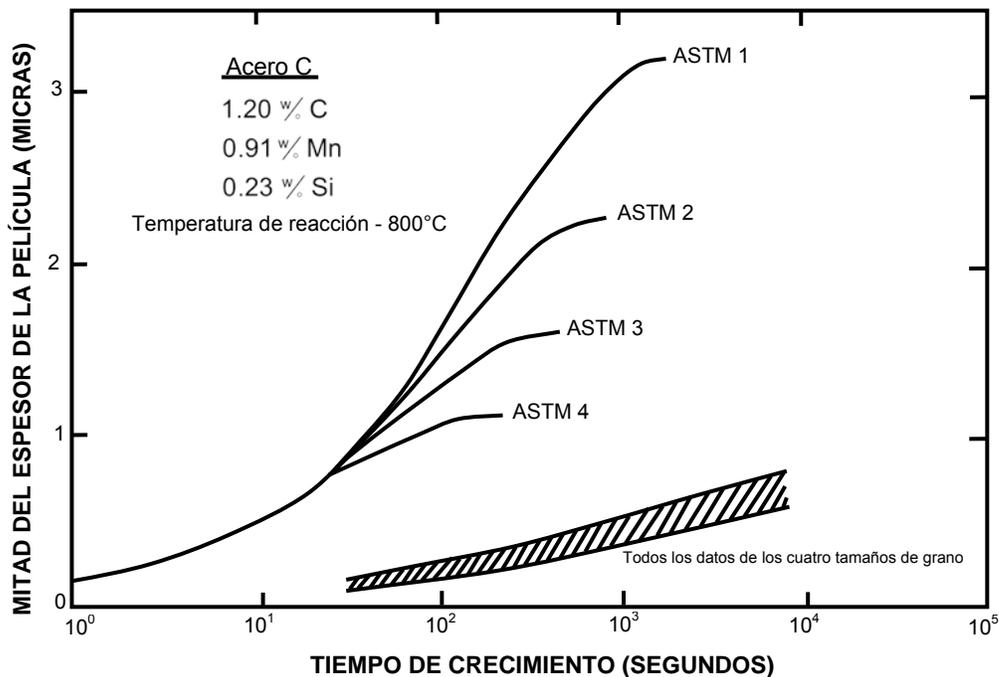
$$\left(\frac{C_C^{\gamma b} - C_C^{\gamma m}}{C_C^{\gamma b} - C_C^{\gamma \theta}} \right) = \frac{6}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n^2} \exp - \left(\frac{Dn^2\pi^2 t}{R} \right) \quad (1.11)$$

Donde $C_C^{\gamma \theta}$ es la concentración en equilibrio del carbono en la austenita. El tiempo de crecimiento, t , como se utilizó en la Ecuación (1.11) está definido como la diferencia entre el tiempo total de reacción y el tiempo de incubación como se observa microscópicamente; por esta definición la nucleación de la cementita ocurre en el tiempo de crecimiento cero.

Heckel y Paxton [85] estudiaron sistemáticamente los efectos del tamaño de grano, la temperatura de reacción y la composición de la aleación sobre el crecimiento de los alotriomorfos de cementita. La Figura 1-15 muestra las mitades de los espesores calculados (de las Ecuaciones (1.10) y (1.11)) y experimentales como una función del tiempo de reacción a 800°C para un acero 1.2%C, 0.91%Mn, 0.23%Si con diferentes tamaños de grano. La comparación entre los resultados calculados y experimentales indica que el crecimiento es relativamente insensible al tamaño de grano. Heckel y

Paxton también observaron que el crecimiento de la cementita es relativamente insensible a la temperatura de reacción pero sensible al contenido de aleación del acero. Las diferencias entre el engrosamiento experimental y los valores calculados indican que las películas de cementita se engrosaron más lentamente de lo que se podría predecir por un modelo de crecimiento controlado por la difusión del carbono.

Figura 1-15: La mitad del espesor de las películas de cementita calculada (líneas sólidas) y experimental (franja cruzada) como una función del tiempo de reacción a 800°C para un acero 1.2%C, 0.91%Mn, 0.23%Si con diferentes tamaños de grano [85].



Heckel y Paxton reconocieron la disminución en la tasa de crecimiento con los cambios en la composición de la aleación, por ejemplo la acumulación de Si delante de la cementita en crecimiento. La expulsión de silicio podría acumularse en la interface en avance resultando en un retardo del crecimiento mediante el incremento de la actividad del carbono en las regiones de interface reduciendo así localmente el gradiente de actividad del carbono. Para que el crecimiento de la cementita continúe, el Si se debe difundir en la austenita desde la interface. Debido a la baja difusividad del Si en la austenita, se considera que el crecimiento de la cementita es controlado por la difusión del Si fuera de la interface [85]. Ando y Krauss [87] también encontraron tasas de

engrosamiento bajas de la cementita alotriomorfa de borde de grano en el acero AISI 52100 en las últimas etapas del crecimiento de la cementita. Ellos indicaron que además del Si, la partición del Cr en las últimas etapas del crecimiento debería retardar más el crecimiento de la cementita alotriomorfa.

Las inconsistencias entre los datos experimentales y calculados se podrían relacionar con la estructura de borde de la interfase. Los modelos de crecimiento controlados por la difusión de gran alcance se fundamentan en un borde de interfase desordenado (uno donde la energía libre de interface no depende fuertemente de la mala orientación entre las fases padre y producto) el cual pueda migrar normal a él mismo a una velocidad de crecimiento mayor que cuando se encuentra un crecimiento ordenado. Las intercaras ordenadas tienden a tomar formas en equilibrio que están relacionadas con las direcciones de energía de intercara mínima.

Ando y Krauss [86] estudiaron la estructura de la cementita sobre las superficies de fractura intergranular en el acero 1.5Cr-1C. A menudo la superficie intergranular exhibió pasos y salientes finas que caracterizan una interface ordenada, además ellos observaron que la interface de la cementita está escalonada incluso en la etapa inicial donde no ha ocurrido la deformación completa de la cementita alotriomorfa. La observación de interfaces ordenadas indica que el crecimiento de la cementita alotriomorfa no se podría describir únicamente con los modelos de difusión de gran alcance. Para caracterizar mejor el crecimiento de los alotriomorfos de borde de grano en su sistema ternario, Ando y Krauss [87] describieron el crecimiento en términos de tres etapas: un crecimiento parabólico inicial sin partición, etapa 1; un crecimiento no parabólico sin partición, etapa 2; y un crecimiento de partición posterior, en la cual ocurre una partición apreciable de los elementos aleantes sustitucionales. Una vez se alcance la etapa 3, el crecimiento de la cementita alotriomorfa de borde de grano es tan lento que para propósitos prácticos se puede considerar que ésta termina.

En la etapa 1, la difusión de carbono controla el crecimiento de los alotriomorfos. Se puede considerar que los elementos sustitucionales se difunden tan lentamente que ellos pueden permanecer efectivamente sin ser particionados. Los campos de difusión del carbono en la matriz son independientes en la etapa 1 y se pueden utilizar soluciones finitas para describir el crecimiento en la etapa 1. Zener [88] presentó una ecuación de

crecimiento aproximada para la etapa 1 considerando un caso de crecimiento unidimensional:

$$s \approx \alpha_1^* (Dt)^{1/2} \quad (1.12)$$

Con;

$$\alpha_1^* = \frac{(C^{\gamma b} - C^{\gamma m})}{(C^{\theta} - C^{\gamma m})^{1/2} (C^{\theta} - C^{\gamma b})^{1/2}} \quad (1.13)$$

Donde s es la mitad del espesor de la placa. La etapa de crecimiento parabólico dura hasta que comienza una deformación apreciable de los campos de carbono en la matriz, pero continua aún sin la partición de elementos sustitucionales.

La cinética del crecimiento para la película alotrópica esférica durante la etapa 2 se puede describir por medio de las Ecuaciones (1.14) hasta (1.16).

$$t_2 = \frac{1}{4D_1^{\alpha}} \left\{ \begin{array}{l} \frac{1}{2} (2R - s - s_1^f)(s - s_1^f) \\ + \frac{(R - s_2^f)^2}{6} \ln \frac{[3R^2 - 3R(s + s_2^f) + s^2 + s s_2^f + s_2^{f2}](s_1^f - s_2^f)^2}{[3R^2 - 3R(s_1^f + s_2^f) + s_1^{f2} + s_1^f s_2^f + s_2^{f2}](s - s_2^f)^2} \\ - \frac{(R - s_2^f)^2}{\sqrt{3}} \left[\tan^{-1} \frac{3R - s_1^f - 2s}{\sqrt{3}(R - s_2^f)} - \tan^{-1} \frac{3R - s_2^f - 2s_1^f}{\sqrt{3}(R - s_2^f)} \right] \end{array} \right. \quad (1.14)$$

Con;

$$s_1^f = \frac{2(x_I^{\alpha b} - \bar{x}_I^{\alpha b})L}{4x_I^{\beta} - 2(x_I^{\alpha\beta} - \bar{x}_I^{\alpha\beta})} \quad (1.15)$$

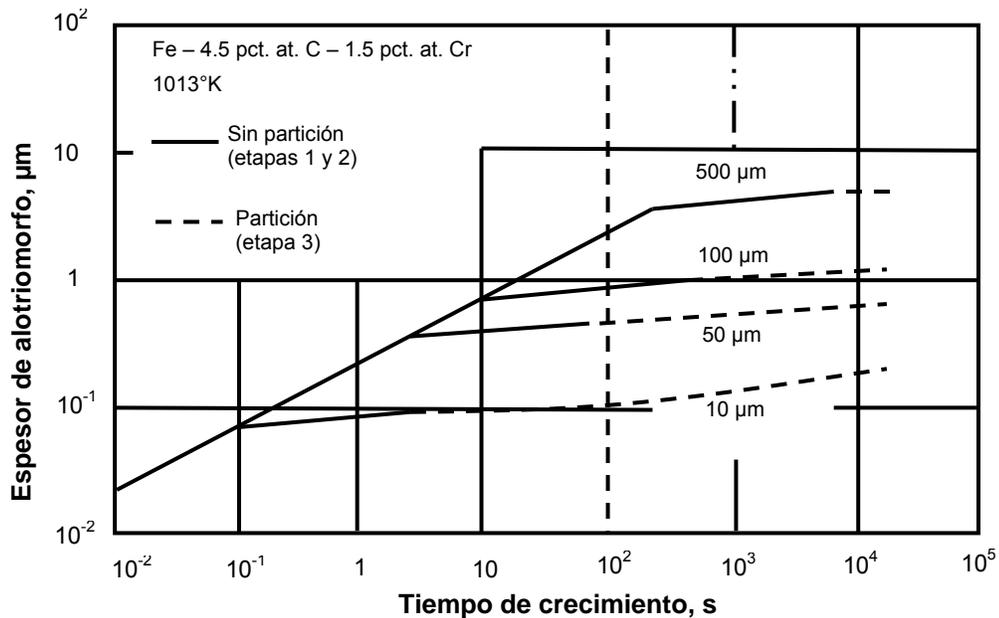
y

$$s_2^f = R \left[1 - \left(\frac{x_I^{\beta} - x_I^{\alpha b}}{x_I^{\beta} - \bar{x}_I^{\alpha\beta}} \right)^{1/3} \right] \quad (1.16)$$

Donde L es la mitad de la distancia entre los centros de dos alotriomorfos planos, s_1^f es la mitad del espesor sin corregir al final de la etapa 1, s_2^f es el valor de la mitad del espesor de la placa al final de la etapa 2, x_I^β es la fracción atómica del carbono en el alotriomorfo, $x_I^{a\beta}$ es la fracción atómica del carbono en la aleación y $\bar{x}_I^{a\beta}$ es la concentración que representa la actividad del carbono en la matriz. La etapa 2 termina cuando la actividad del carbono llega a ser uniforme a través de la matriz.

Ando y Krauss [87] utilizaron las ecuaciones anteriores para simular el crecimiento de la cementita alotriomorfa en el acero 1.5Cr-1C y algunos de sus resultados se presentan en la Figura 1-16. Esta figura muestra el efecto del tamaño de grano sobre la cinética de crecimiento predicha utilizando el modelo de geometría esférica. Como se discutió previamente el crecimiento de la cementita alotriomorfa ocurre principalmente durante las etapas de no partición.

Figura 1-16: Crecimiento de la cementita simulado el cual muestra los efectos del tamaño de grano sobre la cinética del crecimiento de los alotriomorfos de cementita de acuerdo al modelo esférico [87].



1.5 Modelamiento del campo térmico

Para una probeta cilíndrica (cuya razón altura/diámetro sea mayor a 4), la evolución de los campos térmico y microestructural durante el temple se calcula resolviendo las ecuaciones gobernantes correspondientes para un sistema axi-simétrico con flujo 1D (dirección radial). Para el campo térmico se consideran dos tipos de problemas matemáticos: 1) el problema directo de conducción de calor (DHCP, de sus siglas en inglés) y 2) el problema inverso de conducción de calor (IHCP, de sus siglas en inglés). En el primero, se conocen las condiciones de frontera e inicial y se procede a resolver, numéricamente, la ecuación diferencial que representa a la conservación de energía térmica; para el segundo problema se conocen tanto la historia térmica en al menos un punto interior como la condición inicial y una de las condiciones de frontera, y se aplica un método numérico para estimar a la condición de frontera térmica para la frontera probeta/medio de enfriamiento.

La formulación matemática del DHCP incluye transporte por conducción como el mecanismo dominante en el sólido. Aunque en principio existe un término fuente que resulta de la transformación austenita-martensita, en este trabajo ese término es absorbido por la condición de frontera activa. Así, la ecuación diferencial gobernante y las condiciones inicial y de frontera son:

$$\frac{\partial}{\partial r} \left(k(r, t) \frac{\partial T(r, t)}{\partial r} \right) = \frac{\partial (\rho(r, t) c_p(r, t) T(r, t))}{\partial t}, \quad 0 \leq r \leq R, t > 0 \quad (1.17)$$

$$\text{C.I.} \quad T(r, 0) = T_0, \quad 0 \leq r \leq L \quad (1.18)$$

$$\text{C.F.1.} \quad -k(r, t) \frac{\partial T}{\partial r} = q_1(t), \quad r = R, t > 0 \quad (1.19)$$

$$\text{C.F.2.} \quad \frac{\partial T}{\partial r} = 0, \quad r = 0, t > 0 \quad (1.20)$$

Por otra parte, la formulación matemática del problema inverso es similar a la del problema directo de conducción de calor, excepto que el flux de calor para la superficie

lateral de la probeta no se conoce y que se supondrá que no existe generación de energía térmica. Entonces:

$$\frac{\partial}{\partial r} \left(k(r, t) \frac{\partial T(r, t)}{\partial r} \right) = \frac{\partial (\rho(r, t) c_p(r, t) T(r, t))}{\partial t}, \quad 0 \leq r \leq R, t > 0 \quad (1.21)$$

$$\text{C.I.} \quad T(r, 0) = T_0, \quad 0 \leq r \leq L \quad (1.22)$$

$$\text{C.F.1.} \quad -k(r, t) \frac{\partial T}{\partial r} = q_1(t) = ?, \quad r = R, t > 0 \quad (1.23)$$

$$\text{C.F.2.} \quad \frac{\partial T}{\partial r} = 0, \quad r = 0, t > 0 \quad (1.24)$$

Este problema matemático se caracteriza por estar “mal planteado” lo que obliga a recurrir a métodos numéricos para estimar la función desconocida. En particular, en este trabajo se utilizó el método secuencial de especificación de la función propuesto por Beck *et al.* [89] el cual ha sido implementado en el software *WinProbe* [90].

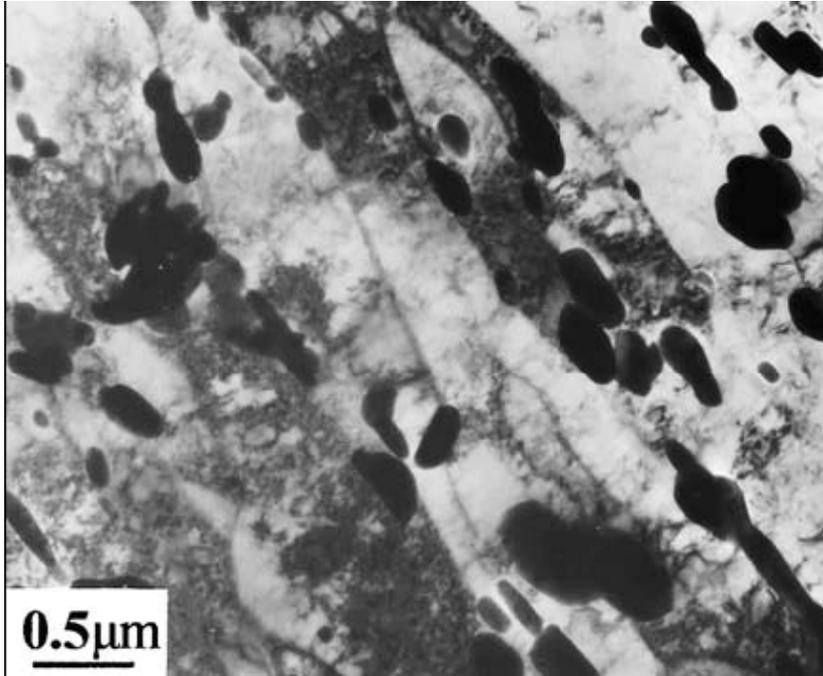
1.6 Estado del arte

En esta sección se presenta un resumen del estado de arte de las observaciones experimentales de la cementita, los precipitados de borde de grano y el fenómeno de fragilización por temple.

En algunos trabajos se ha determinado las relaciones de orientación entre la fase de cementita y otras fases, por ejemplo, la relación de orientación entre las placas de cementita Widmanstätten y la austenita [91,92] o la relación de orientación entre la ferrita y la cementita [92,93]. También se ha observado la dispersión de partículas de cementita en la matriz de un acero de medio carbono en un estudio de la disolución de la cementita durante el recocido [94], en la Figura 1-17 se puede observar una imagen de microscopía electrónica de transmisión (TEM, *transmission electron microscopy*, por sus siglas en inglés) obtenida de este trabajo. En otros estudios se ha realizado análisis sobre la precipitación de la cementita en aceros de ultra alta resistencia con el objetivo de obtener mayor conocimiento acerca de los mecanismos de crecimiento [95]. Para conseguirlo se

compararon modelos obtenidos por medio de herramientas de software y los resultados de los análisis con microscopía electrónica, como el que se observa en la Figura 1-18.

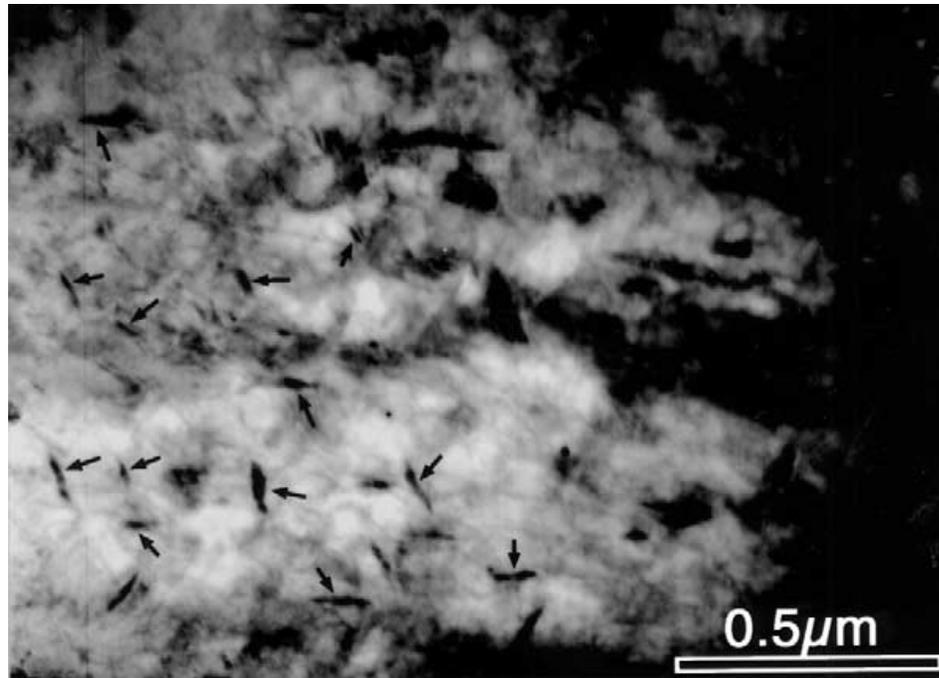
Figura 1-17: Imagen de TEM que ilustra la dispersión de las partículas de cementita en las interfaces de las cintas o placas de ferrita (antes martensita), después de un recocido de 30 min a 680°C en un acero de medio carbono [94].



Las referencias citadas anteriormente se han enfocado en estudiar a la cementita como fase. A continuación se mencionarán algunas investigaciones donde el tema central es la formación de cementita en los bordes de grano, lo cual está muy relacionado con los objetivos de este trabajo de investigación.

En la Figura 1-19 se puede observar uno de los resultados del estudio de la microestructura para una aleación Fe-1.34 %C-13.0 %Mn. En ese trabajo se encontraron precipitados de cementita, los cuales formaban redes interconectadas de precipitados de cementita de borde de grano y Widmanstätten [96]. También se encontró un análisis de la morfología de las dendritas de cementita de borde de grano [97].

Figura 1-18: Micrografía TEM de campo brillante de un acero C3B revenido a 755°K. Se observan partículas de cementita (señaladas por las flechas) en medio de una alta densidad de dislocaciones [95].

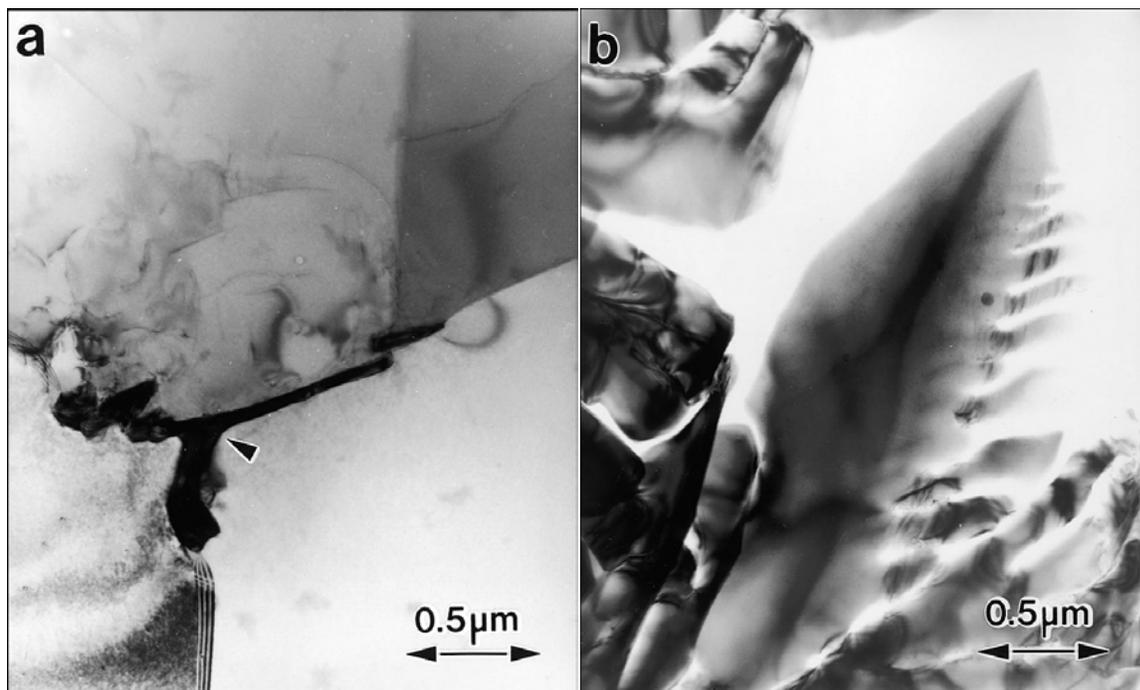


En la década pasada se realizaron una buena cantidad de trabajos sobre los precipitados de borde de grano en el acero, enfocándose en el análisis cristalográfico de estos precipitados, principalmente en determinar su coherencia con la matriz utilizando técnicas de TEM y complementándose con el análisis químico por medio de espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (EDX, *energy-dispersive X-ray spectroscopy*, por sus siglas en inglés) [98-106].

Es importante mencionar que se revisaron trabajos sobre los diferentes precipitados de borde de grano que se encontraron en esta investigación, con temas como por ejemplo: la precipitación de fases tales como TiN, NbC, AlN, MnSiN₂, (Ti,Nb)(C,N), (M₁,M₂)(C,N), M₂₃C₆, M₂C, M₇C₃, Fe_{4-y}Al_yC_x en diferentes aceros, la influencia de los parámetros del tratamiento térmico sobre la precipitación, la austenización de aceros microaleados y su relación con los precipitados complejos, análisis de la morfología y de las dimensiones de los precipitados, determinación de la composición química de los precipitados, análisis cristalográfico de los precipitados, establecer las temperaturas de solución de estos precipitados en la austenita, planteamiento de modelos que explican la nucleación y el

crecimiento de los precipitados, el efecto de los precipitados sobre la microestructura del acero, la relación entre estado de precipitación y las propiedades mecánicas del acero, el efecto de elementos como Ti, V, Nb, Ni, Cu, Mo, Cr y Al sobre las propiedades mecánicas y microestructurales del acero [107-119]. En la Figura 1-20 se observa un ejemplo del análisis por medio de TEM de la evolución de los precipitados durante el procesamiento termomecánico de laminado en caliente de un acero X80.

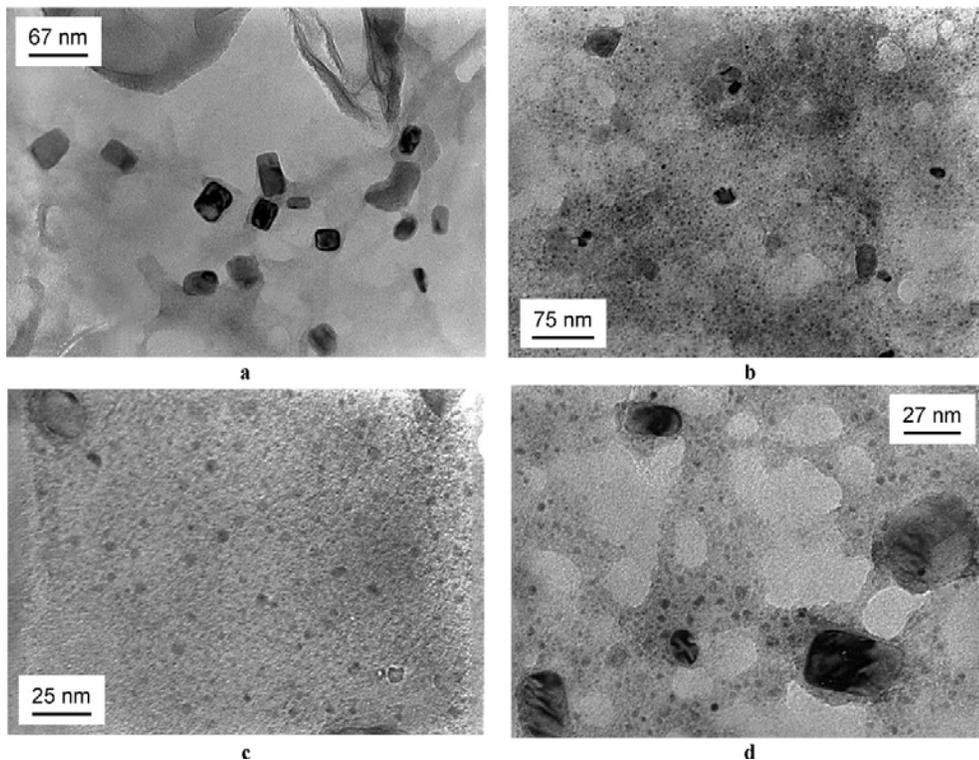
Figura 1-19: Imágenes TEM de campo brillante las cuales muestran (a) un precipitado de cementita de borde de grano ubicado una triple unión de granos austenita (señalados por la flecha) en una muestra preparada utilizando una técnica de electropulido convencional (650°C por 2 s) y (b) un precipitado de borde de grano en un espécimen TEM preparado por ataque fuerte (650°C por 1 s) [96].



Ahora bien, con respecto a la observación de la cementita y los precipitados de borde de grano en el acero 5160 y su relación con el fenómeno de fragilización por temple se encontraron pocos trabajos. Por ejemplo, en un trabajo se estudió la evolución de los carburos en la matriz de este acero en estado de revenido y la influencia de esta evolución sobre algunas propiedades mecánicas [120]. En otro estudio se analizó el efecto de la temperatura de austenización sobre el fenómeno de fragilización por temple

[121]. En este trabajo se examinaron las superficies de fractura en las que se observan las interfaces cementita/austenita en forma de escalones, como se observa en la Figura 1-21.

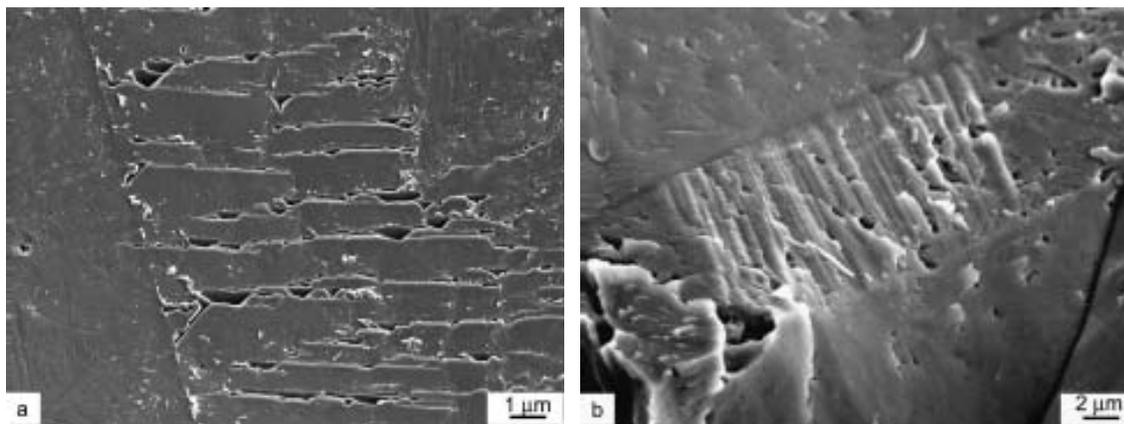
Figura 1-20: Imágenes TEM que muestran la evolución del estado de precipitación durante el laminado en caliente. “Td” = temperatura de la última deformación aplicada y “Tq” = temperatura de temple. (a) Td = Tq = 1075°C; (b) precipitados gruesos y finos, Td = 1075°C, Tq = 870°C; (c) detalle que muestra los precipitados más finos, Td = 1075°C, Tq = 870°C; (d) precipitados gruesos y finos, Td = Tq = 810°C [107].



Estos trabajos han permitido establecer algunas evidencias experimentales sobre el fenómeno de fragilización por temple. Por ejemplo, el acero 5160H normalmente se fabrica de chatarra refundida en hornos eléctricos de arco y esta técnica puede introducir elementos de impureza como P, S y Sn que se asocian a la fragilización en este acero [122]. Posteriormente, este material se somete al proceso de tratamiento térmico de temple y revenido donde presentan agrietamiento, el cual dependiendo de la geometría de las piezas se puede generar durante el temple o durante el revenido. La presencia de estas grietas reduce el tiempo de vida útil de los resortes fabricados con este acero. Este

inconveniente se ha asociado al fenómeno de fragilización por temple como se ha reportado en la literatura [120-123].

Figura 1-21: Superficies de fractura intergranular del acero 5160H en donde se muestran las regiones de escalones paralelos que se correlacionan a la morfología de las interfaces cementita/austenita. (a) Escalones paralelos ubicados a un lado de un borde de grano y (b) escalones paralelos ubicados en una región maclada de borde de grano. Micrografías SEM [121].



Como se observó en el marco teórico acerca del fenómeno de fragilización por temple se han realizado algunos estudios e incluso se ha propuesto un modelo. Las evidencias experimentales sobre esta fragilización se han enfocado principalmente en los efectos de este fenómeno sobre las propiedades mecánicas. Estos efectos se han atribuido principalmente al crecimiento de los precipitados de Fe_3C en los bordes de grano y su favorecimiento por elementos como P y Si durante los procesos de temple y revenido. La relación entre los precipitados de borde de grano, las propiedades mecánicas y el fenómeno de fragilización por temple hasta ahora se han realizado de manera indirecta debido a que las observaciones de los precipitados de borde de grano; como la cementita, se han limitado al análisis de las superficies de fractura. Estas investigaciones se han fundamentado principalmente por medio de microscopía electrónica de barrido (SEM, *scanning electron microscopy*, por sus siglas en inglés), algunos análisis por espectroscopia electrónica de Auger (AES, *Auger electron spectroscopy*, por sus siglas en inglés) y pocas observaciones por medio de TEM [120-128].

2. Desarrollo experimental

2.1 Material

El material de estudio en esta investigación fue el acero 5160H. Este material en estado de recibido, esto quiere decir el estado de condiciones en las cuales el proveedor entrega el material a la empresa, venía en presentación de platinas con las siguientes dimensiones: 13 mm x 60 mm x 7000 mm. El material fue suministrado por la empresa Industrias Metálicas Asociadas – IMAL S.A. de la ciudad de Bogotá. Esta empresa recibe los suministros de acero de cuatro proveedores diferentes, caracterizándose por las diferencias en la composición química. En la Tabla 2-1 se observa la clasificación de las platinas con el número de colada de acuerdo a la identificación otorgada a IMAL S.A. por parte de cada proveedor.

Tabla 2-1: Clasificación del acero 5160H con el número de colada suministrado por el proveedor.

COLADA	PROVEEDOR
871277	COLOMBIA
35439108	MEXICO
1F08-00610	CHINA
893077	COREA

Para efectos de clasificación y facilidad en la presentación de los resultados de este trabajo; a partir de este punto del documento, las muestras de acero 5160H se denominarán de acuerdo al proveedor de la siguiente manera: COLOMBIA, MEXICO, CHINA y COREA.

2.1.1 Análisis de la composición química del material

En la Tabla 2-2 se puede observar la composición química nominal para el acero 5160H establecida por la norma AISI [129], la cual se tomará como referencia para comparar con la composición química obtenida para los cuatro proveedores. Se debe resaltar que el contenido de C ubica a este acero en el límite de los aceros de medio y alto contenido de carbono, pero además el contenido de aleantes Mn, Cr y Si lo clasifican como un acero de alto contenido de carbono de baja aleación.

Tabla 2-2: Composición nominal para el acero 5160H de acuerdo a la norma AISI.

	ELEMENTOS	C	Cr	Mn	Si	P	S
% en peso	min	0,5500	0,6000	0,6500	0,1500	-	-
	max	0,6500	1,0000	1,0000	0,3000	0,0350	0,0400

Para obtener la composición química del material se utilizó la técnica de Espectroscopia de Emisión Óptica (OES, *optical emission spectroscopy*, por sus siglas en inglés). El análisis se realizó en un equipo BAIRD ESPECTROVAC. Los resultados adquiridos por medio de esta técnica para las muestras de acero 5160H de cada uno de los proveedores se presentan en la Tabla 2-3. Los resultados se presentan en porcentaje de peso (% peso) y se incluyen todos los elementos que se obtuvieron en el análisis, tanto los elementos aleantes C, Cr, Mn y Si, como los elementos residuales P, S, Ni, Co, V, Mo, W, Cu, Sn, Al, Nb, B y Pb. El contenido de Fe completa el 100% en peso.

En la Tabla 2-3 se puede observar que no hay diferencias significativas entre los cuatro proveedores en los niveles de los elementos aleantes C, Cr, Mn y Si. Igualmente se observa que estos elementos se encuentran dentro del rango de los contenidos nominales máximos y mínimos definidos por la norma AISI y que se muestran en la Tabla 2-2. Se debe destacar que los niveles de C están por debajo de lo establecido por las normas, debido a defectos y contaminación por uso en la línea de C del equipo utilizado. Después de diferentes pruebas con otros aceros y comparando con los análisis EDX, se evidenció y confirmó que este defecto entrega resultados con errores solo para este elemento.

Tabla 2-3: Resultados del análisis químico de las muestras de acero 5160H para los cuatro proveedores. Los valores están en porcentaje de peso (% peso).

PROVEEDOR	Fe	C	Cr	Mn	Si	P
COREA	97,4325	0,4495	0,8038	0,8875	0,2075	0,0088
MEXICO	97,6125	0,3888	0,7583	0,8435	0,2100	0,0088
COLOMBIA	97,6441	0,4580	0,7652	0,8186	0,1936	0,0094
CHINA	97,2050	0,4946	0,8250	0,8503	0,2563	0,0035

PROVEEDOR	S	Ni	Co	V	Mo	W
COREA	0,0124	0,0588	0,0088	0,0000	0,0375	0,0000
MEXICO	0,0037	0,0400	0,0200	0,0100	0,0100	0,0000
COLOMBIA	0,0102	0,0300	0,0100	0,0000	0,0100	0,0013
CHINA	0,0133	0,0700	0,0190	0,0000	0,0255	0,0000

PROVEEDOR	Cu	Sn	Al	Nb	B	Pb
COREA	0,0788	0,0000	0,0095	0,0000	0,0002	0,0002
MEXICO	0,0890	0,0100	0,0090	0,0000	0,0000	0,0002
COLOMBIA	0,0100	0,0000	0,0352	0,0000	0,0002	0,0002
CHINA	0,2053	0,0100	0,0090	0,0186	0,0001	0,0002

Con relación a los elementos residuales, en la Tabla 2-3 se observan las diferencias entre los cuatro proveedores respecto del contenido de algunos de estos elementos. Los contenidos de P y S, que están relacionados con los fenómenos de fragilización de borde de grano, se encuentran en niveles inferiores a los establecidos por las normas AISI y no hay diferencias significativas entre los cuatro proveedores excepto para el contenido de S del proveedor de México. Respecto del contenido de Ni, los cuatro proveedores presentan un resultado mayor de lo establecido para esta aleación, siendo el proveedor de China el que presenta el mayor contenido y el proveedor de Colombia el menor contenido. El contenido de Co es bajo para los cuatro proveedores, pero los proveedores de México y China tienen un contenido mayor respecto de los otros dos proveedores. El contenido de Mo es mayor en los proveedores de China y Corea con respecto a los otros dos proveedores. El Cu es el elemento residual de más alto contenido en los tres

proveedores Corea, México y China; en orden ascendente respectivamente, siendo este último el que presentó el valor más alto (0,20 % en peso) y el proveedor de Colombia con un contenido mucho menor. El contenido de este elemento es significativamente mayor de lo establecido para esta aleación. El contenido de Al es casi cuatro veces mayor en el proveedor de Colombia con respecto a los otros tres proveedores, sin embargo es bajo para los cuatro proveedores. El proveedor de México presentó un contenido bajo de V del cual carecieron los otros tres proveedores. El proveedor de Colombia presentó un contenido muy bajo de W que los otros tres proveedores no presentaron. Los proveedores de México y China presentaron un bajo contenido de Sn que los otros dos proveedores no presentaron. El proveedor de China presentó un contenido inesperado de Nb que los otros tres proveedores no presentaron. Finalmente, el contenido de los elementos B y Pb fue considerablemente bajo para los cuatro proveedores.

En la bibliografía mencionada anteriormente se encontró que los elementos Cu, Mo y Ni se utilizan entre otras cosas para mejorar la templeabilidad del acero. Los elementos Ti, V, Nb son elementos microaleantes que se precipitan de manera compleja en carbonitruros, los cuales son utilizados para controlar el crecimiento de grano de la misma manera que se usa el Al precipitado. Estos precipitados controlan el tamaño de grano durante la etapa del tratamiento termomecánico del proceso de fabricación del acero. En último lugar, los elementos Cr, Mo y Ti se sabe que se segregan hacia los bordes de grano e incluso pueden precipitarse en estos, lo cual afecta las propiedades mecánicas de los aceros.

2.2 Tratamiento térmico

Se realizaron tratamientos térmicos de temple y de revenido. Todos los tratamientos térmicos se ejecutaron en hornos tipo mufla. En la Tabla 2-4 se pueden observar las condiciones del tratamiento térmico de temple: temperatura de austenización, tiempo de austenización o tiempo de sostenimiento a la temperatura de austenización y el medio de temple. La intención es utilizar tres temperaturas de austenización diferentes comenzando con 850°C, que está cerca de la temperatura de inicio de la transformación austenítica de este acero y una temperatura alta (1000°C) que comúnmente se utiliza en la industria. Para cada una de estas temperaturas, se evalúa el efecto del tiempo de

sostenimiento y la rapidez de enfriamiento que otorga cada medio de temple. Este tratamiento térmico se ejecutó ingresando cada pieza al horno para austenizarla, esperando un tiempo entre 10 - 13 minutos para garantizar que la austenización fuera homogénea en toda la probeta. El valor de este tiempo se calculó experimentalmente y variaba dependiendo de las dimensiones y geometría de las piezas. Una vez transcurrido este tiempo se comenzaba a contar el tiempo de sostenimiento. Posteriormente se retira la pieza del horno para realizar el proceso de temple introduciendo la misma en el medio de temple hasta alcanzar la temperatura ambiente. El procedimiento de temple en los medios líquidos (agua y aceite) se realizó con agitación manual, con el propósito de evitar la concentración de esfuerzos residuales en la superficie.

Tabla 2-4: Condiciones del tratamiento térmico de temple. Temperatura de austenización, tiempo de sostenimiento y medio de temple.

TRATAMIENTO	CONDICIONES DEL TRATAMIENTO		
	TEMPERATURA DE AUSTENIZACIÓN (°C)	TIEMPO DE SOSTENIMIENTO (min)	MEDIOS DE TEMPLE
TEMPLE	850	5, 10, 15, 20, 25 y 30	Agua
	930	5, 10, 15, 20, 25 y 30	Aceite Lecho
	1000	5, 10, 15, 20, 25 y 30	fluidizado

A continuación de los tratamientos térmicos de temple, se ejecutaron los tratamientos térmicos de revenido. Este procedimiento se realizó de manera convencional. La primera etapa consiste en introducir la pieza en el horno, el cual ya estaba a la temperatura de revenido. Todas las piezas se mantuvieron a cada temperatura de revenido durante una hora en el horno. La última parte consiste en enfriar la pieza, para lo cual se utilizaron dos medios de enfriamiento ya que esto no afecta las propiedades microestructurales y mecánicas del material. Las condiciones de este tratamiento se despliegan en la Tabla 2-5: temperatura de revenido, tiempo de revenido y medio de enfriamiento. Las temperaturas de revenido seleccionadas coinciden con las temperaturas características de las fases ya establecidas durante el proceso de revenido de los aceros.

Tabla 2-5: Condiciones del tratamiento térmico de revenido. Temperatura de revenido, tiempo de revenido y medio de enfriamiento.

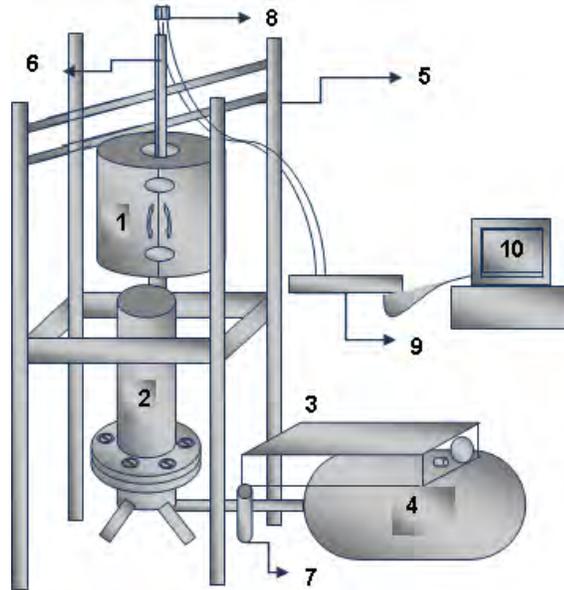
TRATAMIENTO	CONDICIONES DEL TRATAMIENTO		
	TEMPERATURA DE REVENIDO (°C)	TIEMPO DE REVENIDO (horas)	MEDIO DE ENFRIAMIENTO
REVENIDO	100	1	Agua y aire
	200		
	300		
	400		
	500		
	500		

2.3 Modelamiento del campo térmico

Para el modelamiento del campo térmico, se realizaron las pruebas utilizando el tratamiento térmico de temple en lecho fluidizado. Para tal fin se utilizó el montaje que se presenta en el esquema de la Figura 2-1, el cual consta de: compresor, ducto de aire, estructura para desplazar el soporte, soporte para la sonda, la sonda, un rotámetro, termopares, equipo de adquisición de datos, computadora, reactor de lecho fluidizado y un horno eléctrico. El horno utilizado para este procedimiento es un horno eléctrico tipo libro.

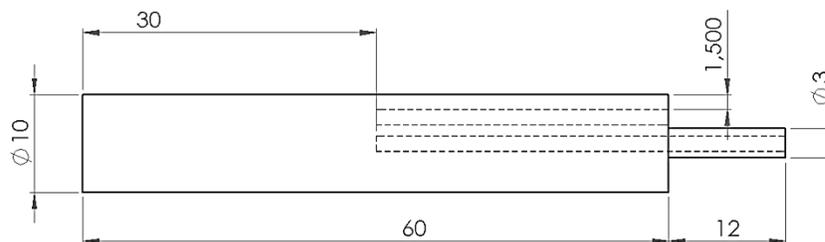
El dispositivo para el lecho fluidizado consta de una base metálica con un tubo de cobre en la parte inferior y en la parte superior un conducto de 12 cm de diámetro dividido en dos secciones. La sección inferior es una cámara que tiene en su parte superior un filtro de arena de moldeo y una malla de acero inoxidable. La sección superior es un tubo del mismo diámetro y 56 cm de largo, lo que constituye al reactor de lecho fluidizado. En este último se colocan 2.5 kg de partículas de alúmina de un tamaño de grano menor a malla 65. Es importante notar que después de cada prueba se cambiaba la cama de alúmina, ya que esta preserva calor y puede modificar los resultados de la prueba siguiente. En esta serie de experimentos, lo más importante es que el tamaño de partícula deber ser bien controlado, evitando que se contamine con cascarillas producto de la decarburización.

Figura 2-1: Diagrama del montaje experimental utilizado para el tratamiento térmico de temple en el lecho fluidizado. 1) horno, 2) reactor de lecho fluidizado, 3) ducto de aire, 4) compresor, 5) estructura para desplazar el soporte, 6) soporte para la sonda, 7) rotámetro, 8) termopares, 9) equipo de adquisición de datos y 10) computadora.



Las sondas utilizadas en esta parte del trabajo son cilindros de 60 mm de altura y 10 mm de diámetro como se puede observar Figura 2-2, las cuales se fabricaron con acero 5160H. Además se maquinaron barrenos para ubicar termopares tipo K de 1/16" de diámetro. Los barrenos se ubicaron en: el centro geométrico con respecto al diámetro y a una distancia de 1.5 mm con respecto a la superficie. Los barrenos llegaban hasta la mitad de la altura de la probeta. Los termopares se conectan al equipo de adquisición de datos para registrar la respuesta térmica en intervalos de aproximadamente 0.704 s.

Figura 2-2: Representación esquemática de la sonda de acero 5160H utilizada para modelar el campo térmico. Las dimensiones están en milímetros.



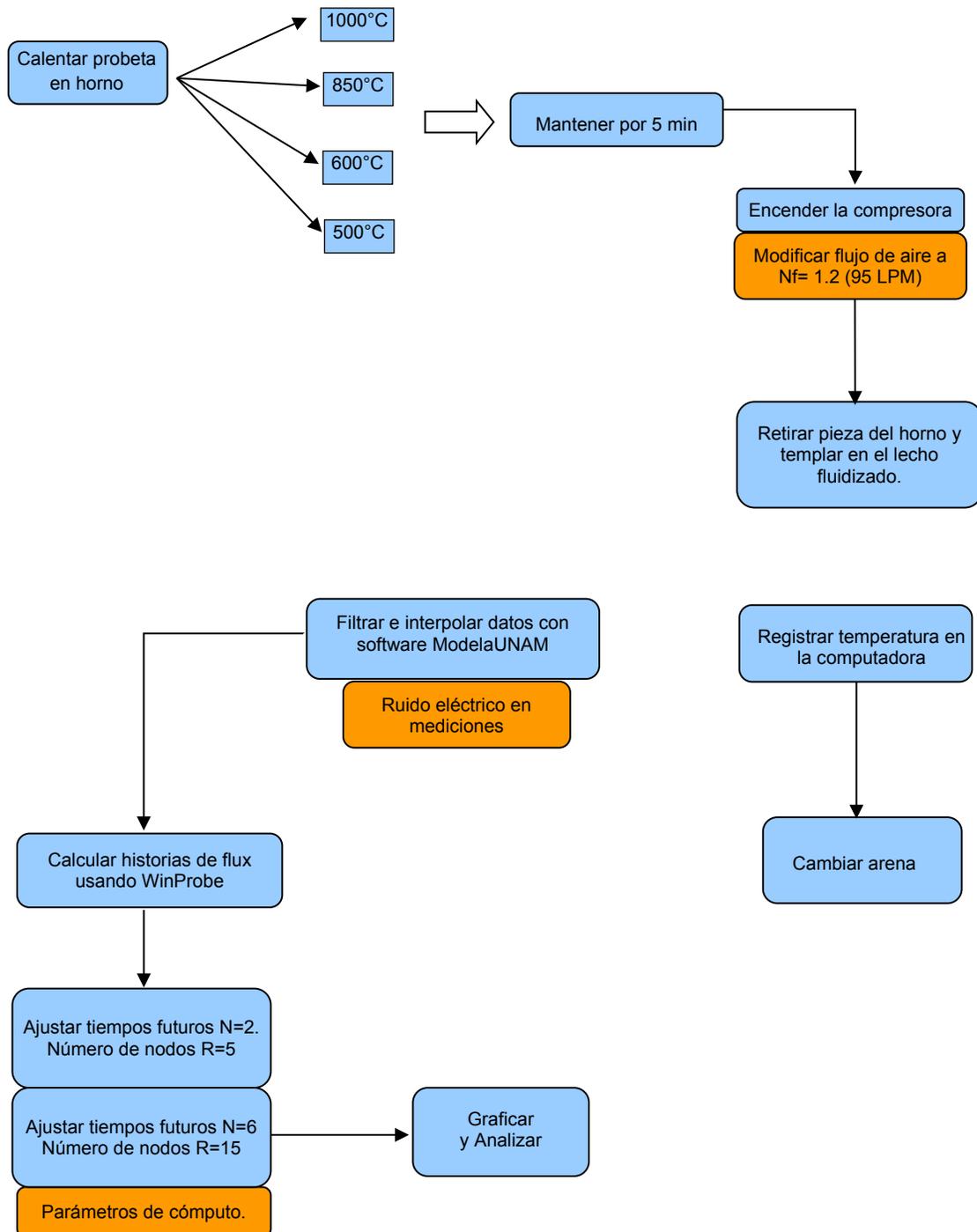
El procedimiento operativo para realizar la adquisición de datos durante el temple en el lecho fluidizado es el siguiente:

1. Se ajusta la temperatura del horno
2. Se organiza el montaje de la sonda en el soporte de acero y se introducen los termopares
3. Se conectan los termopares al equipo de adquisición de datos
4. Se introduce la sonda en el horno
5. Se inicia la adquisición de datos
6. Cuando en el centro de la probeta se alcanza la temperatura de austenización, se inicia el conteo del tiempo de sostenimiento a la temperatura de austenización
7. Cuando se completa el tiempo de sostenimiento, se retira la sonda del horno y se realiza el temple
8. Cuando la sonda está a temperatura ambiente, se detiene la adquisición de datos.

El equipo utilizado para la adquisición de datos es un IOTECH, modelo TEMPSCAN/1110, controlado con el software ChartView. Las condiciones del tratamiento térmico que se utilizaron fueron: tiempo de sostenimiento 5 minutos, temperaturas de austenización de 500°C, 600°C, 850°C y 1000°C y finalmente el temple en el lecho fluidizado se alimentó con un flujo de 95 L/min. En la Figura 2-3 se puede observar un diagrama con el esquema del procedimiento y la secuencia de operaciones experimentales y computacionales utilizado para el modelamiento del campo térmico durante el temple en lecho fluidizado para sondas de acero 5160H.

Los datos obtenidos por el equipo de adquisición son llevados al programa *ModelaUNAM* [130] que permite filtrarlos e interpolarlos para eliminar el ruido eléctrico y asegurar que estén separados a intervalos iguales. Los resultados de *ModelaUNAM* se llevan al software *WinProbe* para estimar el flux de calor en la superficie considerando los parámetros: radio de probeta, número de tiempos a futuro (R) y los nodos (N) con los que se discretiza el cilindro. Cuando el programa realiza los cálculos devuelve el valor del flux de calor en función del tiempo y la temperatura de la superficie también como función del tiempo. Por tanto, es posible también construir la relación flux de calor vs. temperatura de superficie.

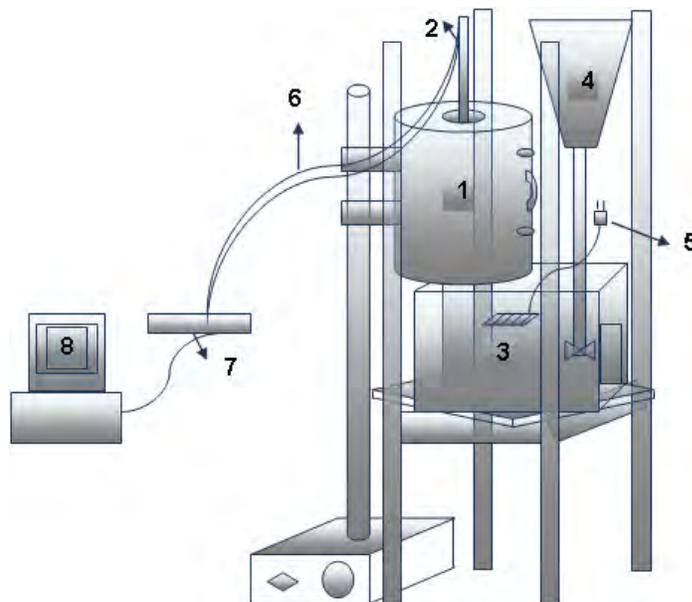
Figura 2-3: Esquema que representa la metodología utilizada para el modelamiento del campo térmico durante el temple en lecho fluidizado para sondas de acero 5160H.



También se obtuvieron las propiedades mecánicas y la microestructura de probetas de acero 5160H sometidas al proceso de temple en lecho fluidizado y aceite. Para esta

última parte del trabajo se llevaron a cabo 4 pruebas en cada uno de los equipos: dos a temperatura de austenización de 850°C, una con tiempo de sostenimiento de 5 minutos y otra con tiempo de sostenimiento de 30 minutos, y otras dos pruebas a temperatura de austenización de 1000°C, con los mismos tiempos de sostenimiento a la temperatura de austenización. El baño de aceite siempre se mantuvo a 60°C y se agitó mediante una propela. En la Figura 2-4 se muestran un diagrama con los componentes del montaje que se utilizó para realizar el proceso de temple en aceite agitado.

Figura 2-4: Diagrama del montaje experimental utilizado para el tratamiento térmico de temple con aceite. 1) Horno, 2) soporte de la sonda, 3) tanque con aceite, 4) motor y propela, 5) resistencia, 6) termopares, 7) equipo de adquisición de datos y 8) computadora.



Los resultados de esta sección del trabajo se utilizan para describir el comportamiento del campo térmico en el acero 5160H durante el tratamiento térmico de austenización y temple, los cuales se realizan con las condiciones experimentales mencionadas en la sección 2.2. Además, esta información se utiliza para complementar el análisis de los resultados al comparar los valores de las propiedades mecánicas de dureza y tenacidad resultantes de este proceso, con respecto a los obtenidos con las otras condiciones experimentales ya mencionadas.

2.4 Ensayos de dureza

Las probetas de acero sometidas a los procesos de tratamiento térmico de temple y revenido de acuerdo a las condiciones de las Tablas 2-4 y 2-5, fueron evaluadas por medio de un durómetro suizo marca ALBERT GNEHM, modelo G 100 para obtener los valores de dureza superficiales en unidades de la escala Rockwell C (HRC) con una carga de 150 kg. Antes de realizar las medidas era necesario realizar un pulido de la superficie para eliminar la capa de óxido que se producía durante el tratamiento térmico para garantizar una superficie limpia, uniforme y plana. Posteriormente se utilizó una punta de diamante para la escala HRC. El procedimiento utilizado consiste en realizar indentaciones en diferentes zonas de la superficie de la probeta de acero como se muestra en la Figura 2-5. Estas medidas se utilizaron para obtener el promedio de la dureza superficial en la escala de dureza HRC.

Para confirmar las medidas de dureza obtenidas en la superficie de las probetas, se realizaron medidas de microdureza. Con este propósito fue necesario preparar probetas de acuerdo a los procedimientos estándar utilizados para el análisis de microdureza. El equipo utilizado fue un microdurómetro marca LECO M-400-G2 en escala Knopp con una carga de 500 g. Las zonas donde se tomaron las medidas de microdureza y el procedimiento utilizado se esquematizan en la Figura 2-6. En esta imagen se muestran los puntos donde se realizaron indentaciones para la microdureza.

Figura 2-5: Esquema que enseña donde se realizaron las medidas de dureza sobre la superficie de las probetas de acero 5160H. Dimensiones en mm.

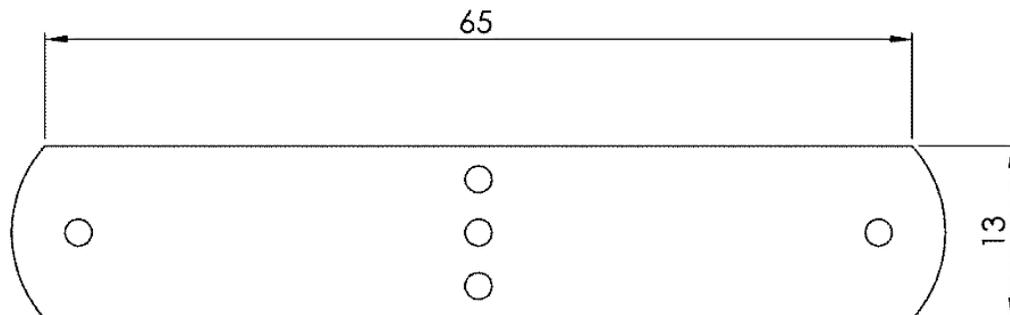
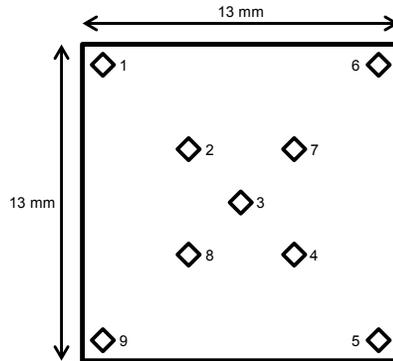


Figura 2-6: Esquema que se utilizó para realizar las medidas de microdureza. Se muestran los puntos que se indentaron y las dimensiones de la probeta.



2.5 Ensayos de tensión

Los ensayos de tensión se realizaron sobre probetas de acero 5160H en estado de temple y en estado de revenido. La dimensión longitudinal de las probetas de tensión se maquinó paralela a la dirección de laminado de las platinas entregadas tal y como se muestra en la Figura 2-7. Las dimensiones para el maquinado de las probetas se calcularon con base en la norma ASTM E-8 [131]. En la Figura 2-8 se pueden visualizar la geometría y las dimensiones utilizadas en las probetas de acero 5160H para los ensayos de tensión. Estos ensayos se ejecutaron a una velocidad de 5 mm/min. El equipo utilizado fue una máquina universal de ensayos marca SHIMADZU UH 500KNI.

2.6 Ensayos de tenacidad

Las pruebas de impacto se realizaron con una máquina de péndulo para ensayo de impacto marca WPM, con radio de 825 mm y masa de 18,75 kg. Todas las pruebas se realizaron a temperatura ambiente. Se utilizaron probetas de ensayo Charpy con entalla V, las cuales se maquinaron perpendiculares a la dirección de laminado tal y como se puede observar en la Figura 2-7. En la Figura 2-9 se presenta la geometría y dimensiones de las probetas para los ensayos de tenacidad, las cuales se maquinaron de acuerdo a la norma ASTM E-23 [132].

Figura 2-7: Mecanizado de las probetas para los ensayos mecánicos a partir de las platinas de acero 5160H en estado de recibido.

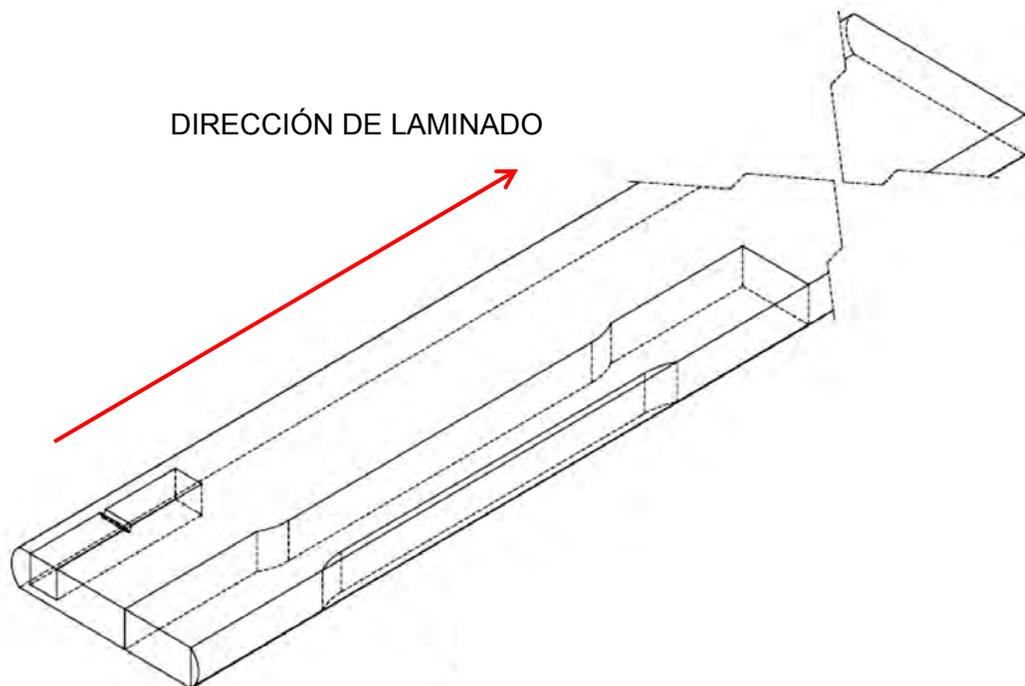


Figura 2-8: Geometría de las probetas de acero 5160H utilizadas para los ensayos de tensión. Las dimensiones están en milímetros.

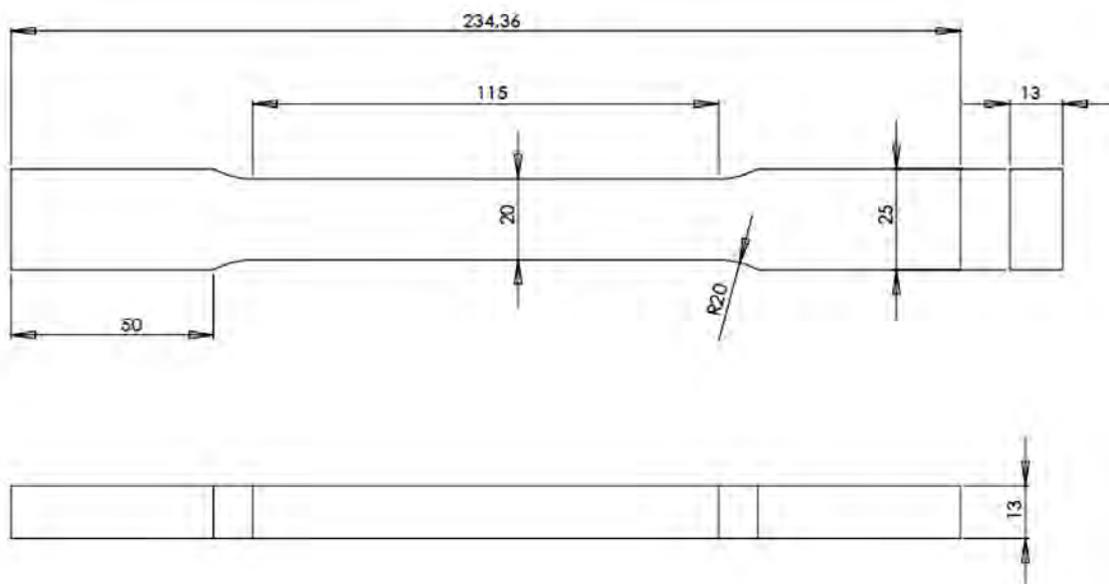
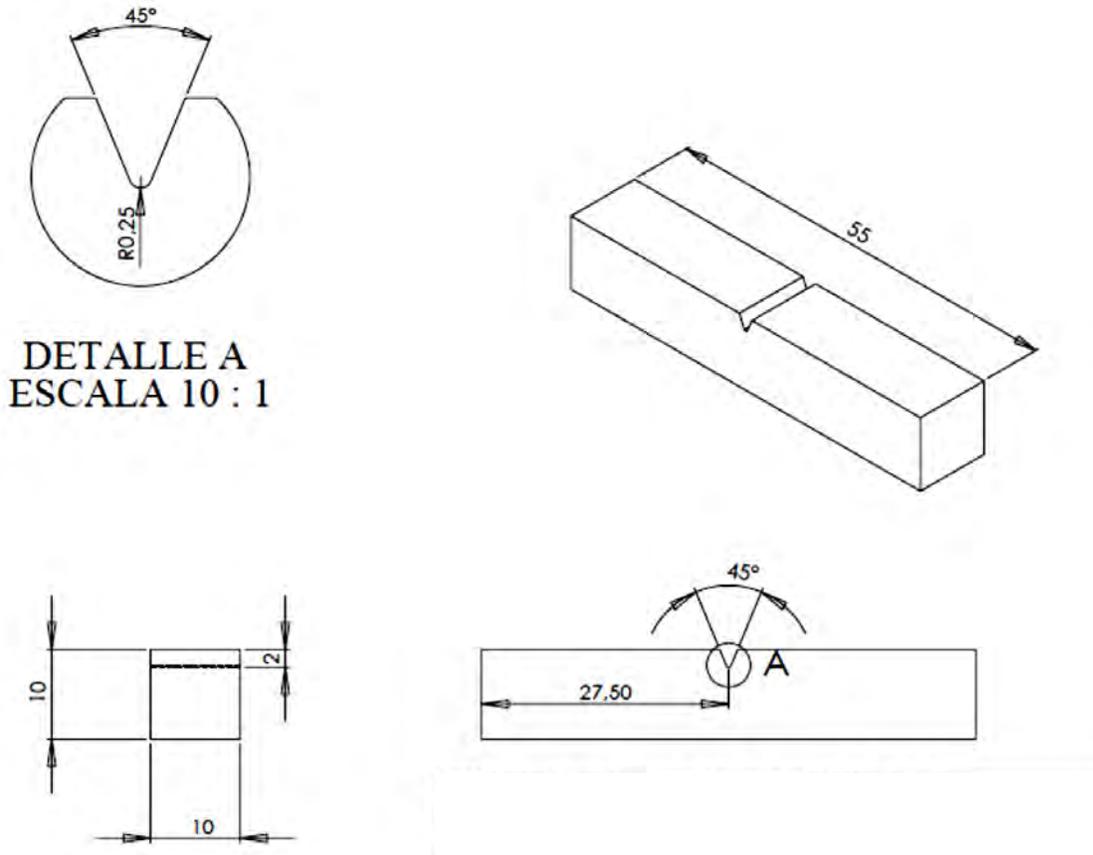


Figura 2-9: Geometría de las probetas de acero 5160H utilizadas para los ensayos de impacto Charpy con entalla V. Las dimensiones están en milímetros.



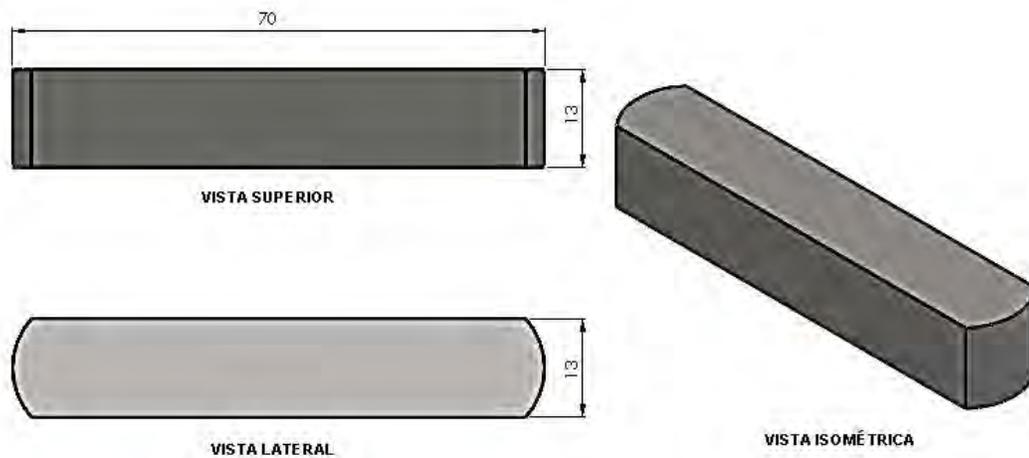
2.7 Análisis mediante microscopía

2.7.1 Microscopía óptica

Para el análisis por medio de esta técnica se utilizaron probetas de acero 5160H cuya geometría y dimensiones se observa en la Figura 2-10. Estas probetas también se utilizaron para obtener las medidas de dureza y las medidas de microdureza. Se obtuvieron imágenes de las grietas que presentaron estas probetas tanto como las probetas del material preparadas para metalografías, después de someterlas al tratamiento térmico de temple. Para este procedimiento se utilizó un analizador de imágenes con apoyo de una cámara CCD.

Los análisis microestructural y metalográfico se realizaron con un microscopio de un analizador de imágenes marca LECO 500. Las muestras para el análisis microestructural se prepararon utilizando técnicas metalográficas estándar y se atacaron con una solución de nital al 2% durante un tiempo de 10 - 30 s. Para revelar los bordes de grano se utilizó una solución para aceros al cromo con ácido pícrico de acuerdo a la norma ASTM E-407 [133]. Para determinar el tamaño de grano se utilizaron los métodos de comparación, intercepción y de la fractura establecidos en la norma ASTM E-112 [134].

Figura 2-10: Dimensiones y geometría de las probetas utilizadas para los análisis microestructurales, medidas de dureza y medidas de microdureza. Todas las dimensiones están en milímetros.



2.7.2 Microscopía electrónica de barrido

Se utilizó un microscopio electrónico de barrido SEM marca FEI QUANTA 200 para obtener imágenes de la microestructura del acero después del temple una vez se realizó el ataque con solución de nital al 2% con un tiempo de 2 - 5 s. El objetivo principal era identificar cambios de la microestructura fina de la martensita para cada temperatura y tiempo de austenización. Esta parte del trabajo se realizó en el Laboratorio de Microscopía Electrónica de Barrido y Transmisión de la Universidad Nacional de Colombia.

Para realizar el análisis del tamaño de grano y obtener las fractografías de las probetas utilizadas en el ensayo de tenacidad por impacto Charpy con entalla V, se utilizó un

microscopio SEM marca JEOL JSM 5600 LSV. Para tal propósito, se tomaron imágenes de las superficies expuestas de las probetas utilizadas en los ensayos de tenacidad. Esta parte del trabajo se realizó en el Laboratorio Central de Microscopía del Instituto de Física de la Universidad Nacional Autónoma de México.

2.7.3 Microscopía electrónica de transmisión

La microestructura del material se analizó en un microscopio electrónico de transmisión TEM marca FEI TECNAI G2 20 D345 que opera a 200 kV. Las imágenes se obtuvieron de probetas de lámina delgada preparadas por medio del siguiente procedimiento: 1) corte de una tajada de material, 2) adelgazamiento de la tajada con papel de lija, 3) obtención de discos para observar en TEM, 4) adelgazamiento del disco con lijas, 5) adelgazamiento por *dimple*, 6) pulido iónico y 7) ataque químico. Esta parte del trabajo se realizó en el Laboratorio de Microscopía Electrónica de Transmisión (LABTEM) de la Universidad Nacional de Colombia.

- 1) Corte del material. En esta etapa del procedimiento se realizaron cortes transversales de un espesor de 1mm utilizando una cortadora de precisión de disco de diamante marca Bühler que se observa en la Figura 2-11.

Figura 2-11: Cortadora de disco de diamante marca Bühler utilizada para obtener las tajadas de acero 5160H.



- 2) Adelgazamiento del material. Después de obtener las tajadas de acero 5160H mediante los cortes transversales, cada tajada debe adelgazarse mediante diferentes tipos de papel lija para obtener el material base para la muestra. Este procedimiento se debe realizar de manera cuidadosa y uniformemente tal que no se causen agrietamientos ni rayas profundas en la superficie de la muestra. Este procedimiento se realizaba hasta obtener un espesor aproximado de 500 μm .
- 3) Corte de Discos. Después de adelgazar el material hasta el espesor de 500 μm , se procede a cortar discos de 3 mm de diámetro. Para realizar esta labor se utilizaba una cortadora ultrasónica marca GATAN modelo 601, la cual se puede observar en la Figura 2-12.

Figura 2-12: Cortadora ultrasónica GATAN modelo 601 utilizada para obtener discos de 3 mm de diámetro de acero 5160H para los análisis de TEM.



- 4) Adelgazamiento de los discos. Después de conseguir los discos de 3 mm de diámetro, se procedía a adelgazarlos utilizando un desbastador de discos marca GATAN modelo 623 que se observa en la Figura 2-13. Este dispositivo permite un desgaste uniforme sobre la superficie adelgazando los discos por medio de tres discos de lijas de 25, 15 y 5 μm , hasta obtener un espesor de 50 - 70 μm .
- 5) *Dimpling*. Una vez los discos tenían el espesor apropiado, se realizaba el proceso de *dimple*, que consiste en generar una depresión semiesférica centrada en la superficie del disco. Para esta etapa del proceso, se utilizó con un equipo para

dimple marca GATAN modelo 656 que se observa en la Figura 2-14. Este dispositivo se puede configurar tanto la carga aplicada como la profundidad.

Figura 2-13: Desbastador de discos GATAN modelo 623 utilizando para adelgazar los discos de 3 mm hasta un espesor de 50 – 70 μm .



Figura 2-14: Equipo de *dimple* marca GATAN modelo 656.



6) Pulido Iónico. Para realizar el adelgazamiento final del proceso de preparación de la muestra para TEM se utilizó un pulidor iónico marca GATAN modelo 691. En la Figura 2-15, se puede observar este equipo. Esta parte del proceso consiste en bombardear con iones de argón la superficie de la muestra para remover material dejando una superficie pulida y que en el centro de la muestra se produzca una perforación sin ocasionar daño mecánico o fractura de la pieza, lo que facilita las observaciones mediante el TEM.

Figura 2-15: Pulidor iónico marca GATAN modelo 691.



Para el análisis de los precipitados de borde de grano en el acero 5160H en estado de temple, se utilizaron los equipos: TEM JEOL JEM 100 CX de filamento que opera a 100 kV y TEM JEOL JEM 2010 F de emisión de campo que opera a 200 kV. Las técnicas utilizadas fueron la obtención de imágenes de campo claro (BFI, *bright field image*, por sus siglas en inglés), imágenes de campo oscuro (DFI, *dark field image*, por sus siglas en inglés), patrones de difracción de electrones (EDP, *electron diffraction pattern*, por sus siglas en inglés) y el análisis por medio de EDX. La preparación de las muestras de lámina delgada se realizó mediante el siguiente procedimiento: 1) corte de una tajada de material, 2) adelgazamiento de la tajada con papel lija, 3) obtención de discos de 3 mm de diámetro, 4) preparación por electropulido. Esta parte del trabajo se realizó en el Laboratorio Central de Microscopía del Instituto de Física y en el Laboratorio de Metalografía del Departamento de Ingeniería Metalúrgica, ambos de la Universidad Nacional Autónoma de México.

- 1) Corte del material. En esta etapa del procedimiento se realizaron cortes transversales de un espesor de 1 mm utilizando una cortadora de precisión de disco de diamante marca WIRTZ modelo CUTO 1, la cual se puede observar en la Figura 2-16.
- 2) Adelgazamiento del material. Después de realizar los cortes transversales, el material base para la muestra debía adelgazarse mediante diferentes tipos de papel lija desde #80 hasta #2000. Este procedimiento se realizó manualmente utilizando una base de acero inoxidable donde se montaba la tajada y así se realizaba el adelgazamiento. Este proceso se realizaba hasta obtener un espesor

de 60 - 100 μm . La última parte de esta etapa consistía en realizar un pulido sobre paño con alúmina de 0.3 μm .

Figura 2-16: Cortadora de disco de diamante marca WIRTZ modelo CUTO 1.



3) Corte de Discos. Después de adelgazar el material hasta el espesor de 60 - 100 μm , se procede a cortar discos de 3 mm de diámetro utilizando una cortadora mecánica tipo sacabocados de la marca FISCHIONE INSTRUMENTS modelo 130, la cual se observa en la Figura 2-17.

Figura 2-17: Instrumento marca Fischione Instruments modelo 130 utilizado para cortar los discos.



4) Preparación por electropulido. Después de conseguir los discos de 3 mm de diámetro, se procedía a prepararlos mediante la técnica de electropulido utilizando un equipo marca STRUERS modelo Tenupol 5. En la Figura 2-18 se puede observar este equipo. El electrolito utilizado para preparar las muestras de análisis por medio del TEM contenía 10% de ácido perclórico y 90% de etanol. En

la Tabla 2-6 se muestran las condiciones utilizadas para el proceso de electropulido en este equipo.

Figura 2-18: Equipo para realizar el electropulido marca STRUERS Tenupol 5.



Tabla 2-6: Condiciones utilizadas para el proceso de electropulido en el equipo marca STRUERS modelo Tenupol 5.

PARÁMETRO	VALOR MÍNIMO	VALOR MÁXIMO
Voltaje (V)	25	50
Corriente (mA)	18	46
Temperatura (°C)	-10	-5
Tiempo del proceso (s)	20	150

Algunas probetas se prepararon utilizando un equipo de electropulido marca FISCHIONE INSTRUMENTS modelo 650 EA. El electrolito que se utilizó, al igual que en el otro caso, contenía 10% de ácido perclórico y 90% de etanol. En la Tabla 2-7 se enlistan las condiciones del proceso de electropulido en este equipo. En este equipo se utilizó como parámetro de control el tiempo del proceso. Esta parte del trabajo se realizó en Laboratorio Central de Microscopía del Instituto de Física de la Universidad Nacional Autónoma de México.

Tabla 2-7: Condiciones utilizadas para el proceso de electropulido en el equipo marca FISCHIONE INSTRUMENTS modelo 650 EA.

PARÁMETRO	VALOR MÍNIMO	VALOR MÁXIMO
Voltaje (V)	20	80
Corriente (mA)	13	138
Temperatura (°C)	-20	-10
Tiempo del proceso (s)	20	90

2.8 Final

Es importante resaltar que las caracterizaciones de las propiedades microestructurales, las propiedades mecánicas y el estado de precipitación en los bordes de grano con respecto al efecto de las condiciones de tratamiento térmico descritas en este capítulo, todas se realizaron *a posteriori* de cada tratamiento térmico y no *in situ*. En este sentido la “evolución” de los carburos y precipitados de borde de grano debido a las condiciones de tratamiento térmico en el acero 5160H se obtuvo en las probetas después de someterlas a los procesos de temple y revenido.

3. Resultados y discusión

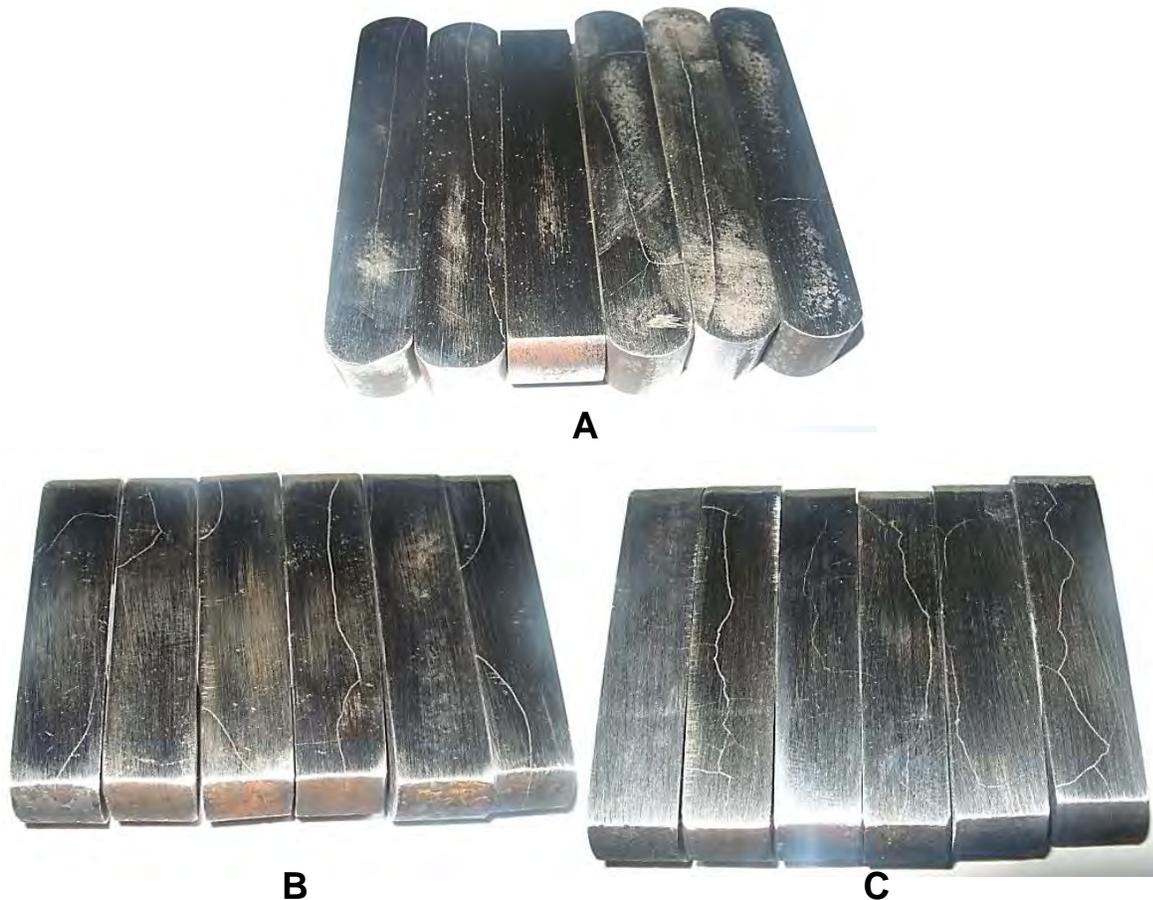
En esta sección se muestran los resultados que se obtuvieron durante el desarrollo del trabajo de esta investigación y además las discusiones que surgen alrededor de estos mismos.

3.1 Tratamiento térmico

Se debe destacar que con las condiciones de la Tabla 2-4, en la mayoría de las probetas sometidas al tratamiento térmico de temple en agua se observó el efecto del fenómeno de fragilización por temple. A pesar de las dimensiones y la geometría de las probetas que se utilizaron para obtener los análisis microestructurales, las cuales se observan en la Figura 2-10, fue evidente la presencia de este fenómeno.

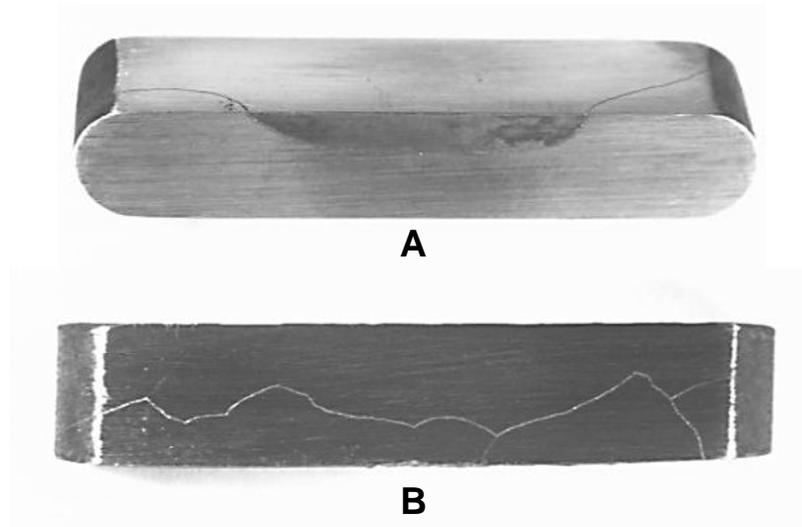
En las Figuras 3-1 y 3-2, se pueden observar las fotografías de algunas de las probetas que se sometieron al tratamiento térmico de temple en agua. En las fotografías de la Figura 3-1, se muestran las probetas sometidas a todas las condiciones del tratamiento térmico de temple de la Tabla 2-4 utilizando como medio de enfriamiento el agua. En esa figura se han organizado los grupos de probetas correspondientes a las tres temperaturas de austenización. La organización de las probetas en cada fotografía desde la izquierda hasta la derecha corresponde a los tiempos de sostenimiento de 5, 10, 15, 20, 25 y 30 minutos respectivamente. En varias probetas es visible la presencia de grietas que incluso atraviesan la longitud total y/o el espesor de la sección transversal de las mismas. El efecto del fenómeno de fragilización se evidenció a través del agrietamiento que casi todas las probetas presentaron, lo cual también se ha observado en las hojas de los resortes cuando se someten a este proceso. Este resultado fue una característica general que se observó en las probetas de los cuatro proveedores.

Figura 3-1: Fotografías de probetas de acero 5160H templadas en agua. Las temperaturas de austenización son: A) 850°C, B) 930°C y C) 1000°C.



Para ofrecer una vista más detallada del efecto del fenómeno de fragilización por temple, en la Figura 3-2 se observan las fotografías de dos probetas de acero 5160H que presentaron agrietamiento después del tratamiento térmico de temple utilizando como medio de enfriamiento agua. Las condiciones a las que estas probetas se sometieron son: temperatura de austenización 930°C durante 15 minutos para la probeta de la Figura 3-2A ubicada arriba y temperatura de austenización 1000°C durante 30 minutos para la probeta de la Figura 3-2B ubicada abajo. En estas fotografías se presentan la vista diagonal (ver Figura 3-2A) y la vista superior (ver Figura 3-2B) de las probetas mencionadas anteriormente para la Figura 3-2, respectivamente. Allí se observa fácilmente la severidad del agrietamiento que sufrieron dichas probetas.

Figura 3-2: Probetas de acero 5160H agrietadas después del tratamiento térmico de temple en agua. A) austenización a 930°C por 15 minutos, B) austenización a 1000°C por 30 minutos.



El agrietamiento de las probetas presentó diferencias en las dimensiones de las grietas, ya que estas variaban desde las que se pudieron observar con una simple inspección visual (Figuras 3-1 y 3-2) hasta las grietas que requirieron el microscopio para su localización. Este último caso se evidenció en varias de las probetas que se utilizaron en los análisis microestructurales, las cuales presentaron grietas cuyas dimensiones variaban desde pocos hasta cientos de micrómetros. En la Figura 3-3, se muestran dos ejemplos de micrografías que presentan grietas con tamaños micrométricos, denominadas microgrietas. En la Figura 3-3A se observa la micrografía de una probeta del proveedor de Colombia, austenizada a 850°C durante 5 minutos, templada en agua con una magnificación de 500X y en la Figura 3-3B se presenta la micrografía de una probeta del proveedor de Colombia, austenizada a 1000°C durante 30 minutos, templada en aceite con una magnificación de 1.000X. De estas figuras se destaca el resultado de que las microgrietas también se presentaron en algunas probetas que fueron templadas en aceite. Por lo tanto, esto indica que el agrietamiento no es consecuencia del temple severo que ofrece el agua, sino que es efecto del fenómeno de fragilización por temple relacionado con el acero 5160H [121,123,125,128,135,136]. Debido a la apariencia que presentaron las microgrietas observadas en el análisis microestructural y con base en las pruebas experimentales de trabajos de investigación anteriores [121,123,125,128,135,136], se evidencia que el agrietamiento del acero 5160H templado

se produce por los bordes de grano. Debido al fenómeno de fragilización por temple, algunas probetas sometidas al tratamiento térmico de revenido también presentaron grietas y microgrietas, como se puede observar en la Figura 3-4. Este resultado se obtuvo de una probeta del proveedor de Colombia austenizada a 850°C durante 20 minutos, templada en agua y revenida a 500°C durante 1 hora.

Figura 3-3: Presencia de microgrietas en probetas de acero 5160H templadas del proveedor de Colombia. A) austenización a 850°C por 5 minutos y temple en agua, magnificación 500X. B) austenización a 1000°C por 30 minutos y temple en aceite, magnificación 1000X.

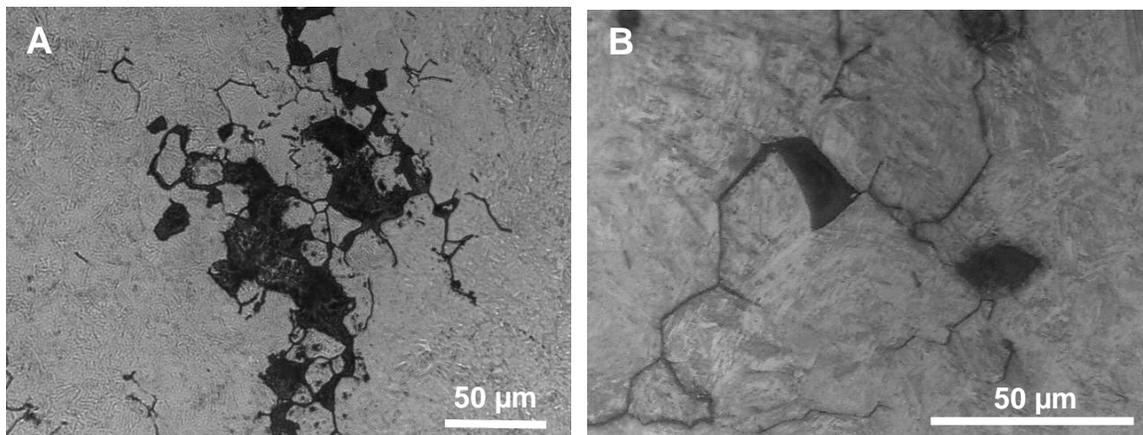
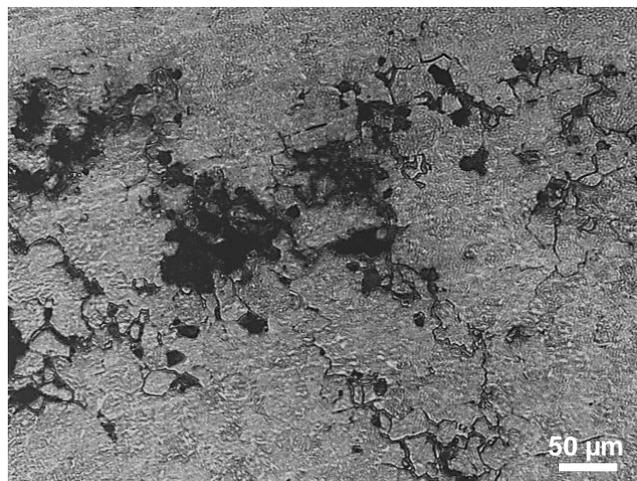


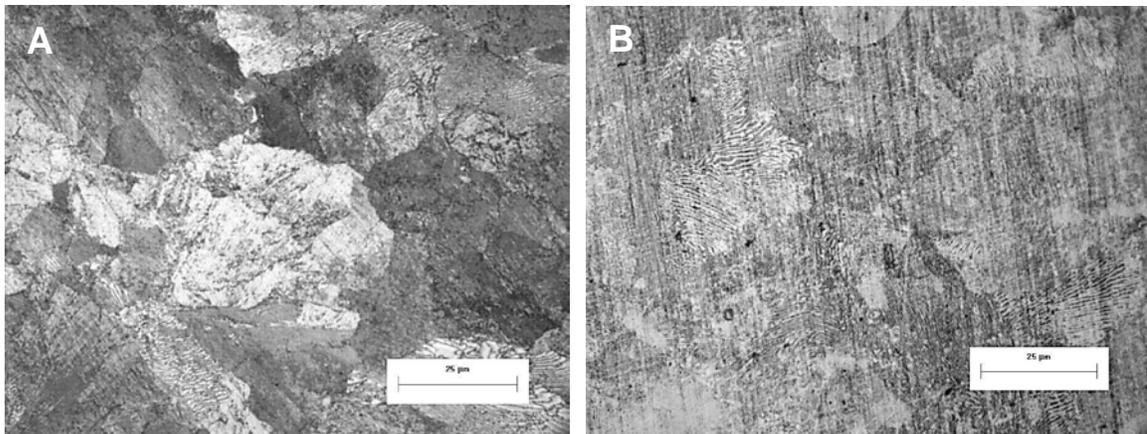
Figura 3-4: Microgrietas de una probeta del proveedor de Colombia austenizada a 850°C durante 20 minutos, templada en agua y revenida a 500°C durante 1 hora. Magnificación 250X.



3.2 Análisis microestructural

En primera instancia se analizó la microestructura del acero 5160H en estado de recibido. De acuerdo a los resultados obtenidos, se establece que el material en estado de recibido está constituido principalmente por perlita. En la Figura 3-5 se pueden evidenciar las características más relevantes de esta fase las cuales se exhiben en las micrografías de las Figuras 3-5A y 3-5B. Este resultado está en buen acuerdo con la microestructura esperada en la práctica de tratamiento térmico recomendada para los procesos de normalizado y recocido a los que normalmente se somete esta aleación durante su fabricación [129].

Figura 3-5: Características microestructurales de las probetas de acero 5160H en condición de recibido. A) región central de la probeta, B) región cerca de la superficie de la probeta.

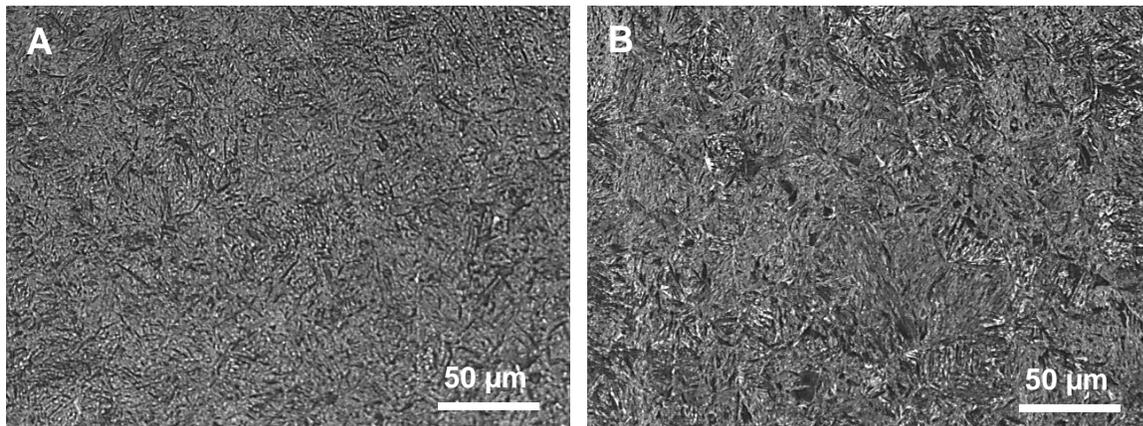


Después de obtener las características microestructurales del material en estado de recibido, se realizó el análisis microestructural de las probetas de acero 5160H sometidas a los tratamientos térmicos de temple y revenido. Por lo tanto, a continuación los resultados se presentan en dos partes: el análisis microestructural de las piezas sometidas al tratamiento térmico de temple y el análisis microestructural de las piezas sometidas al tratamiento térmico de temple y revenido.

3.2.1 Análisis microestructural después del temple

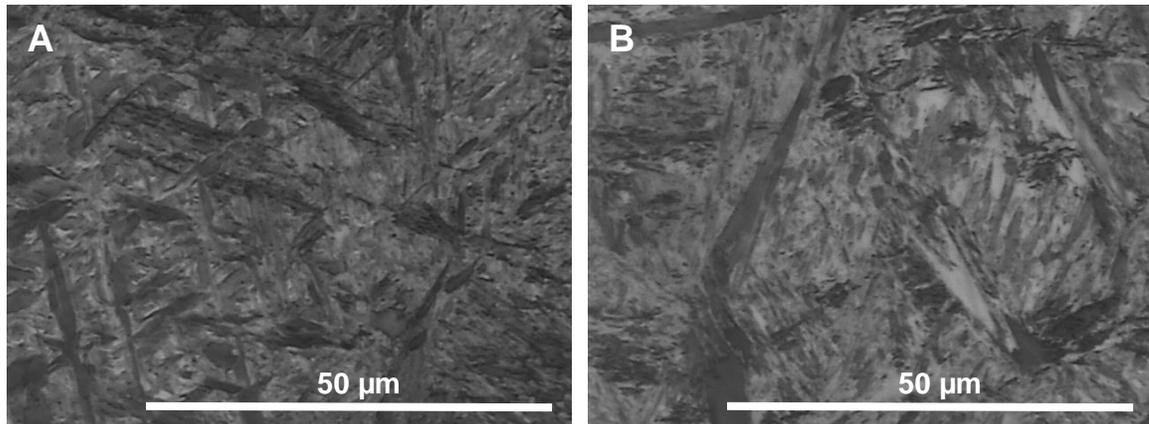
Aquí se presentan los resultados del estudio que se realizó para analizar el efecto de cada una de las condiciones del proceso de temple sobre la microestructura del acero 5160H de acuerdo con las condiciones presentadas en la Tabla 2-4. Los resultados obtenidos del análisis microestructural para las probetas de acero 5160H de los cuatro proveedores sometidas al proceso del tratamiento térmico de temple, evidencian que la microestructura resultante está constituida por martensita. En la Figura 3-6 se observan dos micrografías que ilustran las características propias de la microestructura martensita, exhibiendo agujas y cintas. Debido a que no se apreciaron diferencias significativas en los análisis mediante magnificaciones hasta 500 aumentos, se obtuvieron imágenes a una magnificación mayor (2.000X) con el propósito de encontrar variaciones en la microestructura causadas por las diferentes condiciones del proceso.

Figura 3-6: Micrografías con magnificación de 500X de la microestructura martensítica observadas en probetas de acero 5160H templadas. A) proveedor Colombia, austenización a 850°C por 10 minutos y temple en aceite. B) proveedor México, austenización a 1000°C por 20 min y temple en agua.



En la Figura 3-7 se presentan dos ejemplos de micrografías con imágenes de la microestructura de martensita del acero 5160H templado obtenidas a 2.000 aumentos. En estas imágenes se aprecian con más detalle las características de agujas y cintas, las cuales son propias de la microestructura de martensita

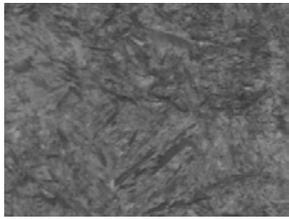
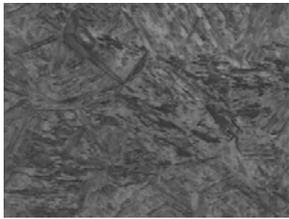
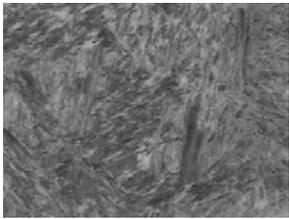
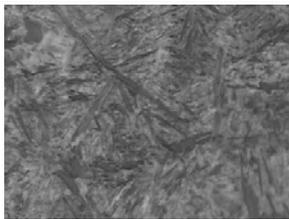
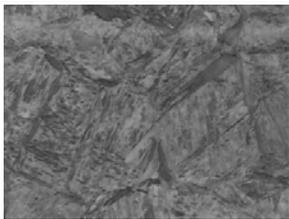
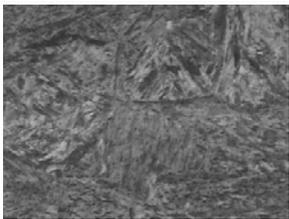
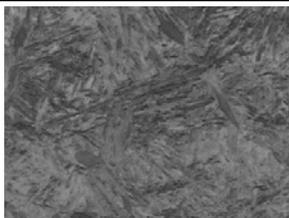
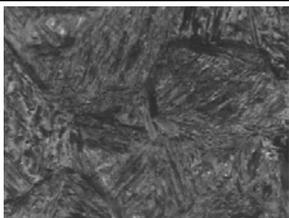
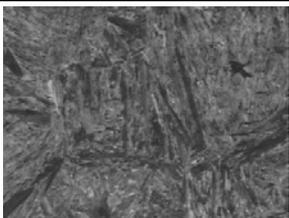
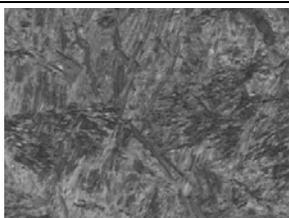
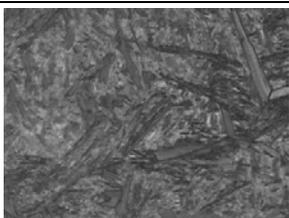
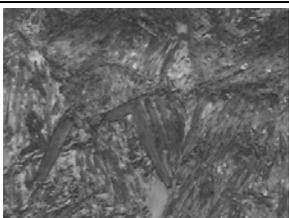
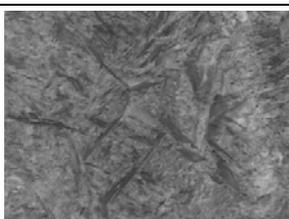
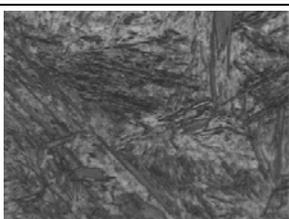
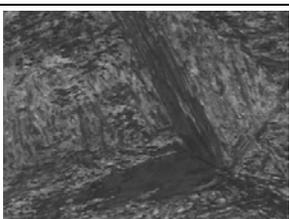
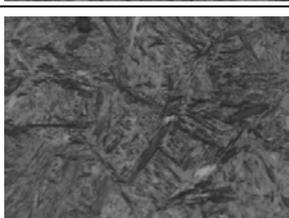
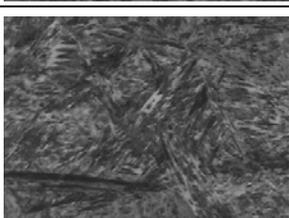
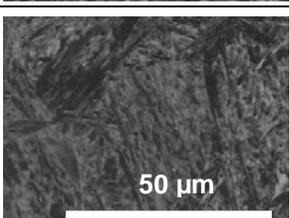
Figura 3-7: Micrografías con magnificación de 2.000X de la microestructura martensítica observadas en probetas de acero 5160H templadas. A) proveedor China, austenización a 930°C por 30 minutos y temple en aceite. B) proveedor Corea, austenización a 930°C por 5 minutos y temple en agua.



En la Tabla 3-1 se presenta un compendio de los resultados del análisis microestructural realizado con probetas del proveedor de Corea sometidas al tratamiento térmico de temple. Los resultados que se presenta en esta tabla son similares a los obtenidos en las probetas de los otros tres proveedores. En esta tabla, todas las micrografías se obtuvieron con una magnificación de 2.000X. Con respecto al efecto de las variaciones en la temperatura de austenización, el tiempo de sostenimiento y la composición química, no se encontraron diferencias significativas en la microestructura de martensita. La apariencia de la microestructura bajo el microscopio óptico fue la misma en todas las probetas analizadas y la cantidad de austenita retenida es similar en todos los resultados. En conclusión, los resultados obtenidos por medio del análisis de microscopía óptica no permiten visualizar la influencia de las condiciones del tratamiento térmico de temple y la composición química sobre la microestructura del acero 5160H en estado de temple.

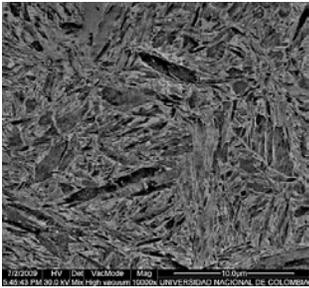
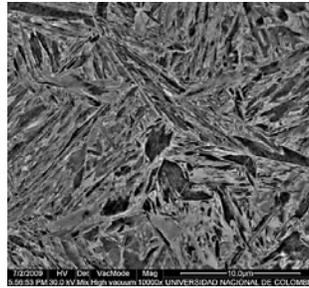
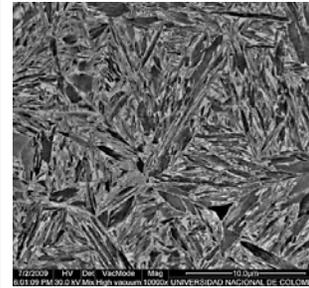
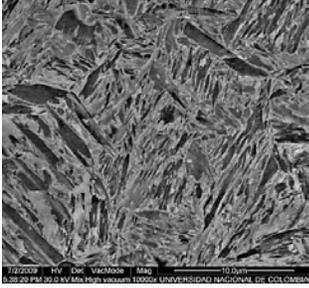
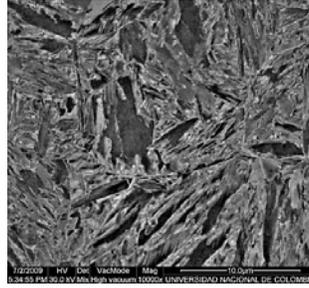
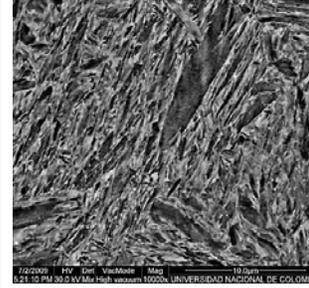
Por otro lado, con el propósito de observar si existe alguna influencia de las condiciones del tratamiento térmico de temple sobre la microestructura fina de la martensita y/o los precipitados de borde de grano, se realizó un análisis microestructural utilizando la técnica de SEM. Los resultados se muestran en las Tablas 3-2.y 3-3. Los análisis mediante esta técnica se obtuvieron con una magnificación de 10.000X.

Tabla 3-1: Resultados del análisis microestructural del proveedor de Corea, para cada una de las condiciones de tratamiento térmico de temple utilizando como medio de enfriamiento al agua. Todas las micrografías se tomaron a 2.000X.

		TEMPERATURA DE AUSTENIZACIÓN (°C)		
		850°C	930°C	1000°C
TIEMPO DE SOSTENIMIENTO (min)	5			
	10			
	15			
	20			
	25			
	30			

En la Tabla 3-2 se observan los resultados obtenidos del análisis microestructural para el proveedor de México. El objetivo es dilucidar la influencia de la temperatura de austenización y el medio de temple sobre la estructura fina de la martensita. Las imágenes pertenecen a las probetas sometidas a las tres temperaturas de austenización con el tiempo sostenimiento máximo (30 minutos) y templadas en dos medios de enfriamiento (agua y aceite). De acuerdo a estos resultados, tampoco se encontró influencia de los parámetros del tratamiento térmico ya mencionados sobre la estructura fina de la martensita. Las características de las agujas y las cintas de martensita e incluso sus dimensiones son similares para todas las condiciones analizadas. Resultados similares se obtuvieron en los otros tres proveedores.

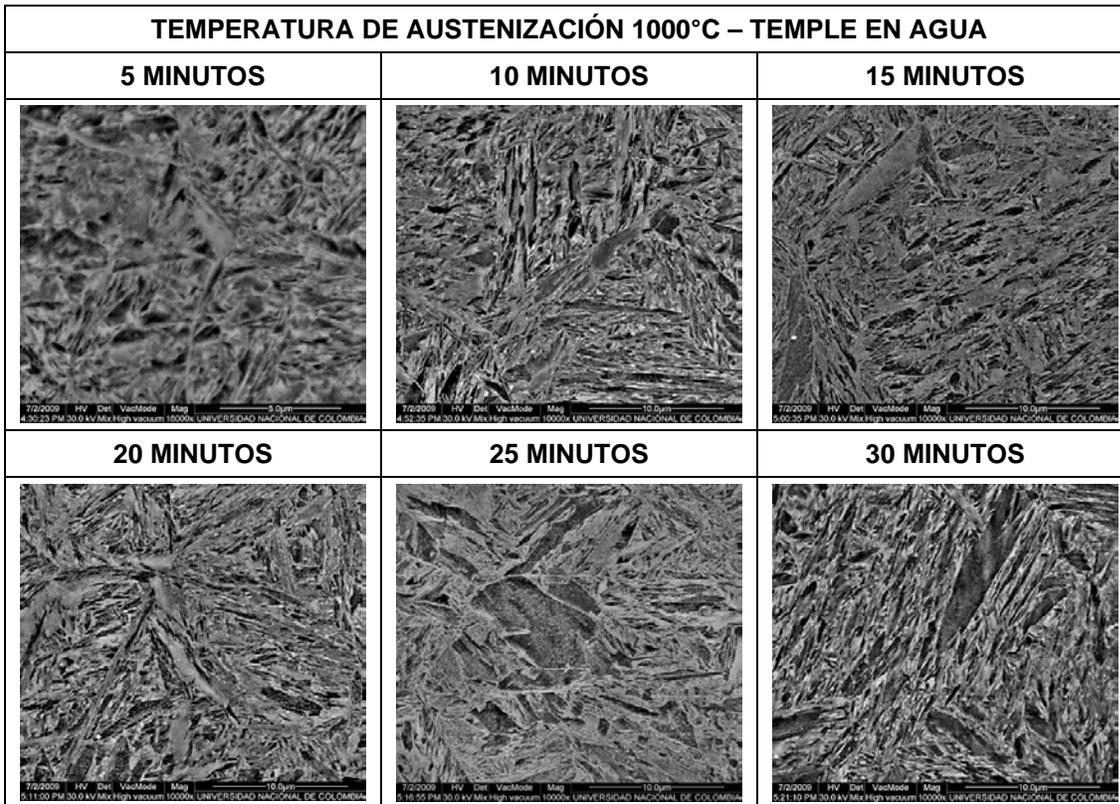
Tabla 3-2: Análisis microestructural por SEM de las probetas del proveedor de México, austenizadas con las tres temperaturas durante un tiempo de sostenimiento de 30 minutos y templadas en dos medios de enfriamiento. Magnificación 10.000X.

		TEMPERATURA DE AUSTENIZACIÓN (°C)		
		850	930	1000
MEDIO DE ENFRIAMIENTO	ACEITE			
	AGUA			

En la Tabla 3-3 se presentan los resultados obtenidos de las probetas del proveedor de México las cuales se austenizaron a 1000°C durante los diferentes tiempos de sostenimiento y finalmente se templaron en agua. Al igual que antes, tampoco se encontró influencia de este parámetro del tratamiento térmico de temple sobre la

estructura fina de la martensita. Se obtuvieron resultados similares en los otros tres proveedores.

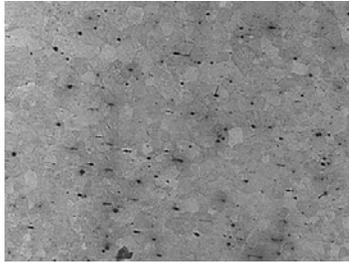
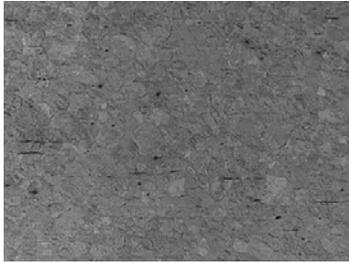
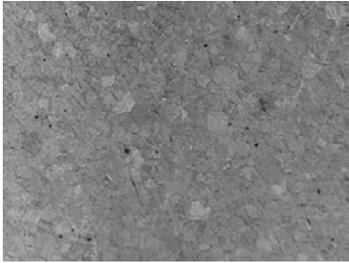
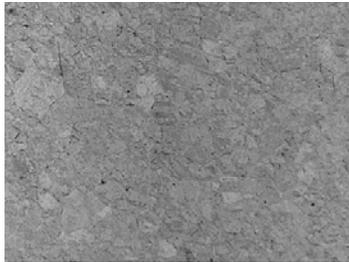
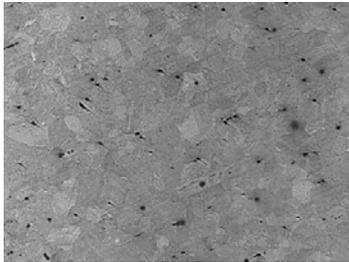
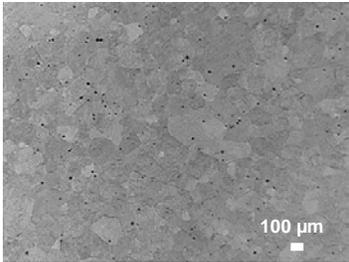
Tabla 3-3: Análisis microestructural por medio de SEM obtenido de las probetas del proveedor de México, austenizadas a 1000°C durante los diferentes tiempos de austenización y templadas en agua. Magnificación 10.000X.



Los análisis microestructurales ópticos y SEM permitieron observar con gran detalle las características propias de la martensita, cantidades muy pequeñas de austenita retenida y no se encontraron evidencias de la presencia de precipitados de borde de grano. Con base en los resultados presentados, definitivamente se puede concluir que no se encontró evidencia de la influencia de las condiciones del tratamiento térmico de temple ni de la composición química sobre la microestructura martensítica del acero 5160H templado.

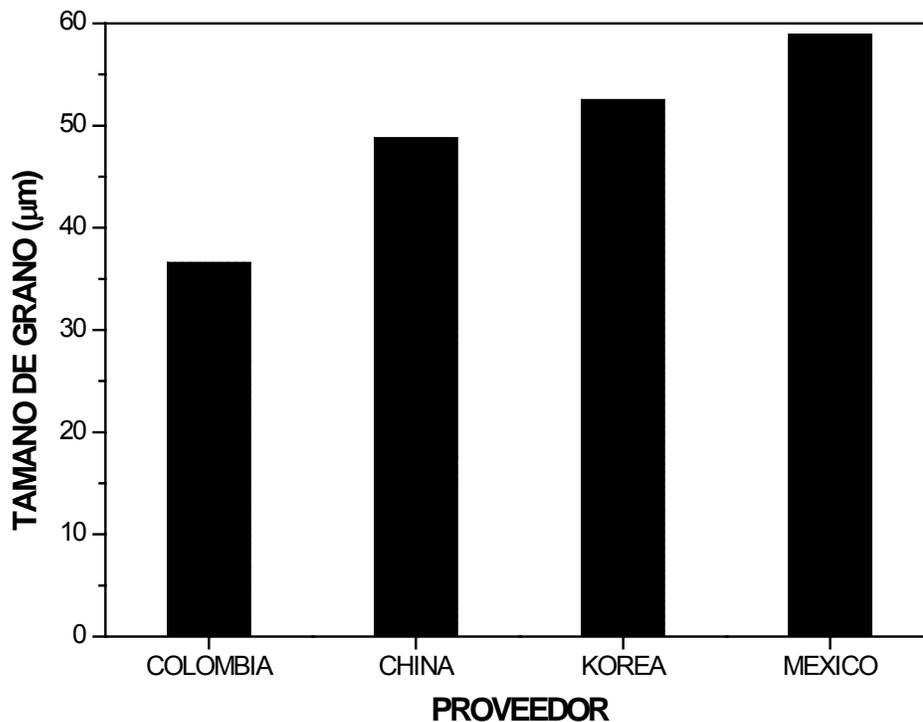
Otra característica importante del análisis microestructural del acero 5160H templado es el tamaño de grano de austenita previa. Los resultados obtenidos para este parámetro indican que el tiempo de austenización no tuvo una influencia significativa sobre el tamaño de grano de austenita previa en el acero 5160H templado. En la Tabla 3-4 se ejemplifica esta afirmación ya que se presentan las micrografías de las probetas del proveedor de Colombia austenizadas a 1000°C durante los diferentes tiempos de sostenimiento y templadas en agua. Las mediciones realizadas indican que el tamaño de grano de la austenita previa sufrió un aumento de aproximadamente 0.5 ASTM (10 µm aproximadamente) desde los 5 minutos de sostenimiento hasta los 30 minutos de sostenimiento, lo que para efectos prácticos no es significativo. Este resultado fue similar para los otros proveedores. En cuanto al efecto del tiempo de sostenimiento sobre el tamaño de grano de la austenita previa para las otras temperaturas de austenización fue menos relevante.

Tabla 3-4: Micrografías ópticas del tamaño de grano de austenita previa en las probetas templadas del proveedor de Corea. Temperatura de austenización 1000°C. Magnificación 100X.

TEMPERATURA DE AUSTENIZACIÓN 1000°C – TEMPLE EN AGUA		
5 MINUTOS	10 MINUTOS	15 MINUTOS
		
20 MINUTOS	25 MINUTOS	30 MINUTOS
		

De la misma manera el tamaño de grano de austenita previa no tuvo cambios significativos con relación a las diferencias de composición química del acero 5160H en este trabajo. Las medidas realizadas para determinar este aspecto se pueden observar en la Figura 3-8. Allí se muestran los resultados de las mediciones de tamaño de grano de austenita previa para las probetas de los cuatro proveedores que se austenizaron a 1000°C durante 30 minutos. Los resultados para estas condiciones permitieron establecer que el tamaño de grano de la austenita previa en promedio es 6 ASTM (50 μm aproximadamente) y que cambia ± 0.5 ASTM entre los cuatro proveedores, lo cual nuevamente es prácticamente poco significativo.

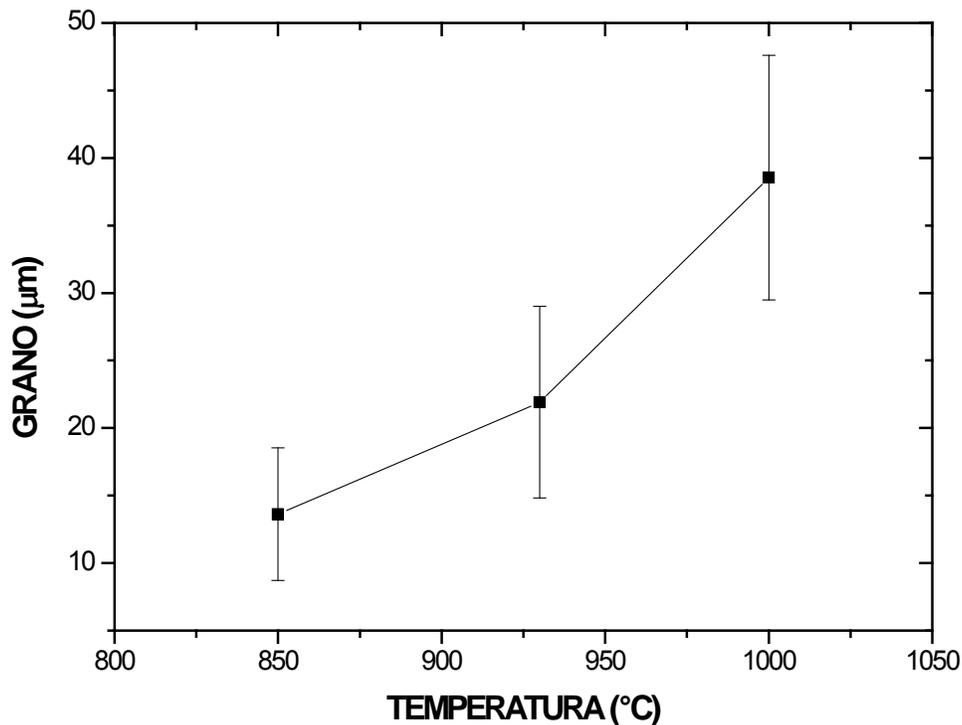
Figura 3-8: Tamaño de grano de austenita previa de las probetas de los cuatro proveedores de acero 5160H austenizadas a 1000°C durante 30 minutos y templadas en aceite.



En último lugar, la variable que tuvo un efecto significativo sobre el tamaño de grano de austenita previa fue la temperatura de austenización. En la Figura 3-9 se observa el efecto de la temperatura de austenización sobre el tamaño de grano para las probetas del proveedor de Colombia austenizadas durante un tiempo de sostenimiento de 30

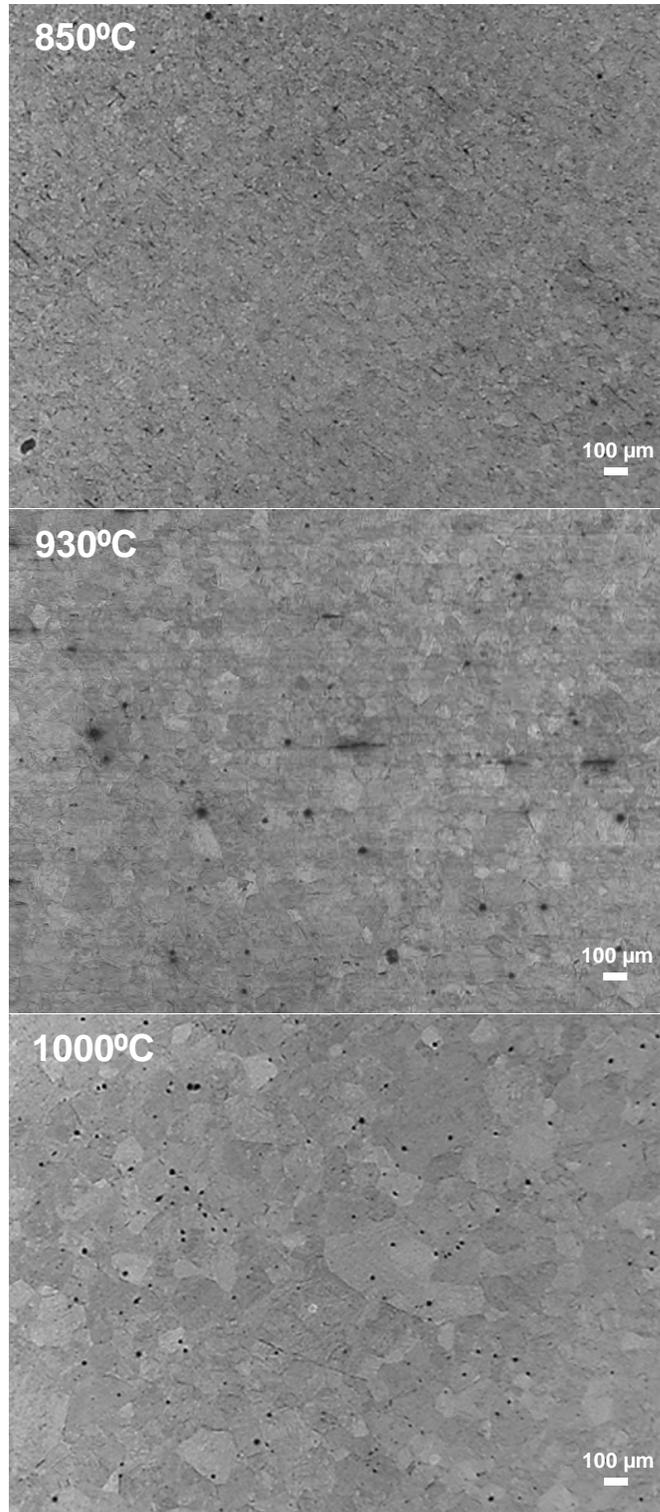
minutos. El incremento de la temperatura de austenización produjo un incremento en el tamaño de grano, el cual va desde 9.5 ASTM para la temperatura de austenización de 850°C hasta 6.5 ASTM para la temperatura de austenización de 1000°C. En la Figura 3-10 se pueden observar los cambios del tamaño de grano de austenita previa para el proveedor de Colombia austenizado durante 30 minutos para las tres temperaturas de austenización 850, 930 y 1000°C. En los otros tres proveedores se obtuvieron resultados similares.

Figura 3-9: Gráfica del tamaño de grano de austenita previa en función de la temperatura de austenización para las probetas del proveedor de Colombia. El tiempo de sostenimiento fue 30 minutos.



Sobre el tamaño de grano de la austenita previa de las probetas de acero 5160H templadas utilizadas en este trabajo, se puede concluir que la temperatura de austenización fue la variable que mayor influencia tuvo sobre este parámetro con relación al poco efecto que establecieron el tiempo de sostenimiento y la composición química. Con estos resultados se completa el análisis microestructural de las probetas de acero 5160H templadas propuesto en este trabajo.

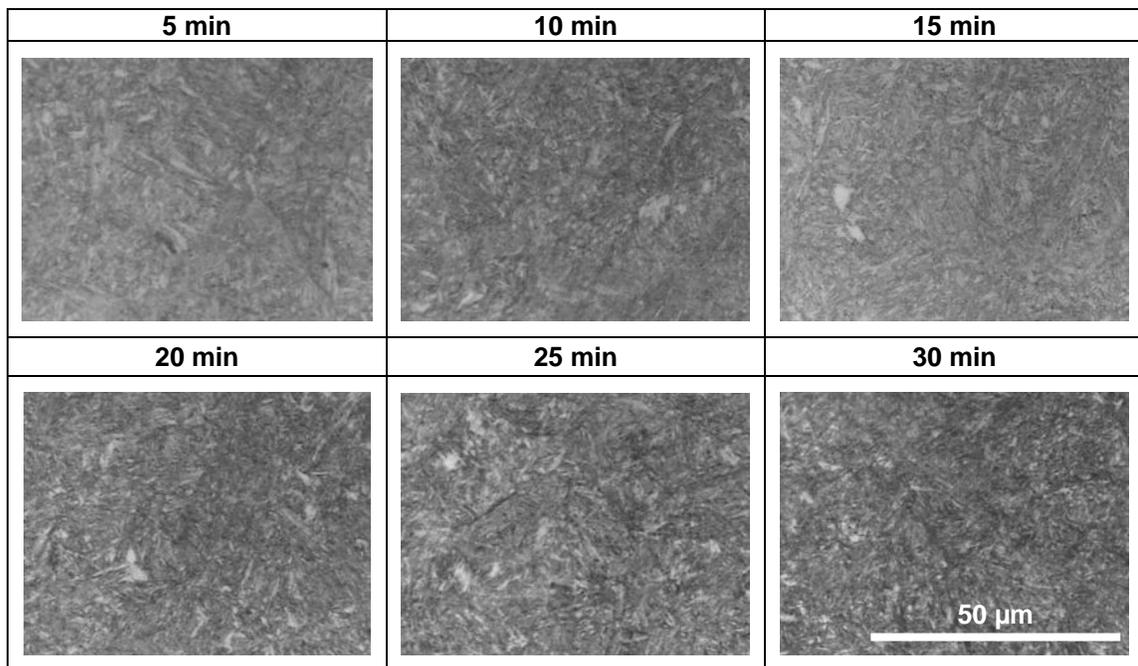
Figura 3-10: Micrografías del tamaño de grano de austenita previa de las probetas del proveedor de Corea. Tiempo de sostenimiento 30 minutos. Magnificación 100X.



3.2.2 Análisis microestructural después del revenido

Inicialmente se analizó la influencia del tiempo de sostenimiento a la temperatura de austenización sobre la microestructura que se obtiene en las probetas sometidas al tratamiento térmico de revenido. En la Tabla 3-5 se presenta una sinopsis de las imágenes obtenidas de las probetas del proveedor de Colombia que se austenizaron a 850°C durante los diferentes tiempos de austenización, se templaron en agua y finalmente se revinieron a 500°C durante 1 hora. En esta tabla se evidencia que este parámetro no tuvo influencia sobre la microestructura del acero 5160H templado y revenido. La microestructura obtenida para todas las condiciones fue martensita revenida. Con respecto a los otros proveedores y las otras temperaturas de austenización, los resultados obtenidos fueron similares.

Tabla 3-5: Análisis microestructural realizado con las probetas de acero 5160H del proveedor Colombia austenizadas a 850°C para cada tiempo de sostenimiento y revenidas a 500°C durante 1 hora. Magnificación 2.000X.



También se analizó la influencia de la temperatura de austenización y la temperatura de revenido sobre la microestructura de las probetas después de someterlas al proceso de revenido. En la Tabla 3-6 se presentan los resultados obtenidos de las probetas del

proveedor de Colombia que se austenizaron a cada temperatura de austenización durante 20 minutos, se templaron en agua y finalmente se revinieron a cada temperatura de revenido por 1 hora.

Tabla 3-6: Análisis microestructural de las probetas de Colombia austenizadas por 20 minutos a cada temperatura de austenización, templadas y posteriormente revenidas a cada temperatura de revenido durante 1 hora. Magnificación 1.000X.

		TEMPERATURA DE AUSTENIZACIÓN (°C)		
		850	930	1000
TEMPERATURA DE REVENIDO (°C)	100			
	200			
	300			
	400			
	500			

En la anterior tabla queda en evidencia que tampoco hubo influencia de la temperatura de austenización sobre la microestructura obtenida de las probetas sometidas al proceso de temple y revenido. La microestructura observada para cada una de las temperaturas de revenido era independiente de la temperatura de austenización utilizada durante el proceso de tratamiento térmico de temple previo. Ahora con respecto a la temperatura de revenido, la microestructura del acero 5160H templado y revenido, se comporta de manera tradicional al igual que los aceros al carbono. Desde la temperatura de 100°C hasta la de 500°C se observa básicamente martensita revenida, cuyas características se modifican a medida que se incrementa la temperatura, pasando por cada una de las etapas del revenido ya definidas. De la misma manera los otros tres proveedores presentaron resultados similares ya que no se encontraron diferencias en la microestructura de las probetas de acero 5160H templadas y revenidas cuando se sometieron a las mismas condiciones de la Tabla 3-6.

3.3 Propiedades mecánicas

Los resultados de los análisis del efecto de las condiciones del tratamiento térmico sobre las propiedades mecánicas se dividieron en dureza, tenacidad y resistencia mecánica.

3.3.1 Dureza

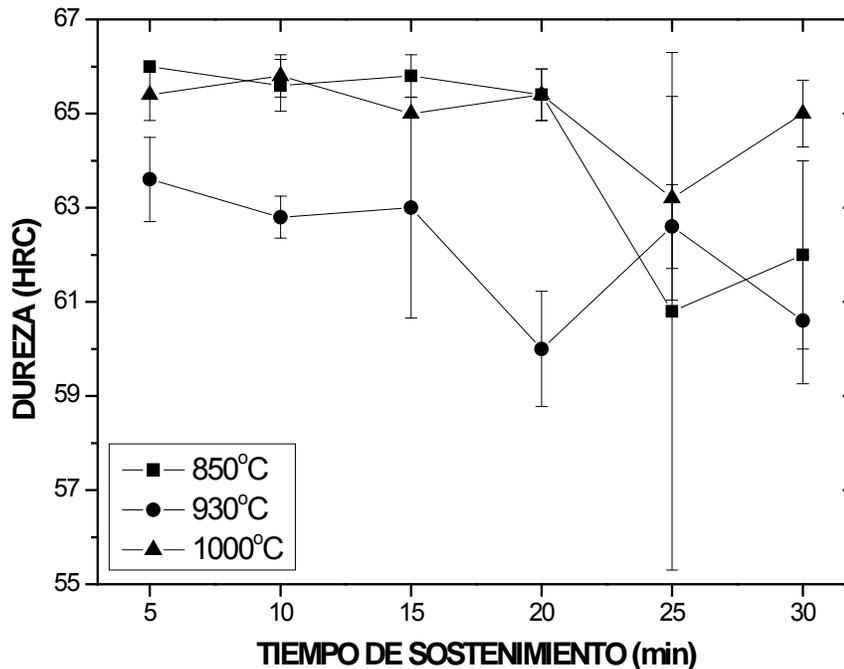
La dureza del material en estado de recibido estaba en el rango entre 25 - 27 HRC. Los resultados de la dureza se presentan de acuerdo al tratamiento térmico que se utilizó. En primer lugar, se analizó la influencia de las condiciones del tratamiento térmico de temple sobre la dureza y posteriormente se analiza la influencia de las condiciones del tratamiento térmico de temple y revenido sobre la dureza.

En lo concerniente a la influencia de las condiciones del tratamiento térmico de temple sobre la dureza de las probetas de acero 5160H templadas, los datos se organizaron de tres maneras tal que permitieran visualizar el efecto de la temperatura de austenización, el medio de enfriamiento y la composición química. Para cumplir con este propósito, los valores de la dureza se graficaron en función del tiempo de sostenimiento.

En la Figura 3-11 se presenta la gráfica de los datos de dureza en función del tiempo de sostenimiento que permiten analizar la influencia de la temperatura de austenización

sobre esta propiedad. Estos resultados se obtuvieron de las probetas del proveedor de Corea que se austenizaron a cada temperatura de austenización durante los diferentes tiempos de sostenimiento y finalmente se templaron en agua. Los otros proveedores presentaron resultados similares cuando se examinaron las diferencias en los datos de la dureza para estos mismos parámetros.

Figura 3-11: Dureza como función del tiempo de sostenimiento para las probetas del proveedor de Corea austenizadas a las tres temperaturas y templadas en agua.



Con relación al efecto del medio de enfriamiento sobre la dureza de las probetas de acero 5160H templadas, en la Figura 3-12 se muestra la gráfica de los datos de la dureza como función del tiempo de sostenimiento obtenidas de las probetas del proveedor de México que se austenizaron a 1000°C para cada tiempo de sostenimiento y finalmente se templaron en cada medio de temple. En la Figura 3-13 se observa la gráficas de la dureza en función del el tiempo de sostenimiento pertenecientes a las probetas de cada proveedor austenizadas a 930°C y posteriormente templadas en aceite. El objetivo de esa figura es mostrar el efecto de la composición química sobre la dureza de las probetas de acero 5160H templadas.

Figura 3-12: Dureza como función del tiempo de sostenimiento para las probetas del proveedor de México austenizadas a 1000°C y templadas en dos medios diferentes.

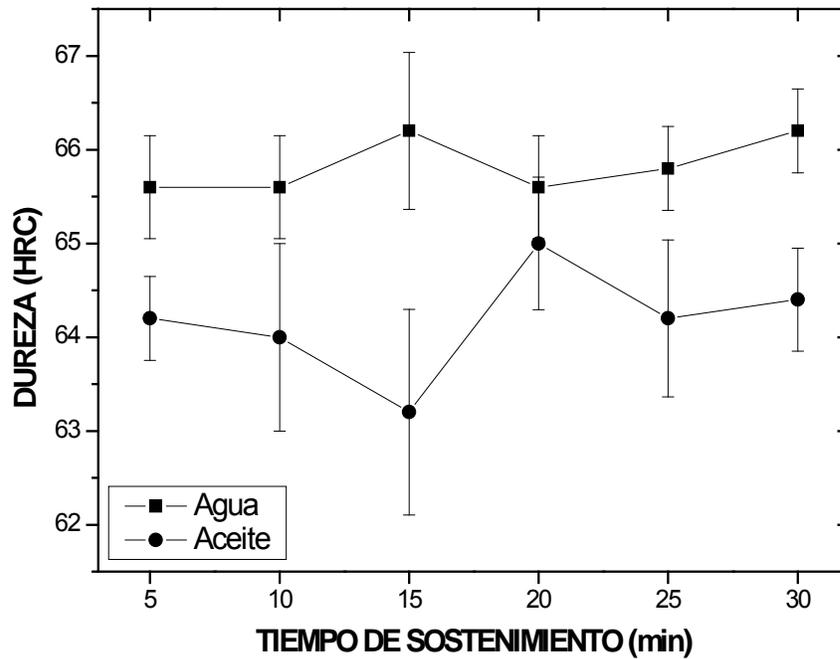
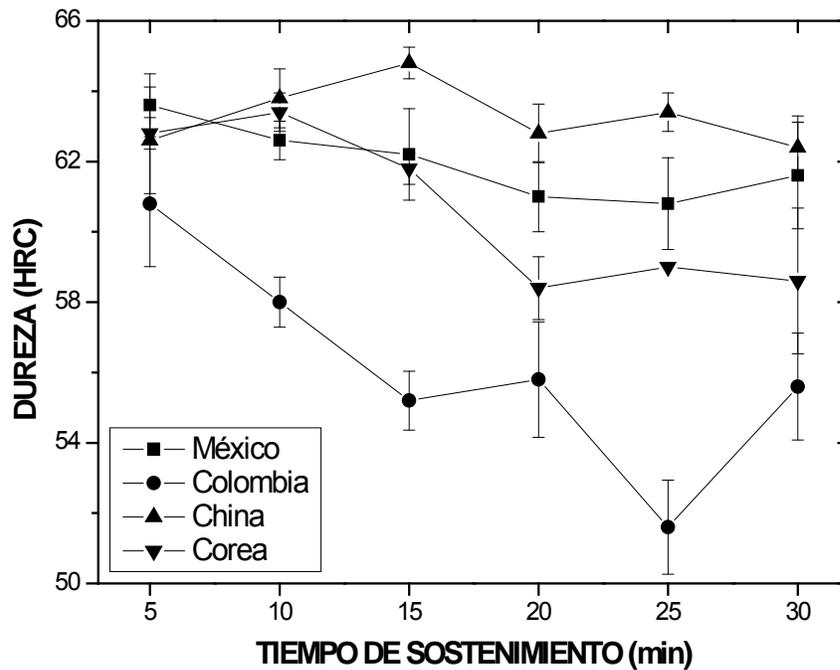


Figura 3-13: Dureza como función del tiempo de sostenimiento para las probetas de cada proveedor austenizadas a 930°C y posteriormente templadas en aceite.



Los resultados de la dureza presentados en las Figuras 3-11, 3-12 y 3-13 son representativos de los resultados obtenidos para todas las condiciones de tratamiento térmico de temple para los cuatro proveedores y utilizando como medios de enfriamiento agua y aceite. Como se puede observar en todos los casos, los resultados obtenidos de la dureza en función del tiempo de sostenimiento parecen tener alguna influencia de las condiciones del tratamiento térmico de temple e incluso de la composición química. Con respecto a este efecto, se debe mencionar que en los resultados se observaron las siguientes tendencias:

- La dureza de las probetas de acero 5160H templadas en agua es apenas mayor al comparar con la dureza de las probetas de acero 5160H templadas en aceite.
- La dureza de las probetas de acero 5160H templadas pertenecientes al proveedor de Colombia es un poco menor al comparar con la dureza de las probetas de acero 5160H templadas de los otros proveedores.

Pero en términos generales se debe destacar que para todas las condiciones del tratamiento térmico de temple, los valores de la dureza obtenidos de las probetas de acero 5160H templadas es aleatorio en el rango de 49 HRC - 66 HRC y no se aprecia ninguna tendencia significativa en el comportamiento de los datos. Esta apreciación se evidencia por el comportamiento estadístico de los datos y sus respectivos errores. De acuerdo a las prácticas de tratamiento térmico establecidas para esta aleación, el valor de la dureza debe estar en el rango de 58 HRC - 63 HRC. Por eso se debe mencionar que algunos de los resultados obtenidos en este trabajo, relacionados con las medidas de dureza superficial del acero 5160H templado, no están dentro de este rango. Estos resultados también están en desacuerdo con el análisis microestructural, donde se observó que la microestructura obtenida es principalmente martensita. La microestructura no sufrió variaciones debidas a las diferentes condiciones del tratamiento térmico de temple empleadas, incluso su estructura fina no presentó cambios significativos. Por este motivo, las condiciones que presentaron diferencias significativas con el rango de dureza establecido se revisaron por medio de la microdureza. Los resultados obtenidos a través de las medidas de microdureza para las probetas de acero 5160H templadas confirman que la dureza para todas y cada una de las condiciones de tratamiento térmico de temple e incluso para los cuatro proveedores se encuentran dentro del rango establecido cuando

se realiza un buen proceso de temple, esto es 61 HRC - 67 HRC. Además se confirma que no hay ninguna tendencia en el comportamiento de los datos de dureza debido a las condiciones del tratamiento térmico y los valores se ubican de manera aleatoria dentro del rango mencionado. Por lo tanto se concluye que las diferencias en las medidas de dureza superficiales obtenidas de las probetas de acero 5160H templadas probablemente son causadas por el efecto de decarburización superficial localizado durante el proceso de austenización y el temple.

En la Tabla 3-7 se presentan los resultados de las medidas de dureza obtenidas de las probetas de acero 5160H templadas en lecho fluidizado y aceite agitado a 60°C. Estos resultados presentaron muy pocas diferencias respecto a los resultados encontrados en las probetas de acero 5160H templadas en los otros medios para estas mismas condiciones de tratamiento térmico de temple. De acuerdo al análisis microestructural realizado en estas probetas no se encontraron diferencias significativas ya que la microestructura encontrada al igual que antes fue martensita, lo cual permite deducir que las diferencias en las medidas de la dureza nuevamente se deben a condiciones superficiales locales de decarburización durante la austenización y el temple.

Tabla 3-7: Medidas de dureza obtenidas de las probetas de acero 5160H templadas en lecho fluidizado y aceite a 60°C agitado.

TEMPERATURA DE AUSTENIZACIÓN (°C)	TIEMPO DE SOSTENIMIENTO (min)	DUREZA (HRC)	
		LECHO FLUIDIZADO	ACEITE
850	5	59,40	58,34
	30	62,15	59,18
1000	5	55,4	58,75
	30	33,61	53,06

Sin embargo, se observó que la probeta austenizada a 1000°C durante 30 minutos y templada en lecho fluidizado presentó una dureza mucho menor con respecto a las otras condiciones. Este resultado está de acuerdo con el análisis microestructural realizado a esta probeta, ya que se encontró que contiene otro microconstituyente además de la martensita y se produce porque la rapidez de enfriamiento que presenta el lecho fluidizado es menor con respecto a la que tienen los otros medios de enfriamiento. De la

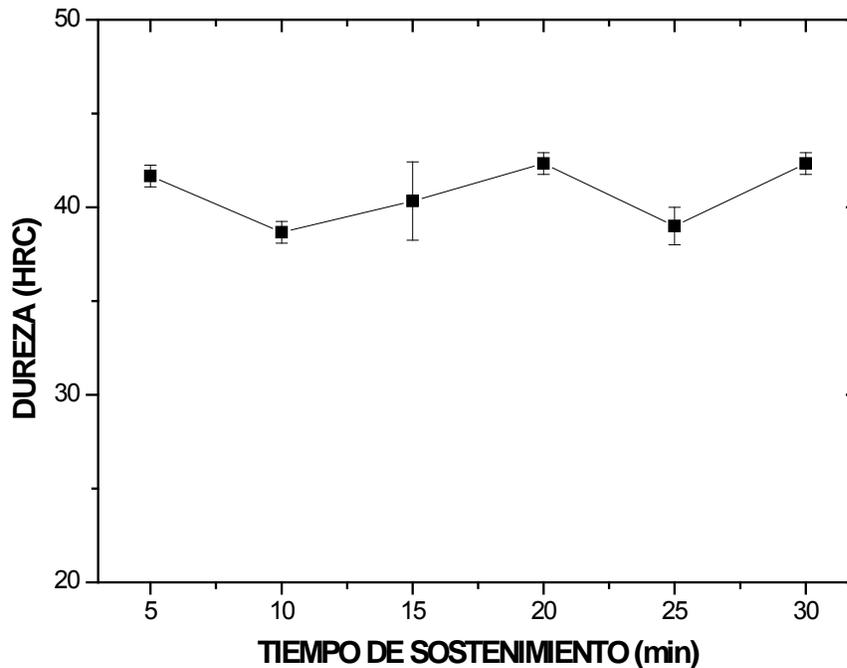
misma manera se observó que en las probetas templadas en el lecho fluidizado las durezas son más variables a lo largo de la pieza, mientras que en las probetas templadas en los demás medios de enfriamiento se obtienen durezas distribuidas de manera casi homogénea.

En conclusión se establece que las diferentes condiciones a las que se realizó el tratamiento térmico de temple, no tuvieron un efecto significativo sobre la propiedad de dureza obtenida en las probetas de acero 5160H templadas, excepto para el caso mencionado anteriormente.

Por otro lado, a continuación se presentarán los resultados de las medidas de dureza obtenidas de las probetas de acero 5160H sometidas al proceso de temple y revenido. Al igual que antes, los resultados se organizaron de tal manera que permitieran visualizar el efecto del tiempo de sostenimiento durante la austenización, la temperatura de austenización y la temperatura de revenido sobre esta propiedad mecánica después del proceso de revenido.

En la Figura 3-14 se observan los datos de la dureza de las probetas del proveedor de Colombia graficadas en función al tiempo de sostenimiento durante la austenización. La intención es analizar qué efecto de este parámetro sobre la dureza de las probetas de acero 5160H sometidas al proceso de revenido. Los datos pertenecen a las probetas que fueron austenizadas a 850°C a cada tiempo de sostenimiento, templadas en agua y posteriormente revenidas a 500°C durante una hora. En esta figura se evidencia que las durezas están alrededor de 40 HRC y que el tiempo de sostenimiento durante la austenización no repercute sobre el valor de la dureza de las probetas de acero 5160H revenidas. Los resultados para las tres temperaturas de austenización, los cuatro proveedores y los dos medios de enfriamiento en todas las probetas de acero 5160H sometidas al proceso de tratamiento térmico de revenido, presentaron un comportamiento similar al que se presenta en la Figura 3-14. Con base en estos resultados, se puede concluir que para todas las temperaturas de austenización y revenido utilizadas en este trabajo, el tiempo de sostenimiento a la temperatura de austenización no tiene influencia sobre la dureza de las probetas de acero 5160H sometidas al tratamiento térmico de temple y revenido.

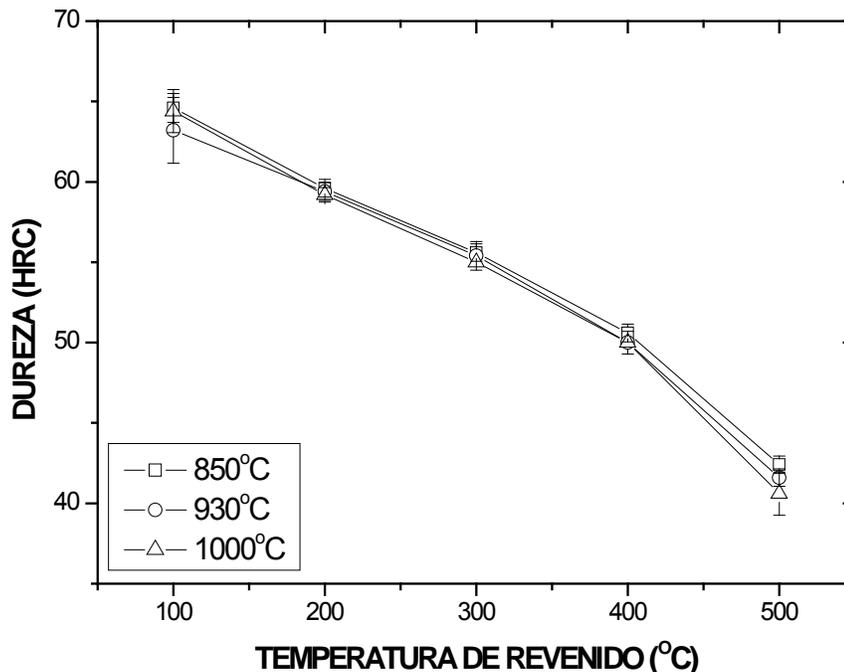
Figura 3-14: Dureza de las probetas de acero 5160H revenidas como función del tiempo de sostenimiento. Probetas del proveedor de Colombia austenizadas a 850°C durante cada tiempo de sostenimiento, templadas en agua y finalmente revenidas a 500°C por una hora.



Con respecto al efecto de la temperatura austenización y la temperatura de revenido sobre la dureza, en la Figura 3-15 se observan los datos obtenidos de las probetas de acero 5160H del proveedor de Colombia que se sometieron al tratamiento térmico de temple y revenido. Las probetas se austenizaron a cada temperatura de austenización durante 20 minutos, fueron templadas en agua y posteriormente se revinieron a cada una de las temperaturas de revenido durante una hora. A partir de estos resultados se puede afirmar que la temperatura de austenización no tiene influencia significativa sobre la dureza de las probetas de acero 5160H después de someterlas al tratamiento térmico de temple y revenido. No obstante, se observó que la dureza presentó una tendencia: la dureza de las probetas austenizadas a 850°C es un poco mayor (aprox. 1 HRC) que la dureza de las probetas austenizadas a 930°C y esta misma relación entre la dureza de la última temperatura de austenización con respecto a la dureza de las probetas austenizadas a 1000°C. Para efectos prácticos, esta tendencia es apenas considerable y está relacionada con al aumento del tamaño de grano debido al aumento de la temperatura de austenización, como se observó anteriormente. Consiguientemente, el

efecto de la temperatura de revenido sobre la dureza de las probetas de acero 5160H sometidas al tratamiento térmico de temple y revenido es el típico de los aceros al carbono. Esto es, cuando se incrementa la temperatura de revenido la dureza del acero disminuye. Por ejemplo, las probetas revenidas a 100°C tienen una dureza en el rango 63 - 65 HRC, en contraste con las probetas revenidas a 500°C que tiene una dureza en el rango 41 - 42 HRC. Este resultado se debe a los cambios microestructurales propios de cada etapa del proceso de revenido que ya están establecidos. El comportamiento de la dureza con respecto a la temperatura de austenización y a la temperatura de revenido fue igual para los cuatro proveedores y los dos medios de enfriamiento en todas las probetas de acero 5160H sometidas al proceso de tratamiento térmico de revenido.

Figura 3-15: Dureza como función de la temperatura de revenido. Estos datos pertenecen a las probetas de acero 5160H del proveedor de Colombia sometidas al tratamiento térmico de temple y revenido.



En conclusión se puede afirmar que las condiciones del tratamiento térmico de temple no tienen influencia significativa sobre la dureza de las probetas de acero 5160H sometidas al proceso de tratamiento térmico de temple y revenido. Mientras que la temperatura de revenido sí tiene efecto sobre la dureza de las probetas de acero 5160H sometidas al

proceso de temple y revenido, ya que a medida que se incrementa la temperatura de revenido la dureza se reduce.

3.3.2 Tenacidad

Los resultados obtenidos para esta propiedad mecánica, al igual que en los casos anteriores, se presentan en dos partes. Inicialmente se presentan los resultados obtenidos de las probetas que se sometieron al tratamiento térmico de temple. Posteriormente, se presentan los resultados obtenidos de las probetas que se sometieron al tratamiento térmico de temple y revenido.

Con relación a las probetas que se sometieron al proceso de temple, se analizó la influencia sobre la tenacidad del material de los siguientes parámetros: temperatura de austenización, tiempo de austenización y composición química. En la Tabla 3-8 se presenta el resumen de los resultados obtenidos en las probetas de acero 5160H de los cuatro proveedores que se sometieron al tratamiento térmico de temple utilizando como medio de enfriamiento al aceite y a las diferentes condiciones.

Tabla 3-8: Tenacidad de las probetas de acero 5160H de los cuatro proveedores en estado de recibido y aquellas sometidas al tratamiento térmico de temple.

TEMPERATURA DE AUSTENIZACIÓN (°C)	TIEMPO DE SOSTENIMIENTO (min)	PROMEDIO ENERGIA ABSORBIDA (J)			
		COREA	MEXICO	COLOMBIA	CHINA
RECIBIDO	----	12,1	10,1	9,8	11,1
850	5	3,4	3,6	3,8	3,9
	30	4,2	3,9	3,9	3,6
930	5	3,4	4,7	3,9	3,9
	30	3,7	3,3	4,2	3,7
1000	5	3,6	3,8	3,9	3,6
	30	3,9	3,8	4,9	3,8

Los resultados de la tabla anterior se graficaron con la intención de facilitar la observación. En las Figura 3-16 y 3-17 se puede observar el efecto de la temperatura de austenización y la composición química sobre la tenacidad de las probetas de acero 5160H templadas en aceite, austenizadas durante 5 y 30 minutos respectivamente. En estas gráficas se observa que no hay diferencias significativas entre los valores de la

tenacidad de las probetas de acero 5160H templadas con cada una de las condiciones del tratamiento térmico. Excepto para las probetas del proveedor de México austenizadas a 930°C durante 5 minutos y las probetas del proveedor de Colombia austenizadas a 1000°C durante 30 minutos, el valor de la tenacidad obtenida de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H templadas se encuentra en el rango de 3.3 - 4.2 joules. Para efectos prácticos este rango es pequeño y los datos se ubicaron en él sin presentar tendencia alguna. Esto indica que la influencia de la temperatura de austenización, el tiempo de sostenimiento y la composición química sobre la tenacidad de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H templadas no es significativa. Todos los valores de tenacidad obtenidos son bajos, revelando que las probetas de impacto Charpy de acero 5160H templadas presentan fragilidad. Debido a la fragilidad que presenta el material en estas condiciones, el tipo de fractura presente en las probetas debe ser fractura frágil. Para confirmar esta afirmación, se utilizó la técnica de microscopía SEM para observar la superficie de fractura de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H templadas.

Es importante aclarar las excepciones mencionadas anteriormente y que se observan en las Figuras 3-16 y 3-17. La primera excepción se presenta por dos razones: debido a los errores experimentales propios de la técnica utilizada y a las diferencias en el estado de temple entre una probeta y otra. En contraste, la segunda excepción realmente es un resultado obtenido como efecto del tratamiento térmico sobre la tenacidad, el cual más adelante se explicará.

Ahora bien, con relación al tipo de fractura que exhibieron estas probetas en la Figura 3-18 se observan dos fractografías SEM obtenidas de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H de los proveedores de Colombia y México. En estas imágenes se confirma que el tipo de fractura que presenta el material en estas condiciones es fractura frágil. Esta afirmación se fundamenta principalmente en que aunque se observan algunas regiones de fractura transgranular (fractura dúctil), el mayor porcentaje que cubre la superficie de fractura es la fractura intergranular. Este efecto ya se había previsto de acuerdo con las observaciones de las microgrietas realizadas en las probetas del análisis microestructural que se mostraron en las Figuras 3-3 y 3-4.

Figura 3-16: Tenacidad de las probetas de acero 5160H como función de la temperatura de austenización. Austenización durante 5 minutos y temple en aceite.

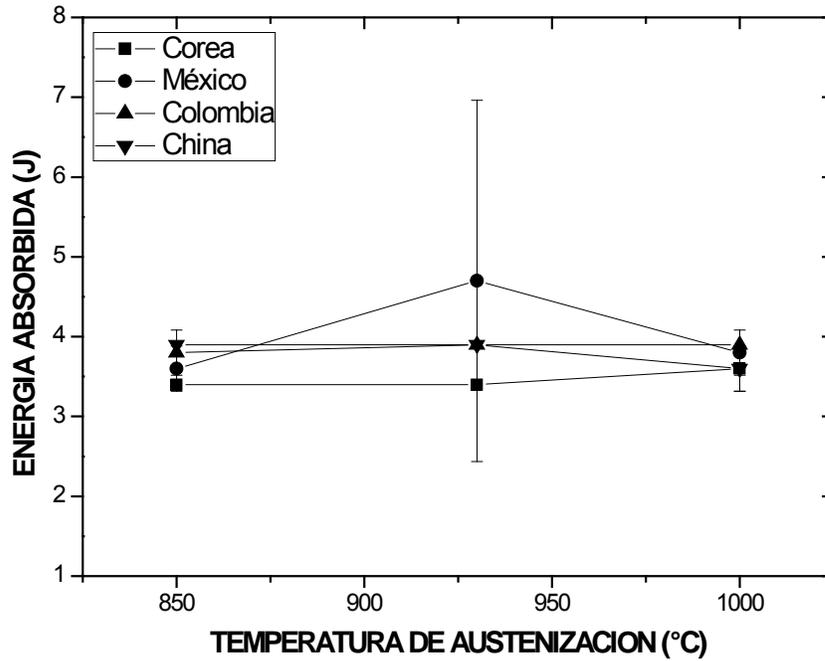


Figura 3-17: Tenacidad de las probetas de acero 5160H como función de la temperatura de austenización. Austenización durante 30 minutos y templadas en aceite.

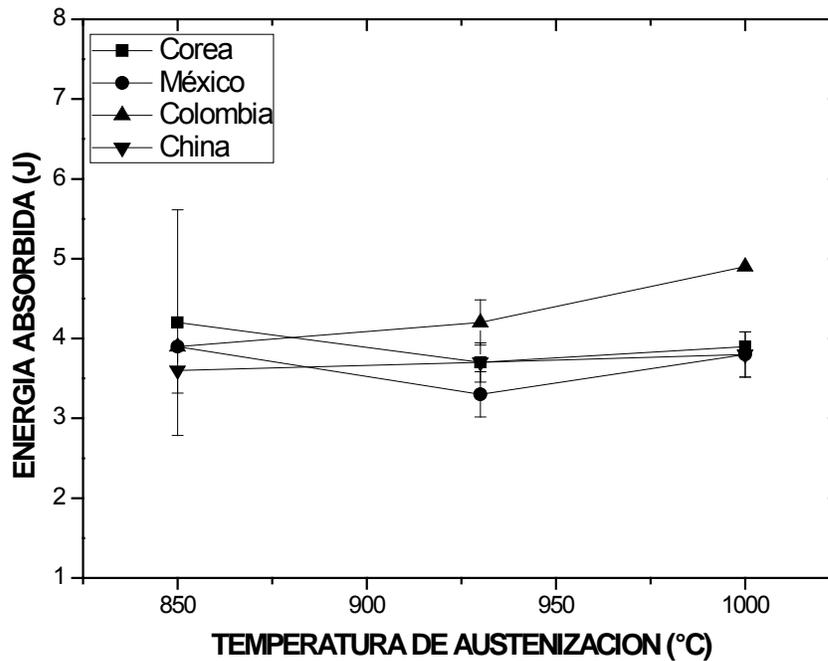
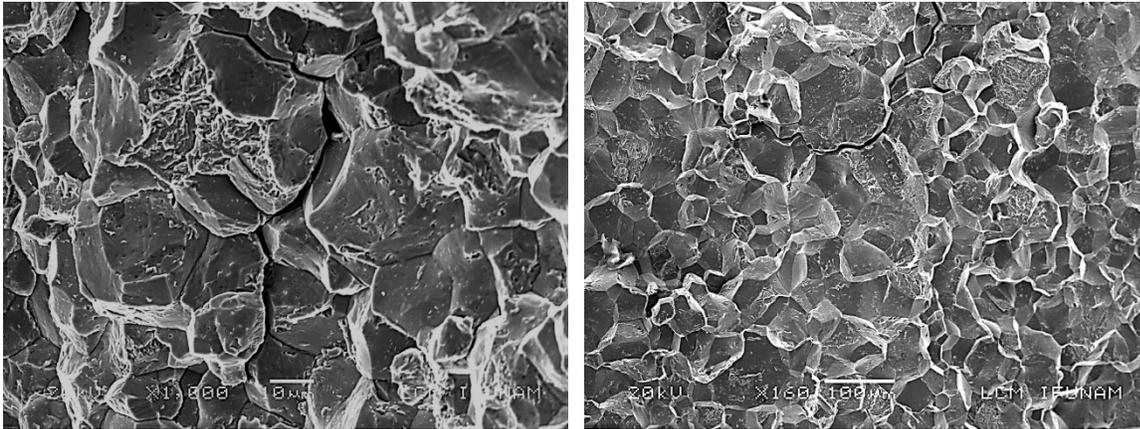


Figura 3-18: Fractografías SEM obtenidas de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H templadas. A) probeta de Colombia austenizada a 930°C por 5 minutos, B) probeta de México austenizada a 1000°C por 30 minutos.

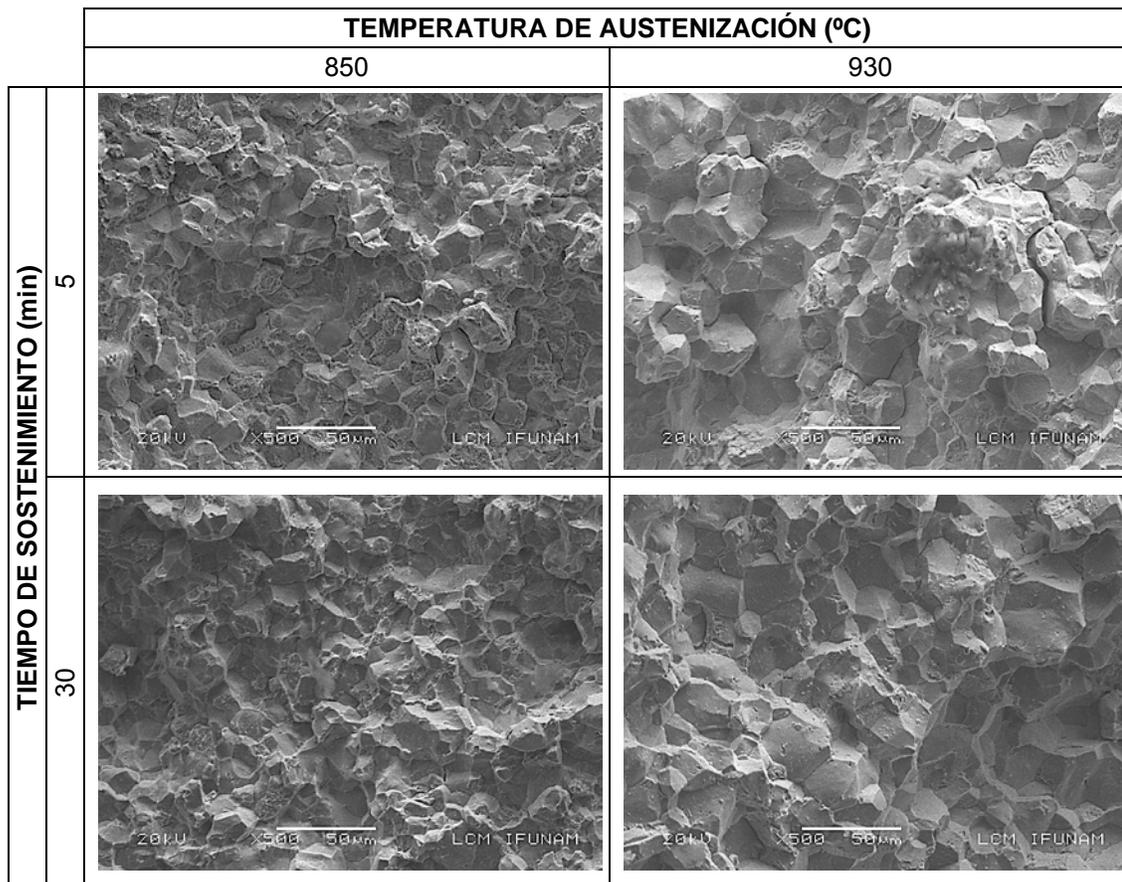


En la Tabla 3-9 se presenta el resumen de las fractografías SEM obtenidas de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H del proveedor de Colombia austenizadas a 850°C y 930°C durante los tiempos de sostenimiento extremos (5 y 30 minutos) y finalmente templadas en aceite. El propósito de esta tabla es identificar el efecto del tiempo sostenimiento sobre el tipo de fractura de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H templadas. Como se aprecia en esta tabla, el tiempo de sostenimiento no tiene efecto sobre el tipo de fractura que presentan las probetas para las temperaturas de austenización ya mencionadas. Las superficies de fractura de estas probetas continúan consistiendo principalmente de fracturas intergranulares frágiles. Este resultado es igual para las probetas de los otros proveedores sometidas a las mismas condiciones de tratamiento térmico. También se puede observar que estos resultados están en concordancia con aquellos presentados en la Tabla 3-8 y en las Figuras 3-16 y 3-17, confirmando así que el efecto de esta variable sobre la tenacidad del material no es significativo. Ahora bien, esta variable tampoco tiene un efecto significativo sobre el tamaño de grano, tal y como se afirmó en los resultados de la Tabla 3-4.

Para identificar el efecto de la temperatura de austenización sobre el tipo de fractura, en la Figura 3-19 se muestran las fractografías SEM de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H del proveedor de Colombia sometidas al tratamiento térmico de temple. En estas imágenes se observa que el tipo de fractura no se modifica al cambiar la

temperatura de austenización. Al igual que antes, el tipo de fractura consiste principalmente de fractura intergranular con poca cantidad de fractura transgranular. Sin embargo, las probetas austenizadas a 1000°C durante 30 minutos presentan un alto porcentaje de fractura transgranular. Estos resultados son correspondientes con los resultados presentados en la Tabla 3-8 y en la Figura 3-17, allí se mostró que la tenacidad estas probetas aumentó desde 3.9 a 4.9 joules cuando la temperatura de austenización aumentó desde 850°C hasta 1000°C respectivamente. Para los otros proveedores no se encontró esta relación entre la temperatura de austenización, la tenacidad y el tipo de fractura, ya que como se comentó antes el tipo de fractura presente es principalmente intergranular.

Tabla 3-9: Fractografías SEM de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H del proveedor Colombia templadas en aceite donde se muestra el efecto del tiempo de sostenimiento.



Con respecto al efecto que tiene la temperatura de austenización sobre el tamaño de grano, en las imágenes de la Figura 3-19 se hace evidente que al incrementar la temperatura de austenización el tamaño de grano aumenta, tal como se observó en las Figuras 3-9 y 3-10. A pesar de que el tamaño de grano se hace mayor, la tenacidad no se ve afectada por este parámetro, con la excepción mencionada anteriormente. A diferencia de los resultados reportados en trabajos anteriores, la tenacidad obtenida de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H sometidas al tratamiento térmico de temple con las condiciones de este trabajo no depende de la temperatura de austenización.

El efecto de la composición química sobre el tipo de fractura de las probetas de acero 5160H templadas, se presenta en los resultados de la Tabla 3-10. Allí se observan las fractografías SEM obtenidas de las probetas de acero 5160H austenizadas a 1000°C durante 30 minutos y templadas en aceite que pertenecen a los cuatro proveedores. Al igual que antes, el tipo de fractura presente en la superficie de las probetas consiste principalmente de fractura intergranular con una cantidad de fractura transgranular menor. En los resultados presentados en la Tabla 3-8 y en las Figura 3-17 y 3-18 se observó que la tenacidad de las probetas no se modifica de manera significativa debido a las diferencias de composición química entre los cuatro proveedores, lo que concuerda con los resultados de la Tabla 3-10. En contraste, nuevamente se debe mencionar la excepción de la probeta del proveedor de Colombia, la cual presenta un alto porcentaje de fractura transgranular con una proporción de fractura intergranular menor. Para las otras temperaturas no se encuentra la misma relación entre la composición química y el tipo de fractura que resulta en las pruebas de tenacidad. De la misma manera, en las imágenes de la Tabla 3-10 se hace evidente que no hay un efecto significativo de la composición química sobre el tamaño de grano, estando en completo acuerdo con los resultados exhibidos en la Figura 3-8.

Es así que con base en los resultados mencionados, se concluye que la tenacidad obtenida de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H, sometidas al tratamiento térmico de temple, no presenta una dependencia significativa de la composición química de las aleaciones utilizadas en este trabajo.

Figura 3-19: Fractografías SEM de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H templadas pertenecientes al proveedor de Colombia. El tiempo de sostenimiento a la temperatura de austenización es de 30 minutos y el medio de temple fue aceite.

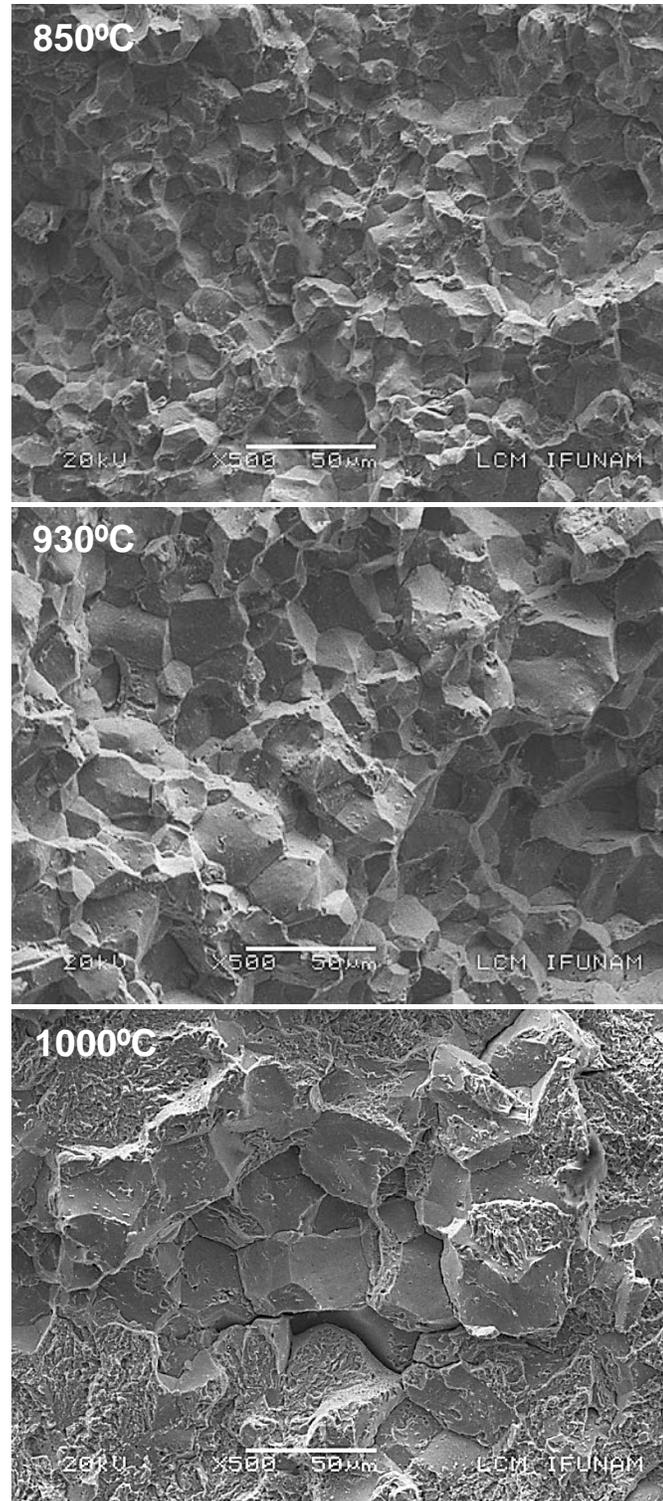
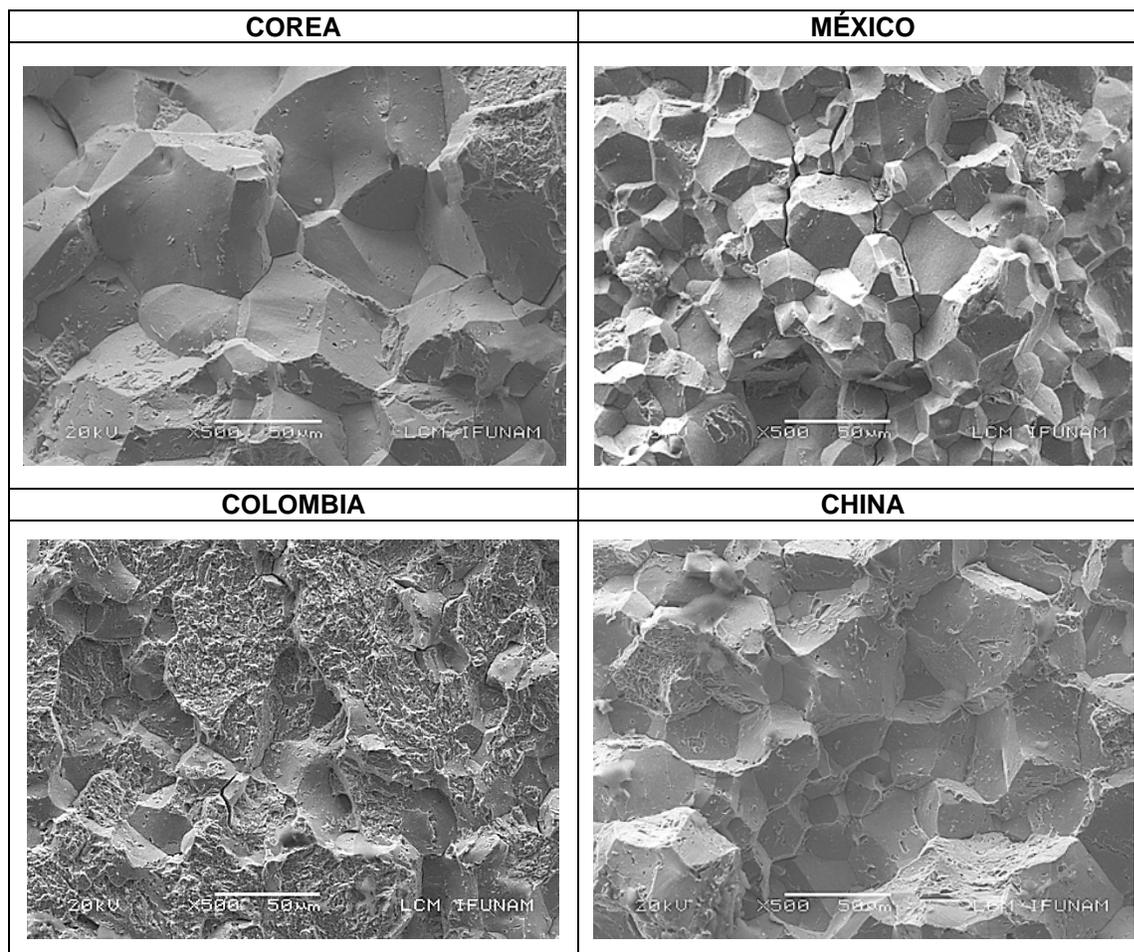


Tabla 3-10: Fractografías SEM de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H templadas. Las probetas se austenizaron a 1000°C durante 30 minutos y se templaron en aceite.



En la Tabla 3-11 se puede observar la influencia del medio de enfriamiento sobre la tenacidad de las probetas de acero 5160H después de someterlas al tratamiento térmico de temple las cuales pertenecen al proveedor de Colombia. Los resultados que se muestran en la tabla permiten visualizar que la tenacidad obtenida de las probetas templadas en el lecho fluidizado presenta el mismo comportamiento que la tenacidad obtenida de las probetas templadas en aceite a temperatura ambiente. En contraste, la tenacidad obtenida de las probetas templadas en aceite a 60°C presentó un comportamiento diferente, exhibiendo mayor regularidad en los datos. Dos condiciones estuvieron un poco alejadas del comportamiento promedio, las probetas austenizadas a

850°C durante 30 minutos y templadas en aceite a 60°C y las probetas austenizadas a 1000°C durante 30 minutos y templadas en lecho fluidizado. Esto se debe a las diferencias entre la rapidez de enfriamiento característica de cada medio de temple. Por ejemplo, la tenacidad obtenida de las probetas templadas en aceite a 60°C es un poco mayor que la tenacidad obtenida de las probetas templadas en lecho fluidizado. Aquí se evidencian las diferencias entre las rapidezces de enfriamiento, ya que el aceite tiene una rapidez de enfriamiento mayor, lo que permite obtener más martensita y en tamaños más pequeños, como se observó en el análisis microestructural. Las condiciones descritas anteriormente facilitan la fragilización del material a nivel macroscópico. De la misma manera, la tenacidad de las probetas austenizadas a 1000°C durante 30 minutos y templada en lecho fluidizado fue mayor. En este caso se obtuvieron las siguientes características: la dureza fue menor (33 HRC), casi la mitad de los otros casos y en el análisis microestructural se observó la presencia de otros microconstituyentes además de la martensita. Estas características explican el valor de tenacidad mayor con respecto a la obtenida con los otros medios de enfriamiento. En esta parte del trabajo se debe mencionar que no se utilizó el agua, ya que como se observó anteriormente, este medio de enfriamiento genera una cantidad considerable de agrietamiento en las piezas durante el proceso de temple.

Tabla 3-11: Tenacidad de las probetas de acero 5160H del proveedor de Colombia sometidas al proceso de temple. Se utilizaron tres medios de enfriamiento diferentes.

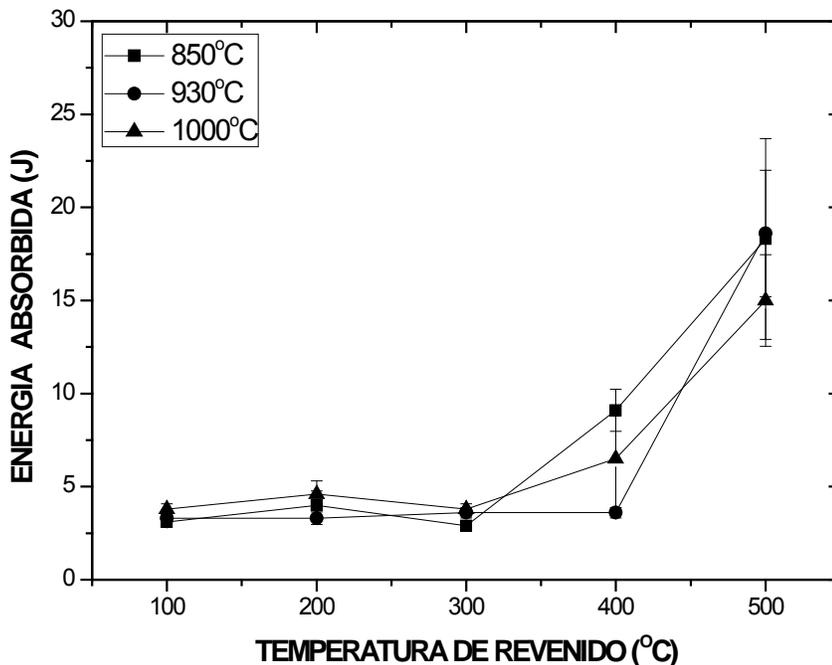
TEMPERATURA DE AUSTENIZACIÓN (°C)	TIEMPO DE SOSTENIMIENTO (min)	PROMEDIO ENERGIA ABSORBIDA (J)		
		ACEITE °T-amb	LECHO FULIDIZADO	ACEITE A 60°C
850	5	3,8	3,9	3,7
	30	3,9	3,8	3,1
1000	5	3,9	4,1	3,8
	30	4,9	5,0	3,9

Con relación a las diferentes condiciones con las que se realizó el tratamiento térmico de temple, en general se puede afirmar que no existe una influencia significativa (en aplicaciones prácticas) sobre la propiedad mecánica de la tenacidad de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H templadas. Los resultados permiten establecer que la

tenacidad de las probetas de acero 5160H templadas no parecen depender de: la temperatura de austenización, el tiempo de sostenimiento o la composición química. Solo algunas excepciones que se explicaron y que más adelante se complementará su dilucidación.

A continuación se presentará el análisis del efecto de los parámetros del proceso de temple y revenido sobre la tenacidad del acero 5160H. Los resultados se organizaron en dos partes: la tenacidad en función de la temperatura de revenido para cada temperatura de austenización y la tenacidad en función de la temperatura de revenido para cada composición química. De acuerdo a esta clasificación, los valores de la tenacidad obtenida de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H sometidas al proceso de temple y revenido se muestran en las Figuras 3-20 y 3-21 respectivamente.

Figura 3-20: Tenacidad de las probetas de acero 5160H como función de la temperatura de revenido para cada temperatura de austenización previa al temple. Estas probetas pertenecen al proveedor de México.



Debido a que la tenacidad de las probetas de acero 5160H templadas no dependen del tiempo de austenización, se decide que el tiempo de sostenimiento a la temperatura de

austenización sea 30 minutos para obtener la tenacidad de las probetas de acero 5160H templadas y revenidas. En la Figura 3-20 se observa el efecto de la temperatura de revenido y la temperatura de austenización sobre la tenacidad de las probetas de impacto Charpy de acero 5160H pertenecientes al proveedor de México. El comportamiento de la tenacidad frente a la temperatura de revenido es el típico para los aceros de alto carbono. La tenacidad de todas las probetas revenidas en el rango de 100 - 200°C es baja, siendo su valor inferior a 5 joules. Este resultado da cuenta del fenómeno de fragilización por temple, el cual es el tema de este trabajo de investigación. Pasando desde 100°C hasta 200°C existe una tendencia de incremento de la tenacidad, pero este incremento es menor a 1 joule. Alrededor de 300°C se evidencia un descenso en la tenacidad del material, producido por efecto del fenómeno de fragilización de martensita revenida (TME). La tenacidad presenta una tendencia creciente cuando la temperatura de revenido se incrementa desde 300°C hasta 400°C y 500°C. La tenacidad de las probetas revenidas a esta última temperatura es significativamente mayor con respecto a la tenacidad obtenida de las otras temperaturas de revenido. Los otros tres proveedores presentaron resultados similares para todas las condiciones analizadas.

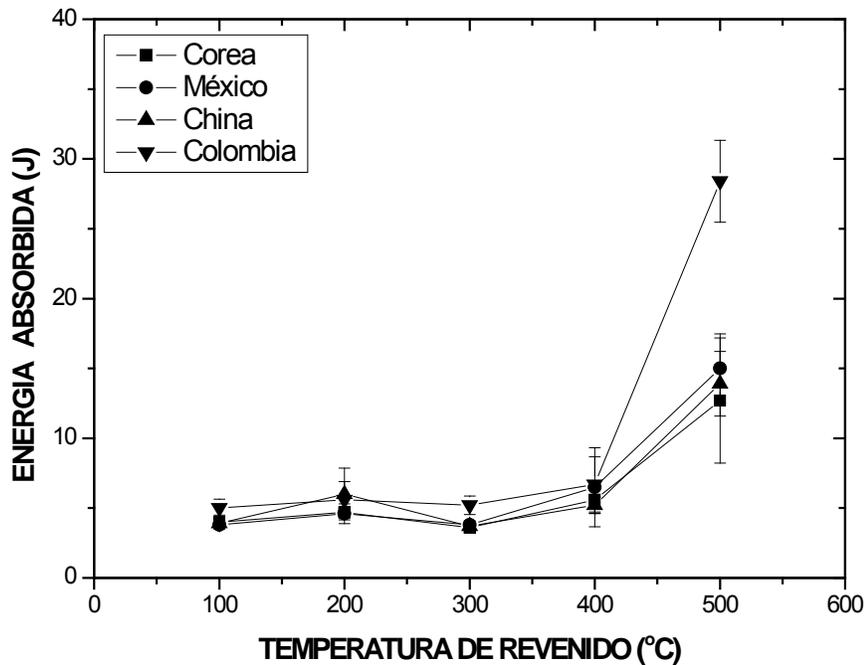
Tomando como ejemplo los resultados de la Figura 3-20 con respecto al efecto de la temperatura de austenización sobre la tenacidad de las probetas de acero 5160H sometidas al tratamiento térmico de temple y revenido, se tienen las siguientes características que se presentaron para los cuatro proveedores:

- La tenacidad de las probetas revenidas a 100°C es menor que la tenacidad obtenida en el estado de temple para las probetas austenizadas a 850°C y 930°C y es prácticamente similar para las probetas austenizadas a 1000°C.
- La tenacidad de las probetas austenizadas a 850°C y revenidas en el rango de temperaturas entre 100°C - 400°C fue menor o igual a la tenacidad de las probetas austenizadas a 1000°C y revenidas en el mismo rango de temperaturas.
- La tenacidad de las probetas austenizadas a 850°C y revenidas a 500°C fue mayor o igual a la tenacidad de las probetas austenizadas a 1000°C y revenidas a la misma temperatura.

- Todas las probetas austenizadas a 930°C y posteriormente revenidas a 300°C presentan un efecto de la TME menor con respecto a las otras dos temperaturas de austenización.

Algunos de estos efectos están relacionados con la diferencia del tamaño de grano de austenita previa obtenido durante el proceso de austenización del tratamiento térmico de temple. El tamaño de grano aumenta cuando se incrementa la temperatura de austenización y la tenacidad de las probetas de acero 5160H templadas y revenidas presenta una tendencia similar en el rango de 100°C - 400°C.

Figura 3-21: Tenacidad de las probetas de acero 5160H como función de la temperatura de revenido para cada composición química. Austenización a 1000°C y temple en aceite.



Con relación al efecto de la composición química sobre la tenacidad de las probetas de acero 5160H templadas y revenidas, en la Figura 3-21 se observan los datos de tenacidad obtenidos de las probetas pertenecientes a los cuatro proveedores austenizadas a 1000°C durante 30 minutos y revenidas a cada temperatura. Con base en

esos resultados, cuyo comportamiento es similar para las otras dos temperaturas de austenización, se mencionan las siguientes características generales:

- La tenacidad de las probetas del proveedor de Colombia revenidas en el rango 100°C - 400°C, fue ligeramente mayor que la tenacidad de las probetas de los otros proveedores.
- Las probetas del proveedor de Colombia austenizadas a cada temperatura, templadas y posteriormente revenidas a 500°C presentaron una tenacidad mucho mayor que la de los otros proveedores.
- La tenacidad de las probetas del proveedor de Corea revenidas en el rango 100°C - 400°C fue ligeramente menor que la tenacidad de las probetas de los otros proveedores.

En términos generales se puede afirmar que el efecto de la composición química sobre la tenacidad de las probetas de acero 5160H templadas y revenidas es significativo. La diferencia que presentan los cuatro proveedores con respecto al contenido de elementos residuales parece ser la causa. Por ejemplo, el proveedor de Colombia presentó los mejores valores de tenacidad con respecto a los otros proveedores y esta diferencia puede estar relacionada con el menor contenido de elementos microaleantes (V y Nb), menor contenido de elementos que se segregan (Ni, Cu, Mo) y el mayor contenido de Al que presenta esta aleación.

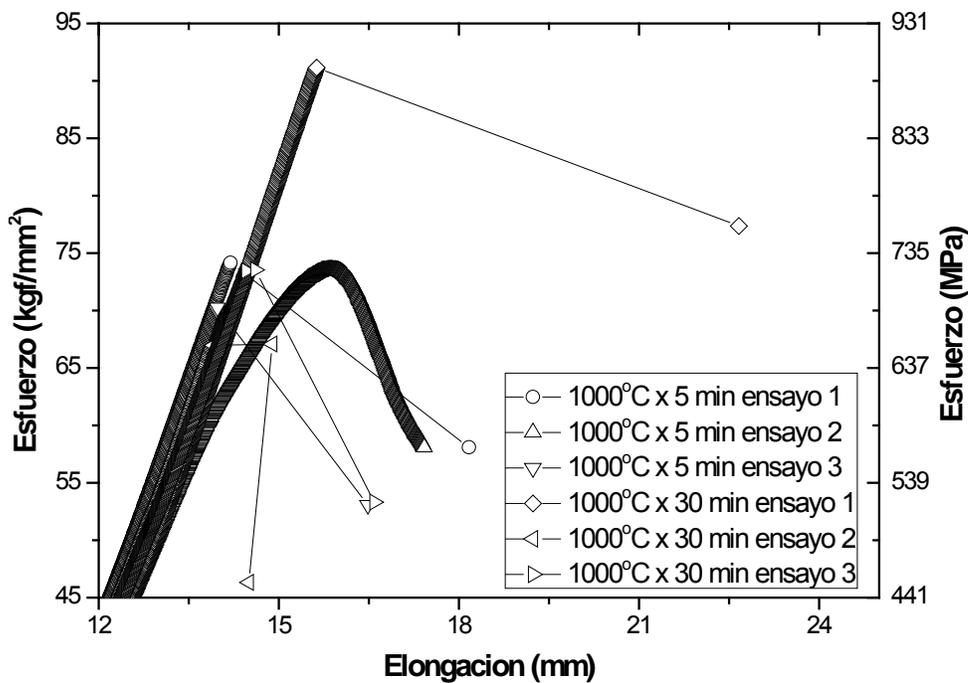
3.3.3 Tensión

Siguiendo el esquema utilizado en las propiedades anteriores, los resultados obtenidos de los ensayos de tensión con las probetas de acero 5160H se presentan en dos partes. En primer lugar se presentan los resultados de los ensayos de tensión obtenidos de las probetas que se sometieron al tratamiento térmico de temple. Posteriormente, se presentan los resultados de los ensayos de tensión obtenidos de las probetas que se sometieron al tratamiento térmico de temple y revenido.

En todos los ensayos de tensión realizados con las probetas de acero 5160H en estado de temple se observó la siguiente característica general: las probetas no presentaron deformación plástica y no presentaron estricción ya que la ruptura de la probeta se

obtuvo sin presentar la formación de cuello. En la Figura 3-22 se presenta un ejemplo que evidencia este comportamiento, con los datos obtenidos de los ensayos de tensión de las probetas del proveedor de China que se austenizaron a 1000°C durante 5 y 30 min y posteriormente se templaron en aceite. La fractura del material ocurre de manera instantánea sin dar posibilidad a la deformación plástica. Esto indica que el material tiene alta resistencia pero baja plasticidad. Debido a este comportamiento, la propiedad más fácil de identificar en cada ensayo de tensión con las probetas de acero 5160H es el esfuerzo máximo. Por lo tanto, esta característica será la que se utilizará para el análisis de los ensayos de tensión en este trabajo.

Figura 3-22: Curva esfuerzo-elongación de las probetas en estado de temple del proveedor de China, austenizadas a 1000°C durante 5 y 30 min. El medio de temple fue aceite.

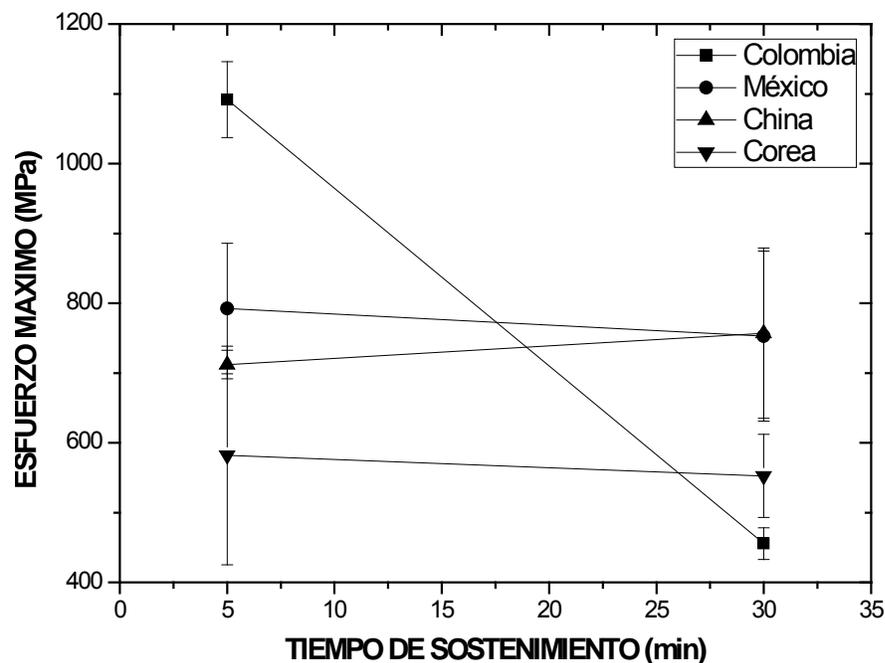


Con respecto a la influencia de las condiciones del tratamiento térmico de temple sobre el esfuerzo máximo, en las Figuras 3-23 y 3-24 se presentan ejemplos representativos. En la Figura 3-23 se puede apreciar el efecto del tiempo de sostenimiento y la composición química sobre el esfuerzo máximo, datos que se obtuvieron de las probetas de acero 5160H austenizadas a 1000°C y templadas en aceite pertenecientes a los cuatro

proveedores. La Figura 3-24 ilustra el efecto de la temperatura de austenización sobre el esfuerzo máximo de las probetas de acero 5160H austenizadas a 850°C y 1000°C durante 5 minutos y templadas en aceite, las cuales representan a los proveedores de México y Colombia. De acuerdo a los resultados adquiridos en todas las condiciones analizadas, en términos generales se puede afirmar lo siguiente:

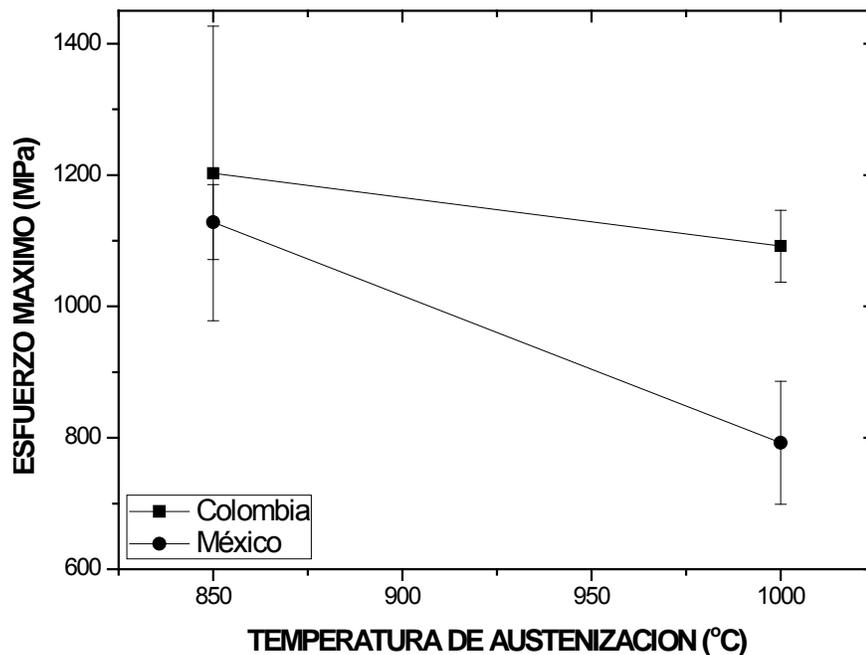
- El tiempo de austenización no tiene una influencia significativa sobre el esfuerzo máximo de las probetas de acero 5160H templadas. Excepto para las probetas del proveedor de Colombia austenizadas a 1000°C durante 30 minutos, las diferencias en el esfuerzo máximo entre las probetas sometidas a la austenización con el tiempo de sostenimiento mayor y menor no supera el 6%, lo cual en términos prácticos no es considerable.
- A medida que se incrementó la temperatura de austenización el esfuerzo máximo obtenido de las probetas de acero 5160H templadas decreció. Este efecto está directamente relacionado con el aumento del tamaño de grano debido al incremento de la temperatura de austenización.

Figura 3-23: Esfuerzo máximo como función del tiempo de sostenimiento para cada composición química. Datos pertenecientes a las probetas de acero 5160H austenizadas a 1000°C y templadas en aceite.



Se debe destacar el comportamiento del esfuerzo máximo que presentó el proveedor de Colombia y que se muestra en la Figura 3-23. El esfuerzo máximo de las probetas de acero 5160H austenizadas a 1000°C durante 30 minutos y templadas fue significativamente menor al de las probetas austenizadas durante 5 minutos. Esta tendencia del esfuerzo máximo con respecto al tiempo de sostenimiento está totalmente de acuerdo con los resultados obtenidos en las medidas de tenacidad y con el tipo de fractura observados en las probetas de impacto sometidas a las mismas condiciones del tratamiento térmico de temple. Esta conducta es similar a la que presentan los aceros al carbono en estado de revenido, ya que cuando se obtiene mayor tenacidad el material presenta menor resistencia mecánica. Nuevamente, este resultado se debe a las diferencias en el contenido de los elementos residuales que presenta este proveedor con respecto a los otros y que ya se mencionaron antes. Sin embargo, la explicación se debe complementar con el análisis del efecto de estos elementos sobre los precipitados de borde de grano, la cual se presentará en una sección posterior de este documento.

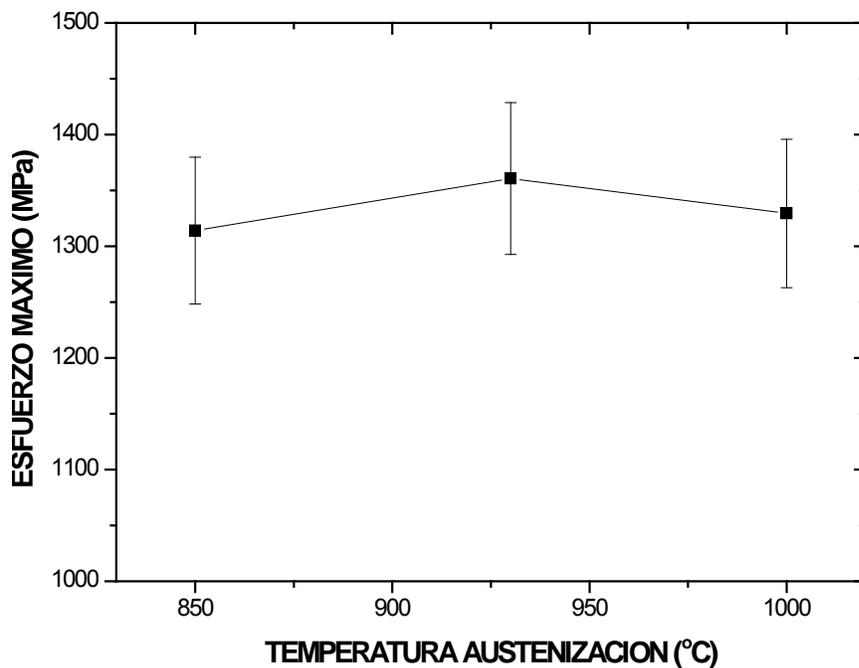
Figura 3-24: Esfuerzo máximo como función de la temperatura de austenización para dos composiciones químicas. Datos pertenecientes a las probetas de acero 5160H austenizadas a 850°C y 1000°C durante 5 minutos y templadas en aceite.



El efecto de la temperatura de austenización y la temperatura de revenido sobre el esfuerzo máximo de las probetas de acero 5160H que se sometieron al tratamiento térmico de temple y revenido, se puede apreciar respectivamente en las Figuras 3-25 y 3-26, las cuales suministran ejemplos representativos.

La Figura 3-25 presenta el efecto de la temperatura de austenización sobre el esfuerzo máximo de las probetas de acero 5160H del proveedor de Colombia austenizadas durante 30 minutos, templadas en aceite y posteriormente revenidas a 500°C por 1 hora. La Figura 3-26 muestra el efecto de la temperatura de revenido sobre el esfuerzo máximo de las probetas de acero 5160H del proveedor de Colombia austenizadas a 1000°C durante 30 minutos, templadas en aceite y posteriormente revenidas a cada temperatura durante 1 hora.

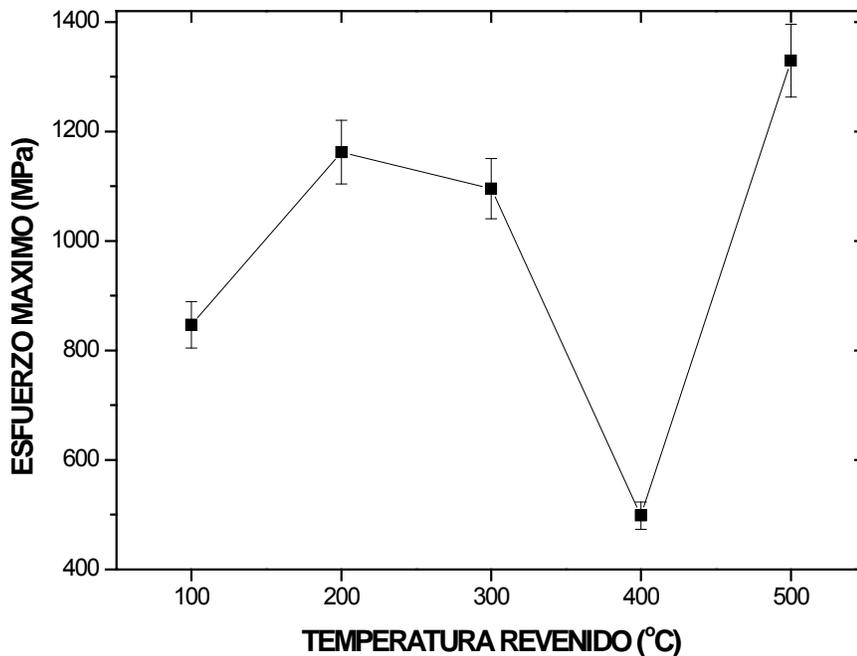
Figura 3-25: Gráfica del esfuerzo máximo como función de la temperatura de austenización. Proveedor Colombia, austenización durante 30 minutos, temple en aceite y finalmente revenido a 500°C por 1 hora.



Los resultados más sobresalientes son los siguientes:

- No hay efecto significativo de la temperatura de austenización sobre el esfuerzo máximo de las probetas de acero 5160H que se sometieron al proceso de temple y revenido. La diferencia entre los esfuerzos máximos obtenidos de cada temperatura de austenización está en el rango de 25 - 30 MPa, lo que en términos prácticos no es significativo.
- La temperatura de revenido tiene un efecto más acentuado sobre el esfuerzo máximo de la probetas de acero 5160H sometidas al proceso de temple y revenido. En el rango de temperaturas de 100 - 200°C el esfuerzo máximo aumenta desde 800 MPa hasta 1200 MPa y desciende a 1150 MPa alrededor de 300°C. Pero alrededor de la temperatura de revenido 400°C presenta un descenso cercano a 500 MPa. Finalmente a 500°C se consigue el esfuerzo máximo que es 1300 MPa.

Figura 3-26: Gráfica del el esfuerzo máximo como función de la temperatura de revenido. Proveedor Colombia, austenización a 1000°C durante 30 minutos, temple en aceite y finalmente revenido durante 1 hora para cada temperatura.



Con base en los resultados, no hay evidencia de un efecto significativo de las variables utilizadas en el tratamiento térmico de temple con las condiciones mencionadas

anteriormente sobre el esfuerzo máximo obtenido de las probetas de acero 5160H templadas. En contraste, los resultados obtenidos de las probetas de acero 5160H templadas y revenidas con relación al efecto de la temperatura de revenido sobre el esfuerzo máximo presentan un comportamiento diferente. En los últimos, se evidencia un efecto derivado de la temperatura de revenido sobre la resistencia mecánica que está directamente relacionado con las etapas características del revenido en el acero, de la misma manera que se observó en los resultados de la dureza y la tenacidad.

3.4 Modelamiento del campo térmico

Se realizaron varias gráficas relacionando temperatura, tiempo y flux de calor así como las respectivas derivadas utilizando los datos obtenidos mediante los termopares durante los tratamientos térmicos de temple de probetas cilíndricas instrumentadas descritas en la sección 2.3. Las temperaturas de calentamiento y austenización fueron 500°C, 600°C, 850°C y 1000°C. El tiempo de sostenimiento a las temperaturas de calentamiento y austenización fue 5 minutos. El medio de temple utilizado fue lecho fluidizado con un flujo de aire de 95 L/min. En la primera parte de esta sección se muestran los resultados para la temperatura de calentamiento de 500°C y la temperatura de austenización de 850°C; la primera temperatura se seleccionó por no presentar una transformación de fase y la segunda por incluir a la transformación de fase (austenita - martensita) en su historia térmica. En la segunda parte de los resultados se muestra la factibilidad de construir una curva de enfriamiento compuesta.

Las curvas de enfriamiento determinan la trayectoria térmica que ha seguido cada probeta durante el tratamiento térmico de temple en el reactor de lecho fluidizado. En la Figura 3-27, se observa el comportamiento de la respuesta térmica experimental cuando se utiliza la temperatura de 500°C. Allí se evidencia que la tendencia de esta curva exhibe un comportamiento casi exponencial indicando que no hay transformación de fase. La Figura 3-28 presenta la gráfica del flux de calor calculado por los dos métodos mencionados en el capítulo anterior. La solución del IHCP considerando gradientes térmicos se representa por la línea roja utilizando los parámetros $R=2$ y $N=5$ y por la línea verde con los parámetros $R=6$ y $N=15$. En complemento, la solución del IHCP sin considerar gradientes térmicos; esto es por medio del balance macroscópico, se representa por la línea azul. El comportamiento obtenido utilizando los dos métodos es

similar. Además, se reitera que las curvas no presentan variaciones significativas en la tendencia que indiquen una transformación de fase.

Figura 3-27: Curva de enfriamiento experimental de una probeta de acero 5160H templada en lecho fluidizado. Calentamiento a 500°C.

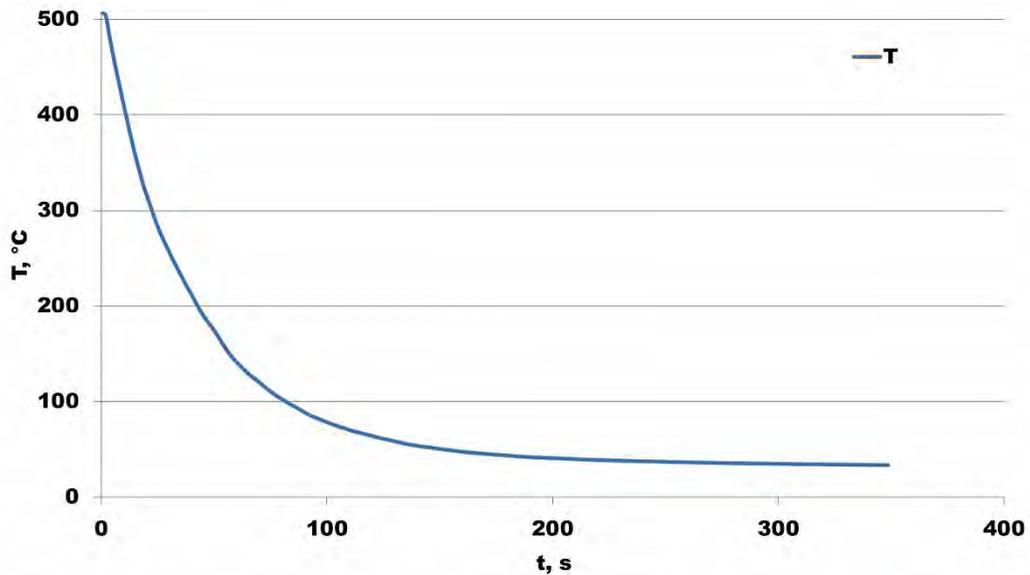
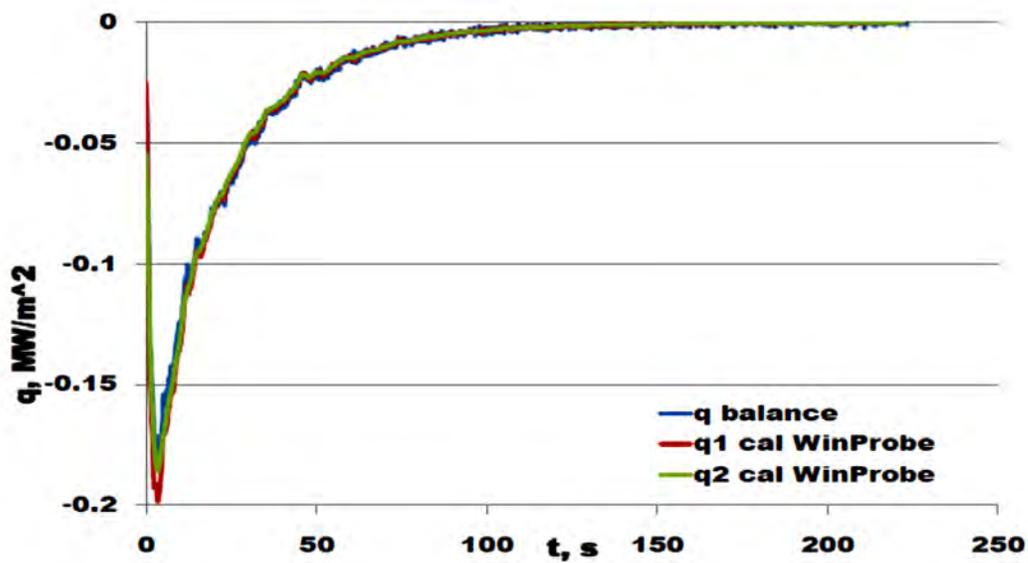


Figura 3-28: Gráfica de las estimaciones del flux de calor en la superficie en función del tiempo. Calentamiento a 500°C y enfriamiento en lecho fluidizado.



La curva de enfriamiento cuando se utiliza la temperatura de austenización de 850°C se presenta en la Figura 3-29. Al comienzo del proceso de enfriamiento la curva tiene un comportamiento similar a una exponencial, sin embargo alrededor de 250°C ocurre una desviación mostrando una tendencia casi lineal que se mantiene hasta aproximadamente 140°C, destacado en la figura por el ovalo. En la última parte la curva nuevamente exhibe la tendencia exponencial. El comportamiento de la curva entre 250°C y 140°C se debe a la energía liberada cuando ocurre la transformación martensítica. Esta transformación de fase se confirmó anteriormente en el análisis metalográfico. Para respaldar esta observación, en la Figura 3-30 se presentan las curvas de flux de calor calculados por ambos métodos para esta condición experimental. Al igual que antes, la solución del IHCP considerando gradientes térmicos se representa por la línea roja utilizando los parámetros $R=2$ y $N=5$ y por la línea verde utilizando los parámetros $R=6$ y $N=15$. Por otro lado, la solución del IHCP sin considerar gradientes térmicos se representa por la línea azul. Se debe destacar la presencia de un cambio en el comportamiento de la curva resaltado por el ovalo rojo, lo que indica que ha ocurrido una transformación de fase. Debido a la similitud entre los resultados obtenidos por los métodos empleados para calcular las curvas del flux de calor en función del tiempo, se identifica la posibilidad de obtener una buena aproximación de la ruta térmica cuando se emplea un balance macroscópico para una probeta de acero 5160H con las dimensiones usadas en este trabajo.

De acuerdo a los resultados obtenidos es posible determinar el inicio y final de la transformación de fase a partir del análisis de las curvas de enfriamiento. Para tal fin se calcularon y graficaron las derivadas de las curvas de enfriamiento y de las curvas de flux de calor de la superficie. Los resultados para las probetas austenizadas a 500°C durante 5 minutos y posteriormente templadas en lecho fluidizado se presentan en las Figuras 3-31 a 3-33. Como la temperatura está por debajo de la temperatura de austenización no hay transformación de fase y por ende el comportamiento de las curvas de esas figuras es monótonico. La curva de la rapidez de enfriamiento y la curva de la historia del flux de calor alcanzan un máximo antes de decrecer hasta cero (Figura 3-31 y 3-33 respectivamente). En cada figura se incluyen las gráficas de las derivadas de cada curva, las cuales permiten identificar los máximos. La Figura 3-31 presenta la curva de la derivada de la temperatura con respecto al tiempo (línea azul) y segunda derivada de la

temperatura con respecto al tiempo (línea roja) obtenidas de una probeta de acero 5160H calentada a 500°C durante 5 minutos y posteriormente enfriada en lecho fluidizado

Figura 3-29: Curva de enfriamiento experimental de una probeta de acero 5160H templada en lecho fluidizado. Austenización a 850°C.

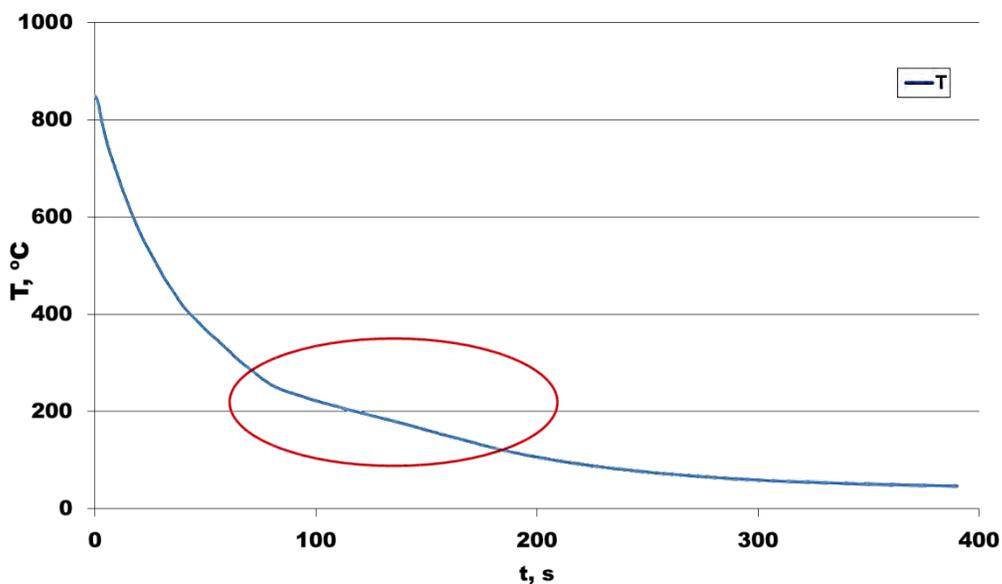


Figura 3-30: Gráfica de las estimaciones del flux de calor en la superficie en función del tiempo. Austenización a 850°C y temple en lecho fluidizado.

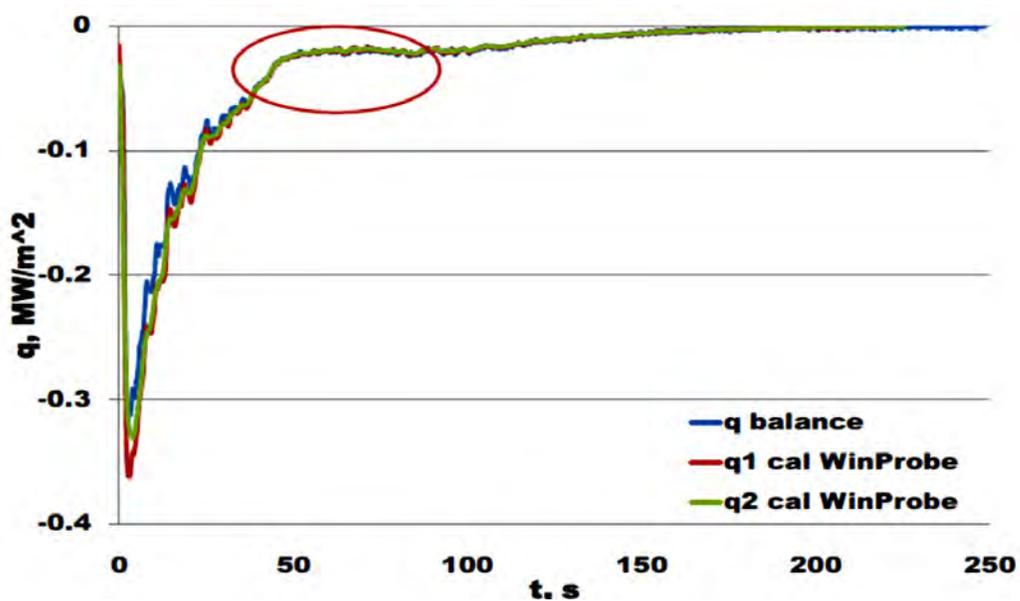
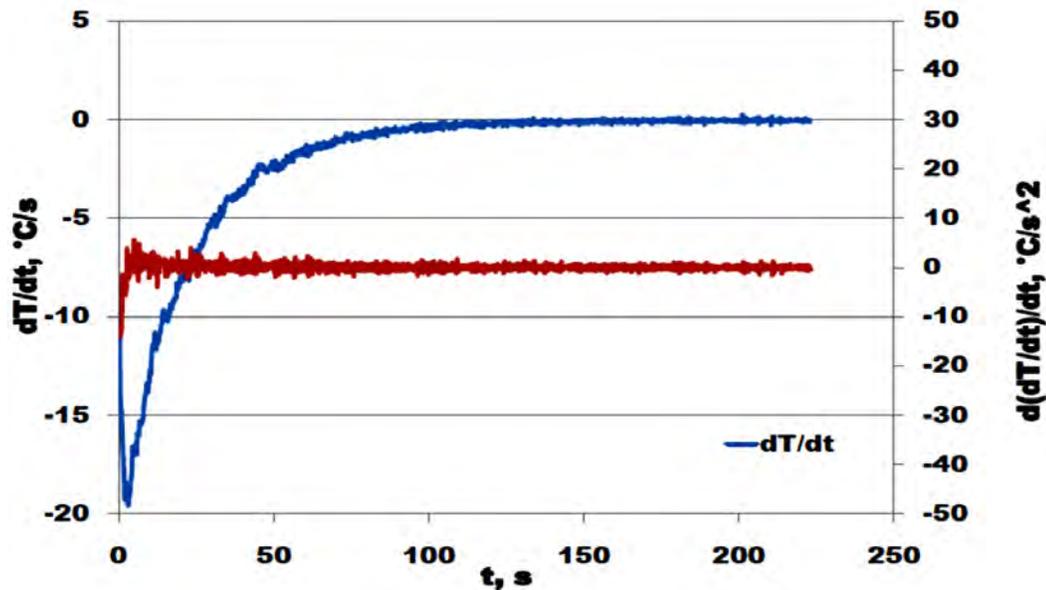


Figura 3-31: Gráficas de la primera derivada de la temperatura y la segunda derivada de la temperatura con respecto al tiempo. Calentamiento a 500°C.



En la Figura 3-32 se observan las curvas de la historia del flux de calor de la superficie como función de la temperatura de subsuperficie. En esta figura se incluyen las curvas calculadas con *Winprobe* utilizando dos grupos de parámetros: $R=2$ y $N=5$ y $R=6$ y $N=15$. Los datos presentan la siguiente clasificación: la gráfica del flux de calor en la superficie estimado en función de la temperatura de subsuperficie (línea azul, $R=2$ y $N=5$) y su derivada con respecto a la temperatura de subsuperficie (línea roja), la gráfica del flux de calor en la superficie estimado en función de la temperatura de subsuperficie (línea verde, $R=6$ y $N=15$) y su derivada del con respecto a la temperatura de subsuperficie (línea morada).

En la Figura 3-33 se observan las curvas de la historia del flux de calor de la superficie como función del tiempo. Al igual que antes, se incluyen las curvas calculadas con *Winprobe* utilizando dos grupos de parámetros. La gráfica del flux de calor en función del tiempo utilizando los parámetros $R=2$ y $N=5$ (línea azul) y su derivada con respecto al tiempo (línea roja), la gráfica del flux de calor en función del tiempo utilizando los parámetros $R=6$ y $N=15$ (línea verde) y su derivada con respecto al tiempo (línea morada).

Figura 3-32: Gráficas de los flux de calor en la superficie estimados en función de la temperatura de subsuperficie y sus respectivas derivadas con respecto a la temperatura. Calentamiento a 500°C.

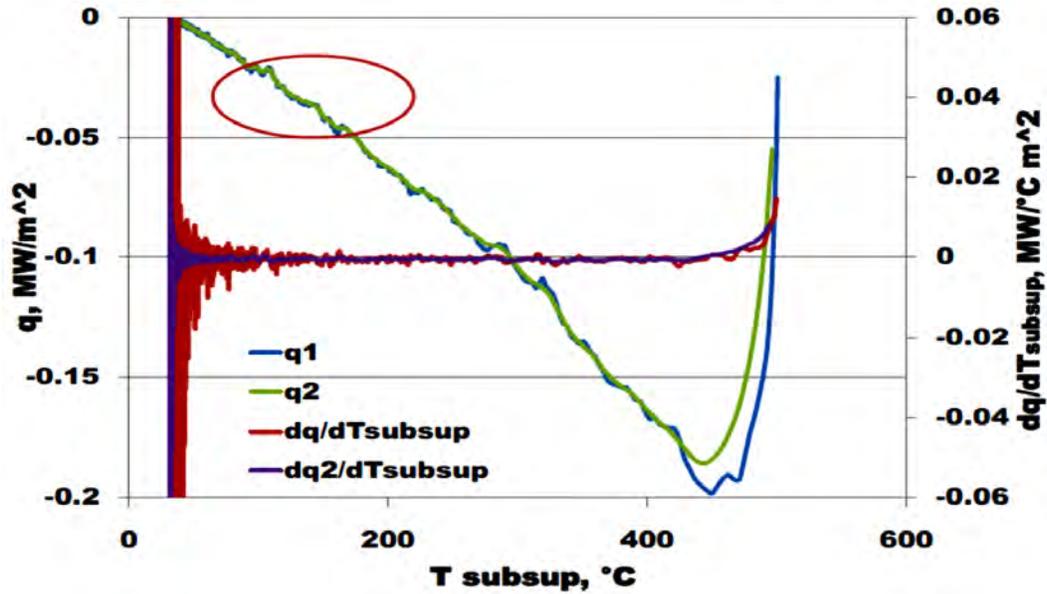
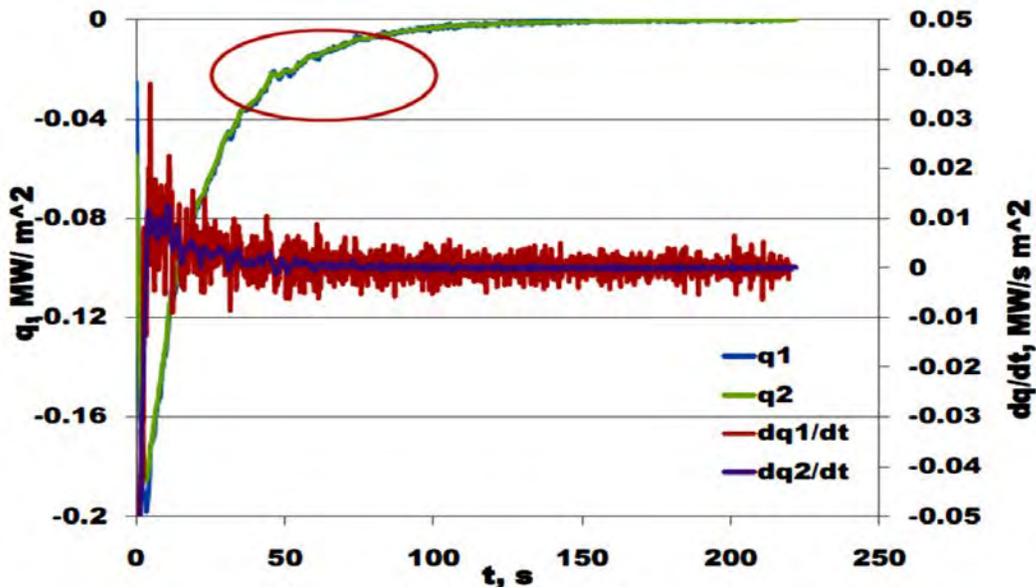
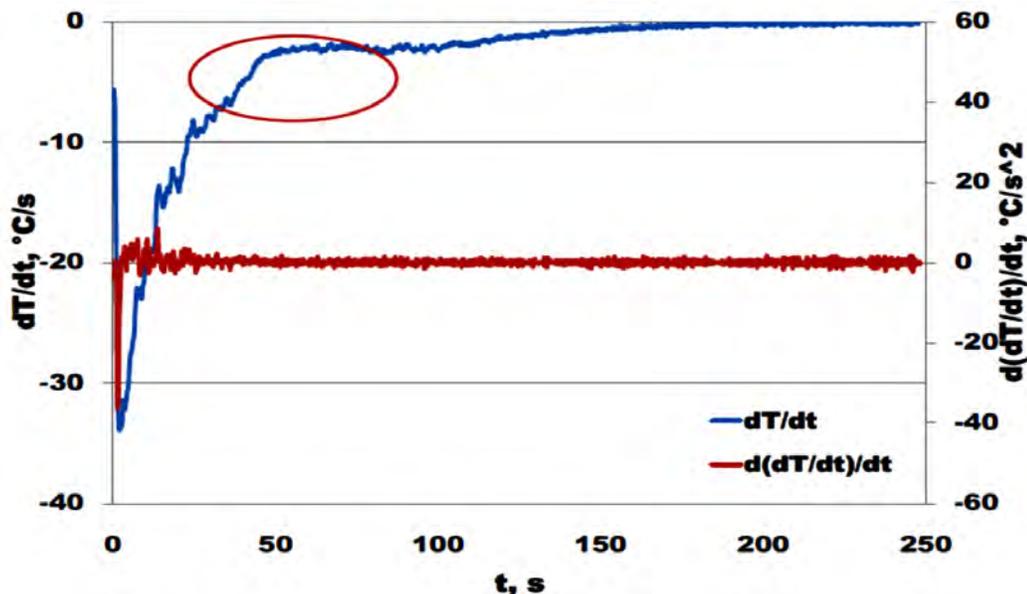


Figura 3-33: Gráficas del flux de calor como función del tiempo y sus respectivas derivadas con respecto al tiempo. Calentamiento a 500°C.



Los resultados para las probetas austenizadas a 850°C durante 5 minutos y posteriormente templadas en lecho fluidizado se presentan en las Figuras 3-34 a 3-36. La Figura 3-34 presenta la gráfica de la derivada de la temperatura con respecto al tiempo mediante las diferencias instantáneas. En esta gráfica se observa una ligera desviación en la primera derivada (línea azul) alrededor de los 45 segundos señalada por el ovalo rojo. Para apoyar este análisis, también se presenta la segunda derivada (línea roja) de la curva de enfriamiento sin ningún cambio adicional.

Figura 3-34: Gráficas de la primera derivada de la temperatura y la segunda derivada de la temperatura con respecto al tiempo. Austenización a 850°C.



Además, se realizó la derivada del flux de calor calculado con *ModelaUNAM* y *WinProbe*, con respecto a la temperatura de subsuperficie como se observa en la Figura 3-35. Se presentan la gráfica del flux de calor en la superficie estimado en función de la temperatura de subsuperficie (línea azul, $R=2$ y $N=5$) y su derivada con respecto a la temperatura de subsuperficie (línea roja). También la gráfica del flux de calor en la superficie estimado en función de la temperatura de subsuperficie (línea verde, $R=6$ y $N=15$) y su derivada del con respecto a la temperatura de subsuperficie (línea morada). En la curva de flux contra la temperatura de subsuperficie alrededor de 250°C se evidencia la transformación; sin embargo en la derivada no se observa el efecto

esperado y el cambio apenas se aprecia. En la Figura 3-36 se presentan resultados similares.

Figura 3-35: Gráficas de los flux de calor en la superficie estimados y sus respectivas derivadas con respecto a la temperatura de subsuperficie. Austenización a 850°C.

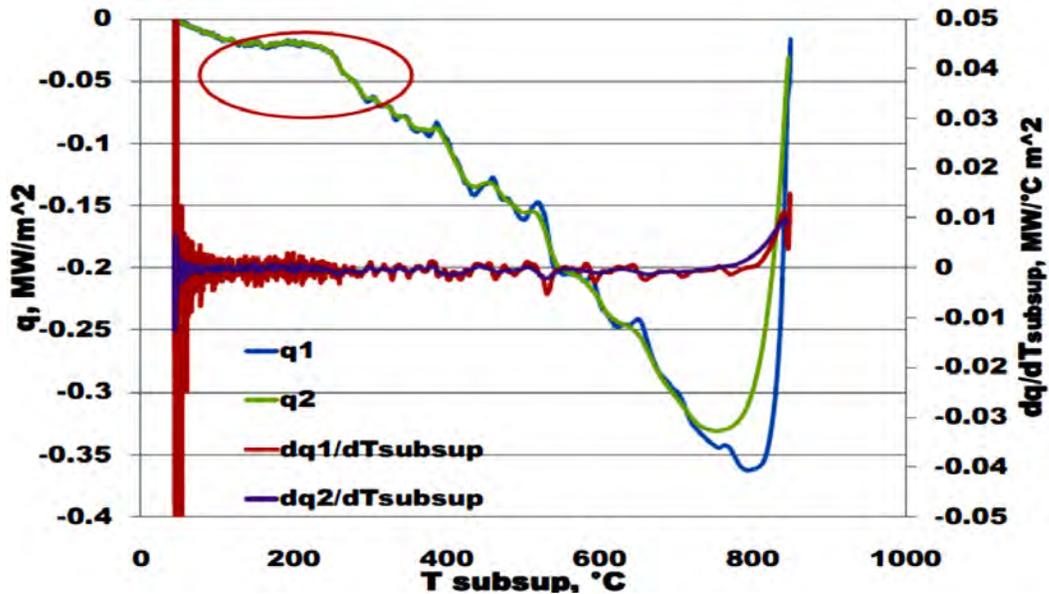
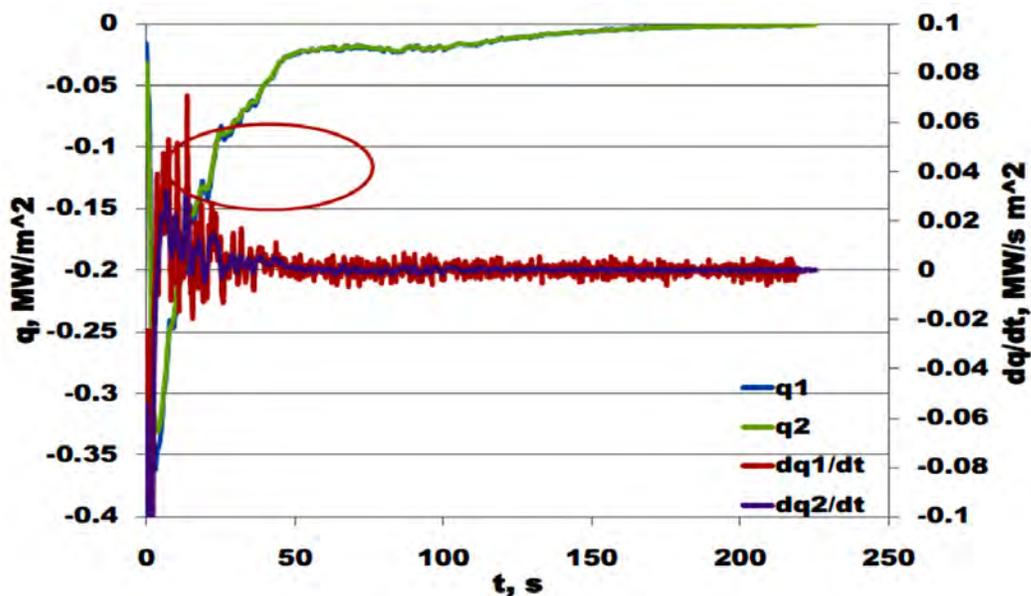


Figura 3-36: Gráficas del flux de calor como función del tiempo y sus respectivas derivadas con respecto al tiempo. Austenización a 850°C.



En la Figura 3-36 se observan los resultados para las gráficas del flux de calor en la superficie como función del tiempo (línea azul, $R=2$ y $N=5$) y su derivada con respecto al tiempo (línea roja), la gráfica del flux de calor en la superficie en función del tiempo (línea verde, $R=6$ y $N=15$) y su derivada con respecto al tiempo (línea morada). La transformación se hace notable pero no es fácil identificar un punto definido.

Los análisis que se han presentado hasta aquí también se realizaron con los datos de las temperaturas de 600°C y 1000°C , para los cuales se obtuvo el mismo comportamiento observado para las temperaturas de 500°C y 850°C respectivamente. En la Figura 3-37 se puede observar las curvas de flux calculados contra el tiempo para las cuatro temperaturas de austenización. En la Figura 3-38 se presentan las curvas de flux de calor en la superficie estimadas como función de la temperatura de subsuperficie las cuales se calcularon con *WinProbe* utilizando los parámetros $R=6$ y $N=15$.

En último lugar, en la Figura 3-39 se presentan las curvas de enfriamiento experimentales superpuestas obtenidas de las probetas de acero 5160H austenizadas durante 5 minutos y posteriormente templadas en lecho fluidizado.

Figura 3-37: Gráfica del flux de calor en la superficie como función del tiempo calculada con *WinProbe*.

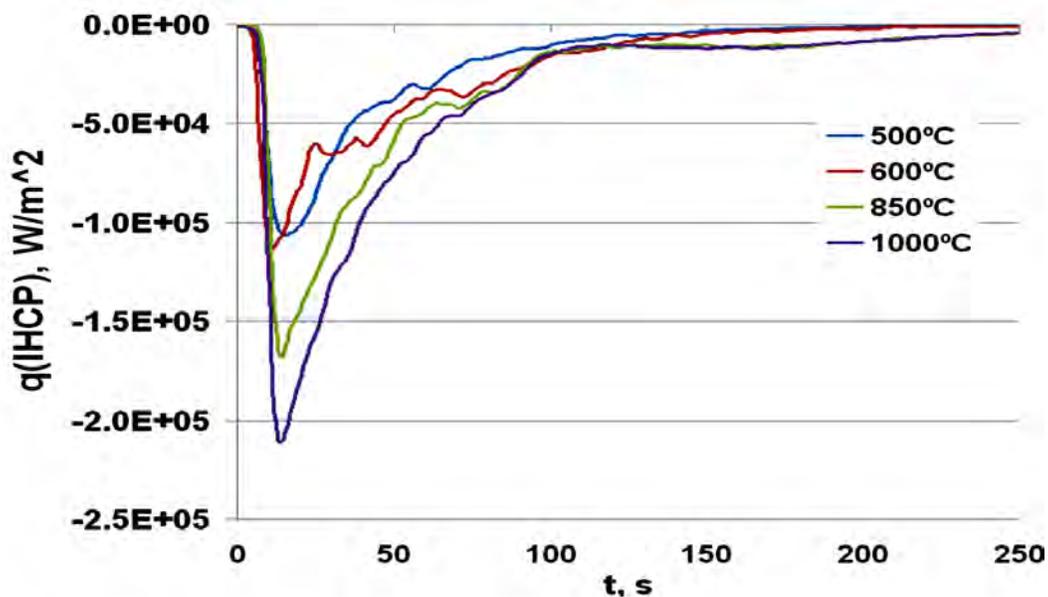


Figura 3-38: Gráfica del flux de calor en la superficie como función de la temperatura de subsuperficie calculadas con WinProbe.

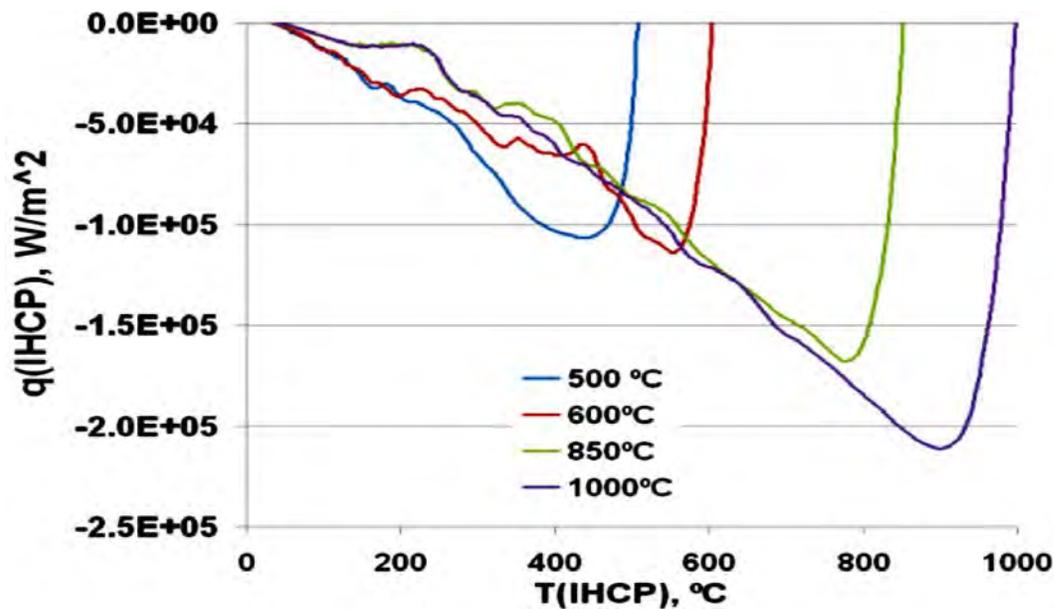
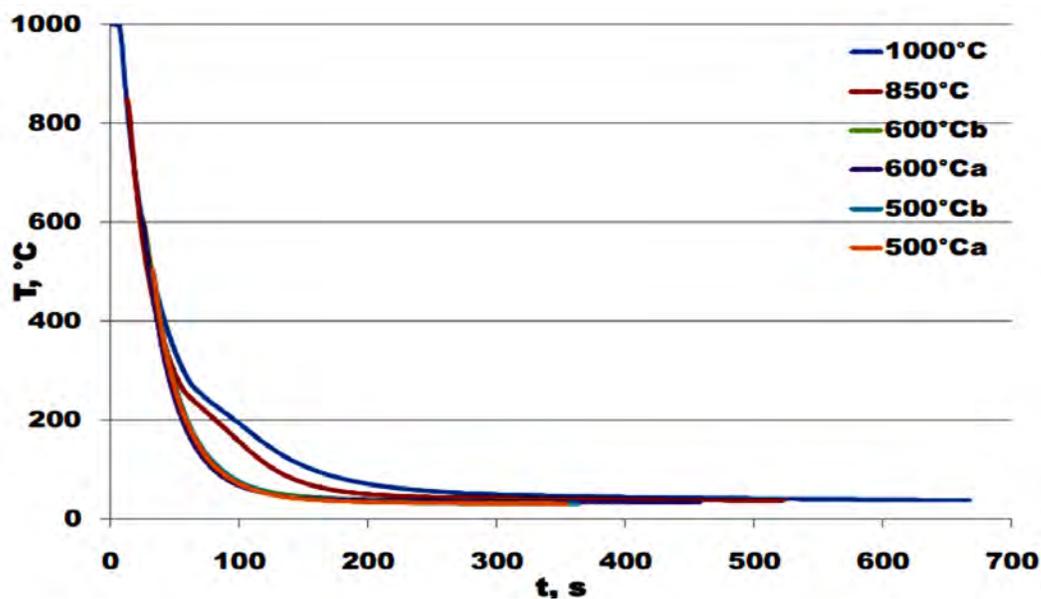


Figura 3-39: Curvas de enfriamiento experimentales superpuestas.



Con respecto a los resultados obtenidos en esta sección del trabajo se puede concluir en términos generales:

1. La transformación martensítica para el acero 5160H comienza alrededor de 250°C.
2. El mejor método para intentar identificar el inicio y fin de la transformación martensítica se consigue por medio de las gráficas del flux de calor en la superficie en función de la temperatura de la superficie de la probeta calculadas con el programa *WinProbe*. Los mejores parámetros computacionales para tratar las curvas de enfriamiento a través de este software son R=6 y N=15.
3. No se pudo conseguir un método de cálculo para obtener exactamente los puntos donde ocurren el inicio y fin de la transformación de fase en las probetas de acero 5160H. Sin embargo todas las gráficas demuestran el comportamiento de las curvas debido a esa transformación y con esta información es posible hacer un estimativo de estos parámetros.

Es posible intentar superponer las curvas de enfriamiento y obtener una curva de enfriamiento compuesta para describir la ruta térmica completa. Este procedimiento puede resultar en una mejor estimación de la condición de frontera térmica durante la transformación de fase.

3.5 Análisis mediante microscopía electrónica de transmisión

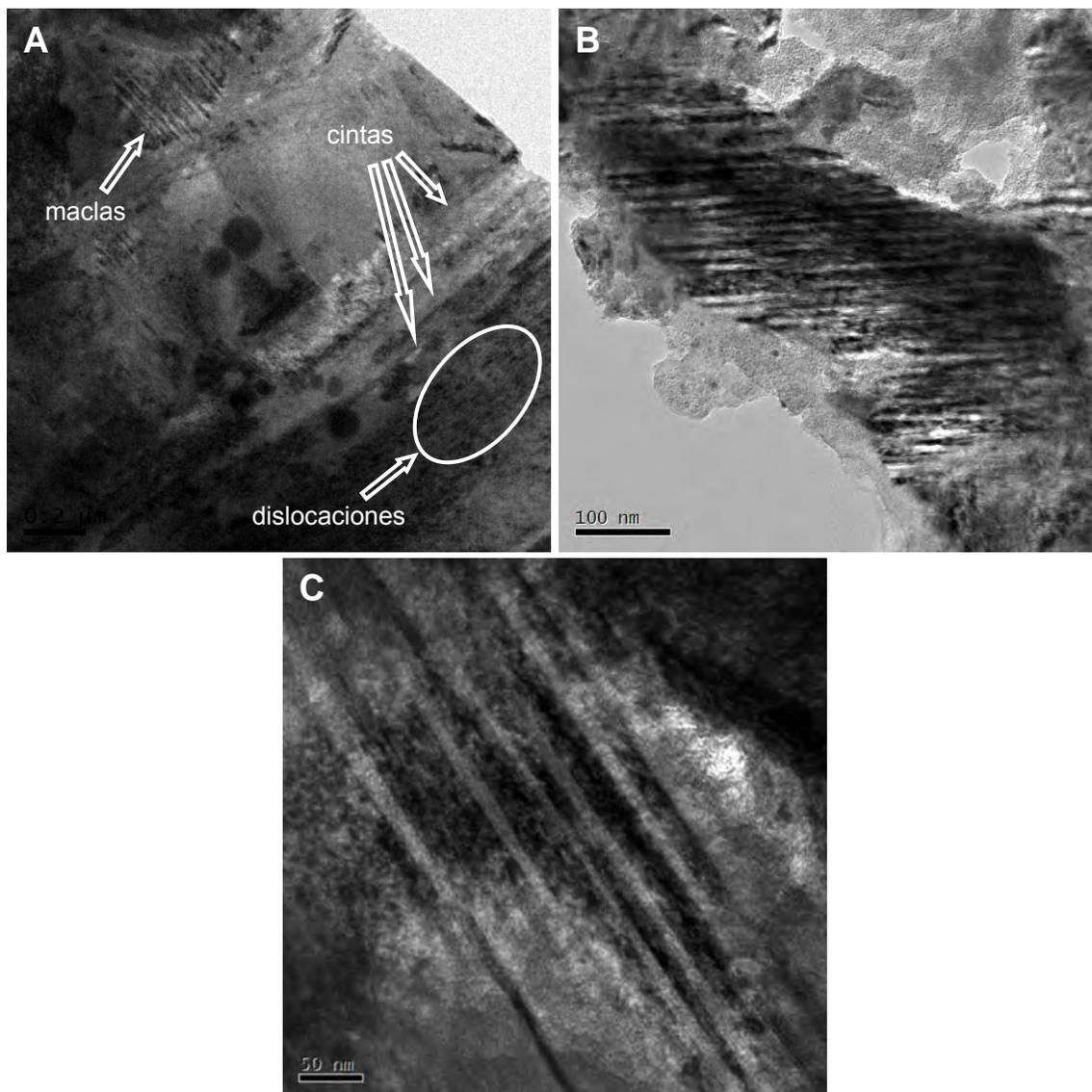
En esta parte del trabajo se presentarán los resultados obtenidos mediante el análisis realizado por la técnica de microscopía electrónica de transmisión (TEM). La primera parte de los resultados se enfoca en el análisis de la microestructura del material en estado de temple y revenido. En la segunda parte de los resultados están centrados en las características morfológicas, de composición y cristalográficas de los precipitados de borde de grano en el material en estado de temple.

3.5.1 Microestructura

Los resultados que se presentan en esta sección confirman lo que se había observado en el análisis microestructural realizado mediante microscopía óptica apoyado en las técnicas metalográficas ya mencionadas. En la Figura 3-40 se pueden observar tres imágenes TEM de campo claro que muestran las diferentes características que son propias de la microestructura de martensita del acero 5160H en estado de temple y en

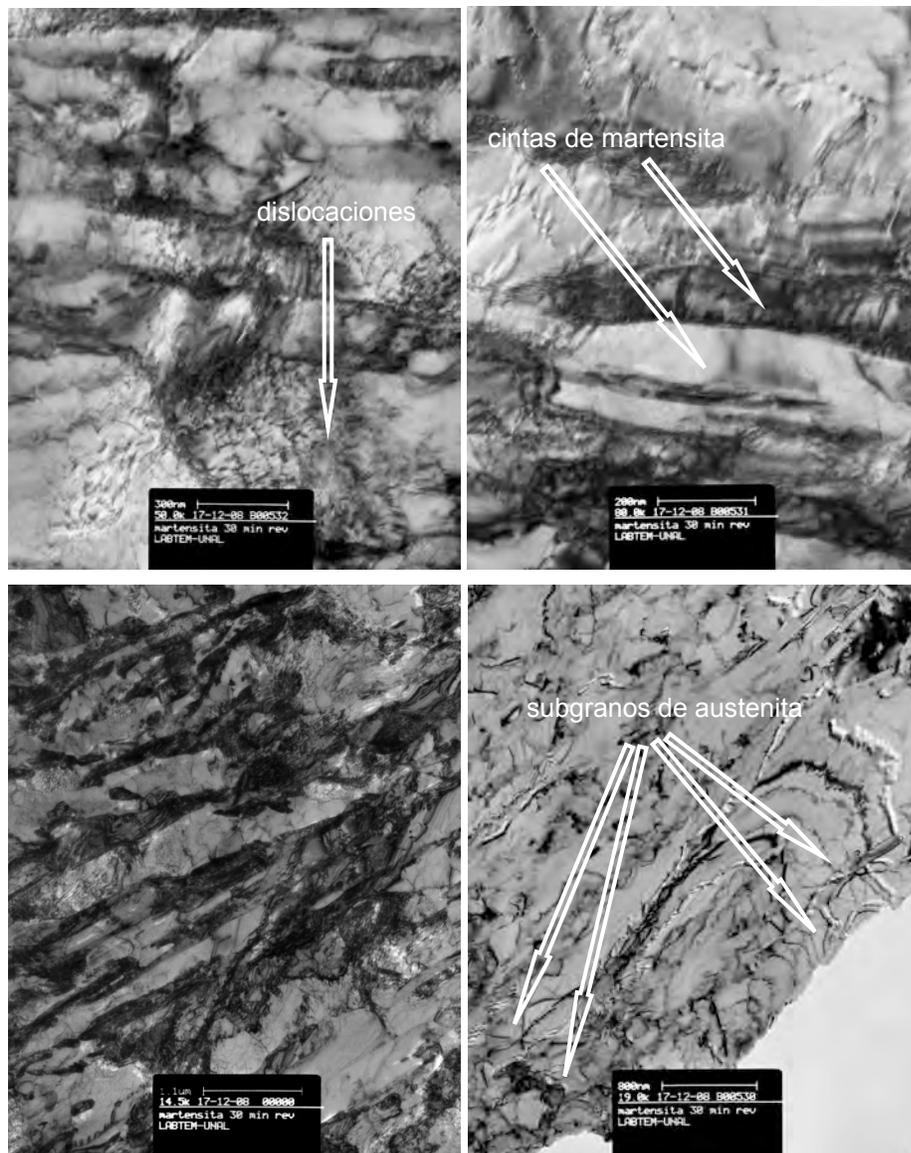
general de los aceros de alto carbono en este estado. En la Figura 3-40A se han identificado entre otras características las cintas de martensita de diferentes tamaños, la presencia de maclas y además regiones que tiene una densidad significativa de dislocaciones. Algunas de estas características se pueden observar en las otras dos micrografías.

Figura 3-40: Imágenes TEM de campo claro de la microestructura del acero 5160H en estado de temple. A) proveedor de Colombia austenizada a 850°C durante 5 minutos, B) proveedor de Corea austenizada a 1000°C durante 30 minutos, C) proveedor de México austenizada a 1000°C durante 30 minutos. Todas las probetas se templaron en aceite.



Las características de las probetas de acero 5160H sometidas al tratamiento térmico de temple y revenido se pueden observar en la Figura 3-41. Allí se presentan cuatro imágenes TEM de campo claro, las cuales confirman los resultados obtenidos en el análisis microestructural. Entre otras características propias de esta microestructura se pueden observar en las imágenes: las cintas de martensita revenida, los subgranos de austenita retenida, la presencia de maclas y dislocaciones.

Figura 3-41: Imágenes TEM de campo claro de la microestructura del acero 5160H templado y revenido. Probetas del proveedor de Colombia austenizadas a 850°C durante 30 minutos, templadas en aceite y revenidas a 500°C durante 1 hora.



3.5.2 Precipitados de borde de grano

En esta parte del trabajo se presentan los resultados obtenidos durante el análisis por medio de la técnica de microscopía electrónica de transmisión a través de BFI, DFI, EDP y EDX solamente de las probetas de acero 5160H en estado de temple. Para facilitar la observación de los resultados se presentan así: iniciando con el proveedor de Colombia desde la temperatura de austenización y tiempo de sostenimiento menores (850°C por 5 minutos), pasando por los datos obtenidos después de aumentar la temperatura de austenización (1000°C por 5 minutos) con este mismo proveedor y finalmente los análisis de las probetas para los cuatro proveedores sometidas a las condiciones del tratamiento térmico de temple mayores, esto es 1000°C de austenización durante 30 minutos. Todas las probetas se templaron en aceite.

- **Proveedor Colombia. Austenización a 850°C por 5 minutos**

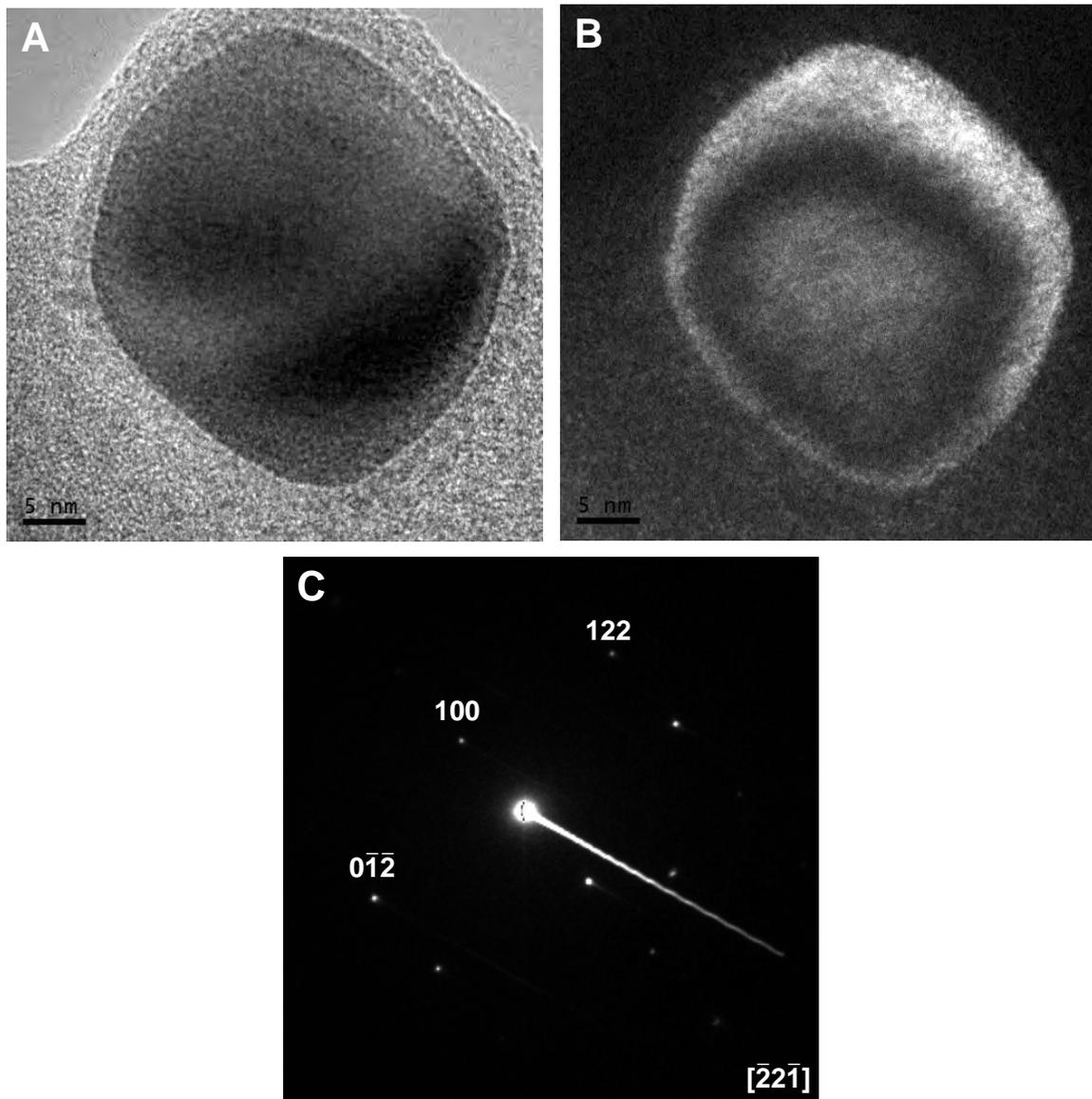
Después de realizar múltiples análisis a varias probetas tratadas con estas condiciones, se observó un número importante de precipitados de borde de grano de diferentes morfologías, tamaños y composición química.

En la Figura 3-42 se presenta el análisis de un precipitado de borde de grano de cementita (Fe_3C) con morfología cubica de esquinas redondeadas, el cual tiene un lado de 33 nm promedio. En las Figuras 3-42A y B se presentan las imágenes de campo claro y oscuro respectivamente. El patrón de difracción de electrones con los planos atómicos indexados (110), (122) y $(0\bar{1}\bar{2})$ desde el eje de zona $[\bar{2}2\bar{1}]$ se observa en la Figura 3-42C. Este resultado confirma experimentalmente dos aspectos: 1) que el carbono es el elemento que contribuye de manera directa a la formación de precipitados de borde de grano en el acero 5160H en estado de temple y 2) la relación entre el fenómeno de fragilización por temple y estas estructuras en los bordes de grano [121,123,125,128,135].

En la Figura 3-43 se observa el análisis de otro precipitado de borde de grano que exhibe una morfología elipsoide. De acuerdo a la imagen de campo claro de la Figura 3-43A, este precipitado tiene un diámetro mayor de 72 nm y un diámetro menor de 62 nm, aproximadamente. En la Figura 3-43B se muestra el resultado del mapeo químico que

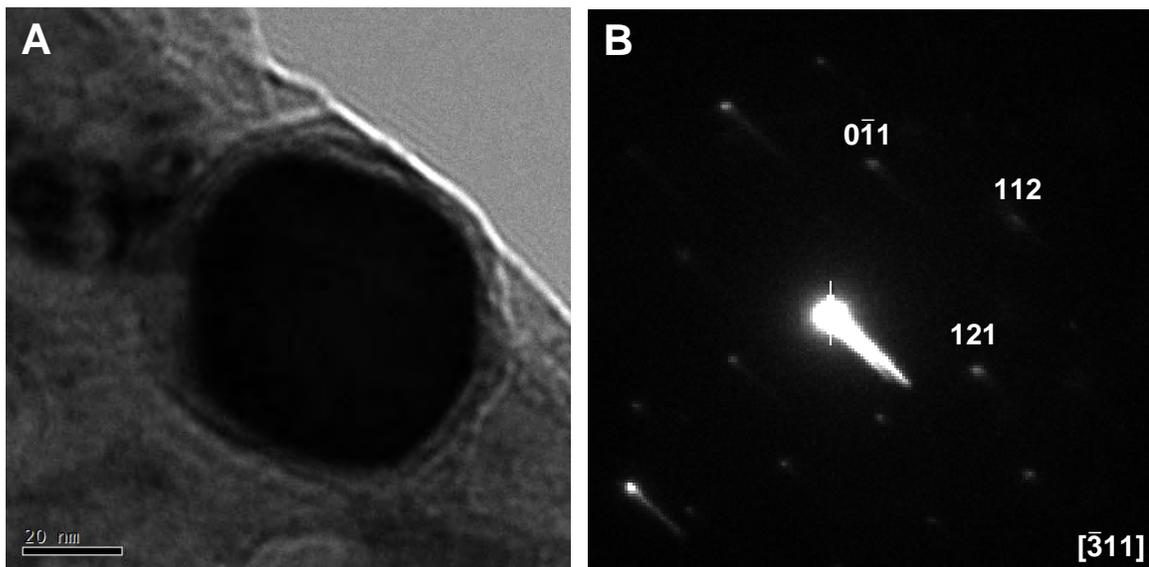
permite conocer la distribución de los elementos en el precipitado y su posible composición química. Además en las Figuras 3-43C y 3-43D se presentan el espectro EDX y su cuantificación respectivamente, lo que en complemento con el mapeo químico permite identificar un contenido mayor de Fe y C con respecto a los otros elementos. Con esta información se confirma que este precipitado es de cementita (Fe_3C).

Figura 3-42: Precipitado de cementita (Fe_3C) de morfología cúbica. A) Imagen de campo claro, B) imagen de campo oscuro y C) patrón de difracción de electrones.



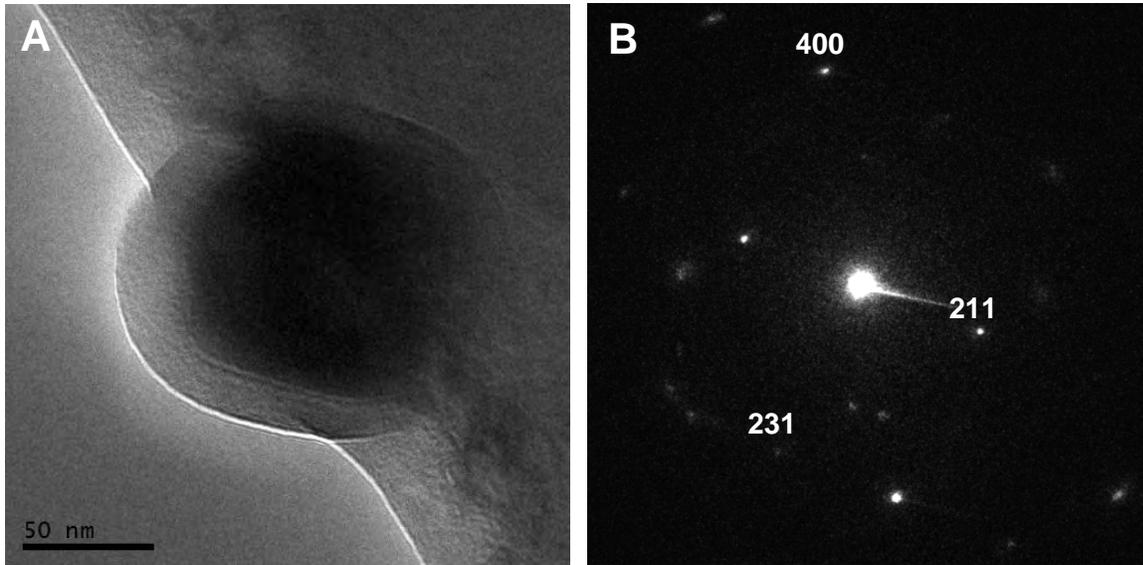
El análisis de otro precipitado de borde de grano de cementita se presenta en la Figura 3-44. Este precipitado presenta morfología esferoidal lo que se puede observar en la imagen TEM de campo claro de la Figura 3-44A. Se debe destacar que esta morfología presenta dos aspectos: una capa externa de 73 nm de diámetro aproximadamente y un núcleo con diámetro de 63 nm aproximadamente. Por lo tanto la capa que recubre al precipitado es de 10 nm de espesor aproximadamente. El resultado del análisis cristalográfico obtenido del patrón de difracción de electrones de la Figura 3-44B, donde se identificaron los planos atómicos (112), (121) y (0 $\bar{1}$ 1) desde el eje de zona [$\bar{3}$ 11], confirma que se trata de este material.

Figura 3-44: A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano de cementita (Fe_3C) y B) patrón de difracción de electrones.



El análisis de otro precipitado de borde de grano de Fe_3C se presenta en la Figura 3-45. Al igual que en el caso anterior, en la imagen TEM de campo claro de la Figura 3-45A se debe destacar que la morfología del precipitado consiste de dos partes: la primera es una capa externa en forma esferoidal con un diámetro de 140 nm aproximadamente y la segunda parte es un núcleo con forma cuboide cuyo lado es de 110 nm aproximadamente. Esta capa externa tiene un espesor de aproximadamente 30 nm y puede estar formada por elementos o materiales [99,101,107-112,114,137-139]. En la Figura 3-45B se observa el patrón de difracción de electrones que identifica al precipitado de borde de grano como Fe_3C con los planos atómicos (211), (231) y (400) indexados.

Figura 3-45: A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano de Fe_3C y B) patrón de difracción de electrones.

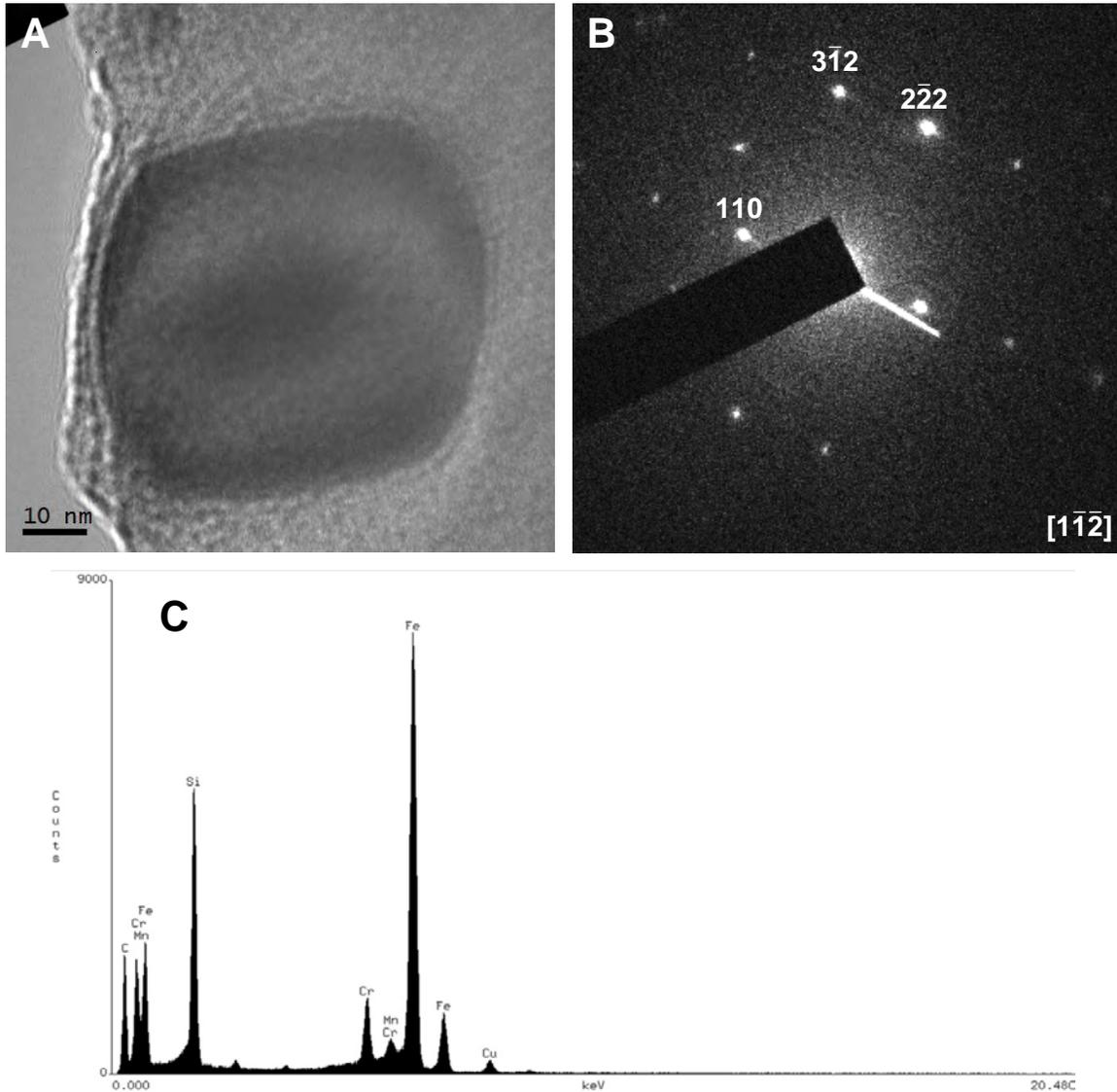


En la Figura 3-46A se observa la imagen TEM de campo claro de un precipitado con morfología cuboide. El tamaño de arista de este precipitado es de 60 nm aproximadamente. También se puede mirar de manera tenue una capa que rodea al precipitado con 2 nm de espesor aproximadamente. En las Figuras 3-46B y 3-46C se observan respectivamente, el patrón de difracción de electrones y el análisis EDX obtenidos de este precipitado. A partir del análisis de las imágenes se establece que el precipitado es de FeSi con los planos atómicos (110), $(2\bar{2}2)$, $(3\bar{1}2)$ indexados desde el eje de zona $[1\bar{1}\bar{2}]$.

En la Figura 3-47A se observa la imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano con morfología hexagonal irregular. Pero de acuerdo al ángulo del haz de electrones, se identifica que este precipitado es un cuboide visto desde una esquina. El tamaño de la arista es de 70 nm aproximadamente. También se puede observar la presencia de una capa que recubre el precipitado, la cual tiene un espesor de 5 nm aproximadamente. La imagen de campo oscuro se observa en la Figura 3-47B. En la Figura 3-47C se presenta el patrón de difracción de electrones que confirma que el precipitado de borde de grano es AlFe_3 debido a los planos atómicos (421) y (430)

indexados desde el eje de zona $[\bar{3}44]$. Este resultado está en completa concordancia con la composición química de este proveedor como se puede ver en la Tabla 2-3.

Figura 3-46: A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano de FeSi, B) patrón de difracción de electrones y C) análisis EDX.



En las Figuras 3-48A y 3-48B se observan la imagen TEM de campo claro y campo oscuro, respectivamente, de un precipitado de borde de grano. En estas se evidencia que la morfología de este precipitado es esferoidal. Además, nuevamente se observa que la morfología tiene dos componentes: una capa que recubre el precipitado con un espesor de 10 nm aproximadamente y el núcleo que tiene un diámetro de 90 nm

aproximadamente. En la Figura 3-48C se observa el patrón de difracción de electrones, pero no es suficiente información para confirmar de qué compuesto se trata, ya que no se obtuvo el análisis EDX. Sin embargo por los datos obtenidos se establece que este precipitado de borde de grano no es cementita, puede ser de las formas $M_{23}C_6$, MC, M_3C o M_7C_3 [101,107-112,114-116,137,138,140-142].

Figura 3-47: A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano de $AlFe_3$, B) imagen TEM de campo oscuro y C) patrón de difracción de electrones.

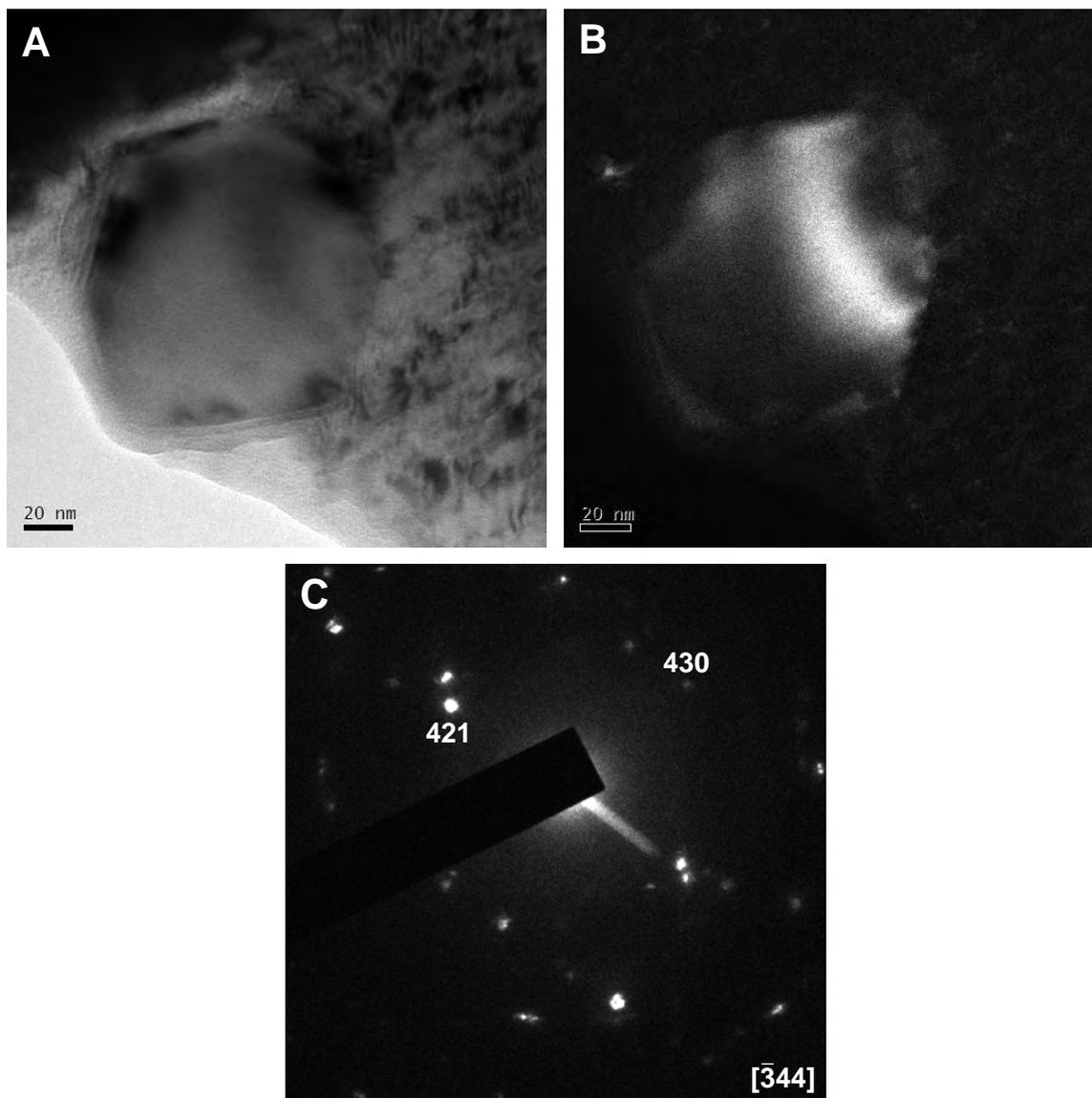
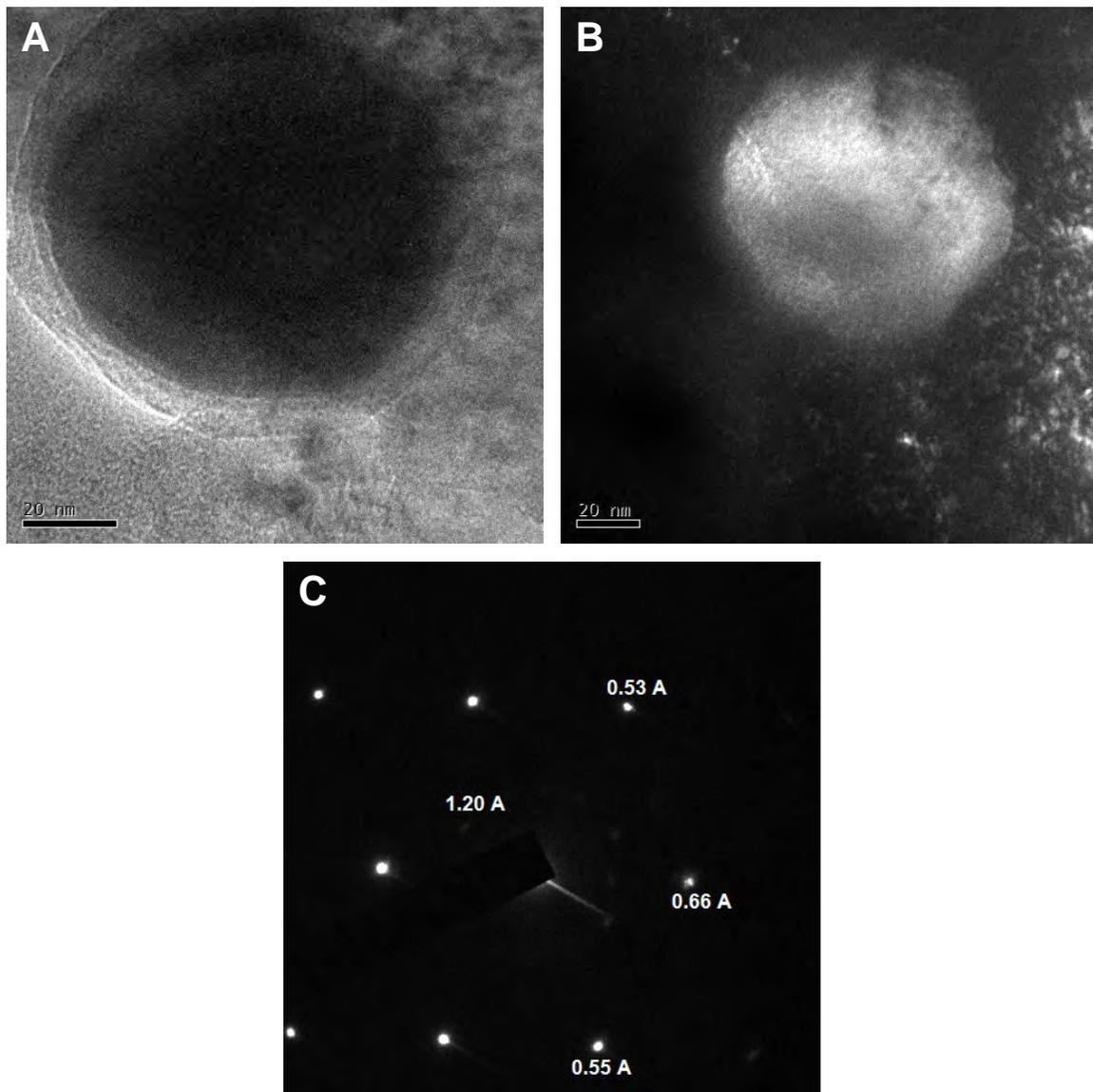
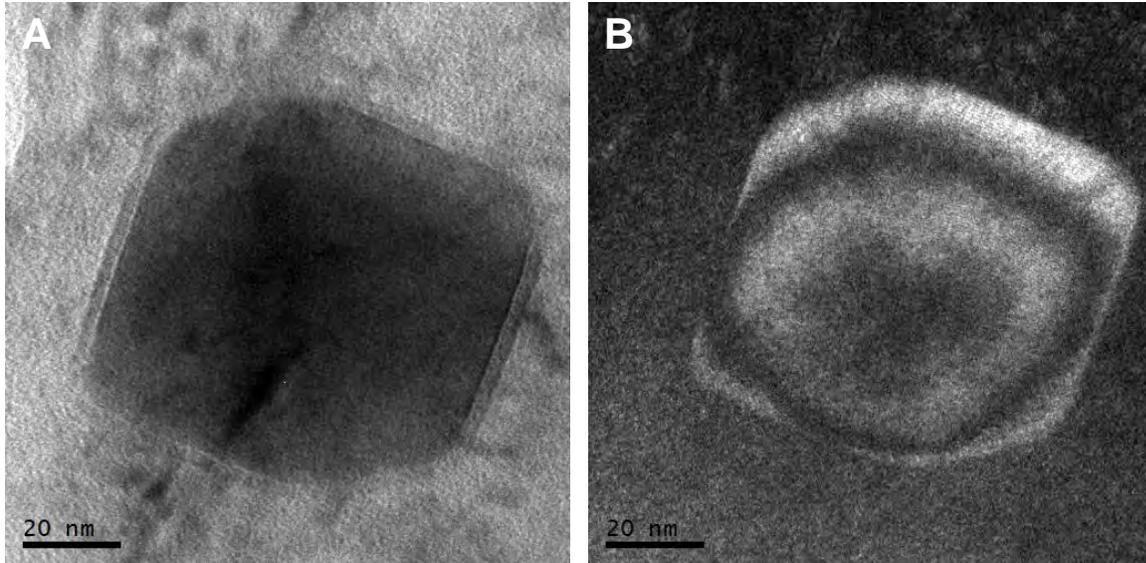


Figura 3-48: Precipitado de borde de grano $M_{23}C_6$, M_3C , MC o M_7C_3 . A) Imagen TEM de campo claro, B) imagen TEM de campo oscuro y C) patrón de difracción de electrones.



Las imágenes TEM de campo claro y campo oscuro de un precipitado que presenta una morfología cuboide se observan en la Figuras 3-49A y 3-49B respectivamente. En estas imágenes se evidencia que tiene una arista de 80 nm aproximadamente. Al igual que en los otros precipitados, presenta una película de 3 nm de espesor aproximadamente que lo rodea. De acuerdo a su morfología y a los análisis realizados en los resultados anteriores, este precipitado puede ser de las fases Fe_xSi_y o Al_xFe_y .

Figura 3-49: Precipitado con morfología cuboide. A) Imagen TEM de campo claro y B) imagen TEM de campo oscuro.



En las Figuras 3-50A y 3-50B se observan, respectivamente, las imágenes TEM de campo claro y campo oscuro de un precipitado que presenta morfología elipsoide. Las dimensiones de este precipitado son: diámetro mayor 45 nm y diámetro menor 35 nm aproximadamente. También se identifican finamente algunas franjas dentro del precipitado, que parecen planos atómicos. Sin embargo, no se pudo esclarecer este aspecto debido al tamaño del precipitado y a la interacción entre los electrones y la probeta. Ya que no se obtuvo el patrón de difracción de electrones de este precipitado y de acuerdo a su morfología, probablemente es de la forma $M_{23}C_6$, M_3C , MC o M_7C_3 .

En la Figura 3-51A se observa la imagen TEM de campo claro de un precipitado que presenta dos aspectos: una capa exterior en forma hexagonal con un espesor de 10 nm y con un lado de 45 nm aproximadamente y el núcleo que tiene una morfología esférica de diámetro de 65 nm aproximadamente. De acuerdo a la morfología, este precipitado no parece ser de cementita, pero puede ser de la forma $M_{23}C_6$, MC , M_3C o M_7C_3 y además la película que lo rodea al precipitado puede ser de elementos o materiales [101,107-112,114-116,137,138,140-142]. En la Figura 3-51B se observa la imagen de otro precipitado que exhibe también dos aspectos: el núcleo de morfología rómbica con la diagonal mayor de 73 nm, la diagonal menor de 59 nm aproximadamente y la presencia

de una capa con la misma morfología que tiene un espesor de 6 nm aproximadamente. Al igual que en la Figura 3-51A, este precipitado no parece ser de cementita y puede tener las características químicas mencionadas para el caso A.

Figura 3-50: Precipitado con morfología elipsoide, A) imagen TEM de campo claro y B) imagen TEM de campo oscuro.

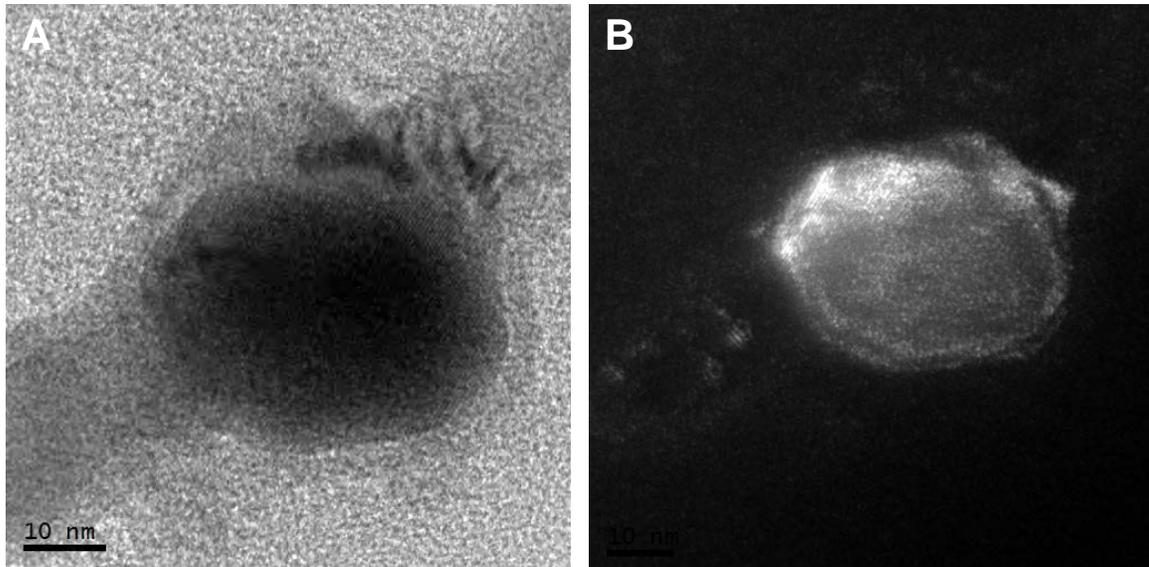
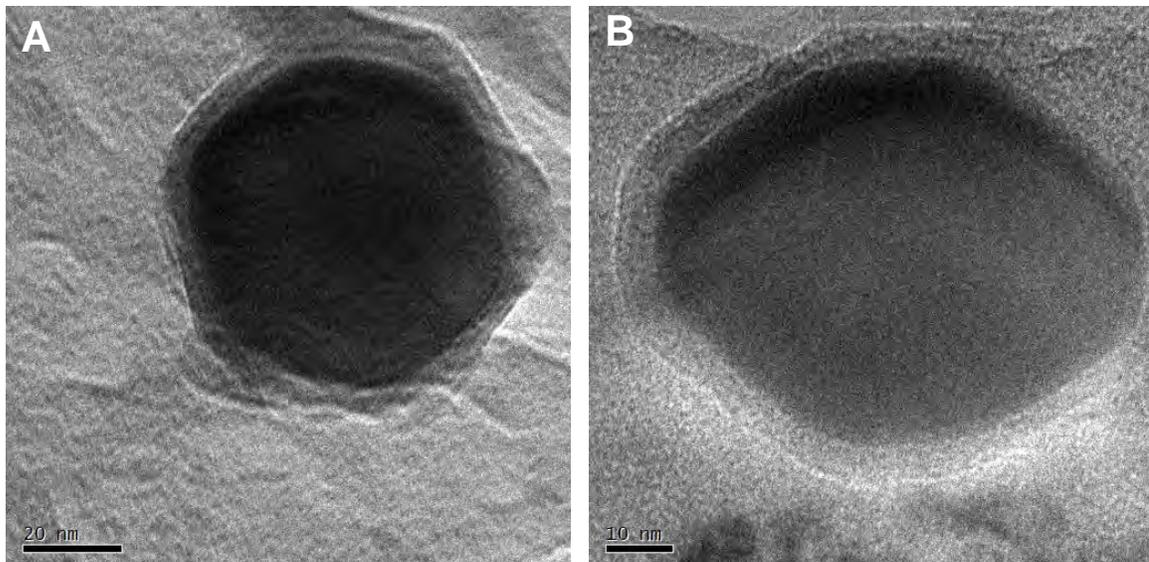
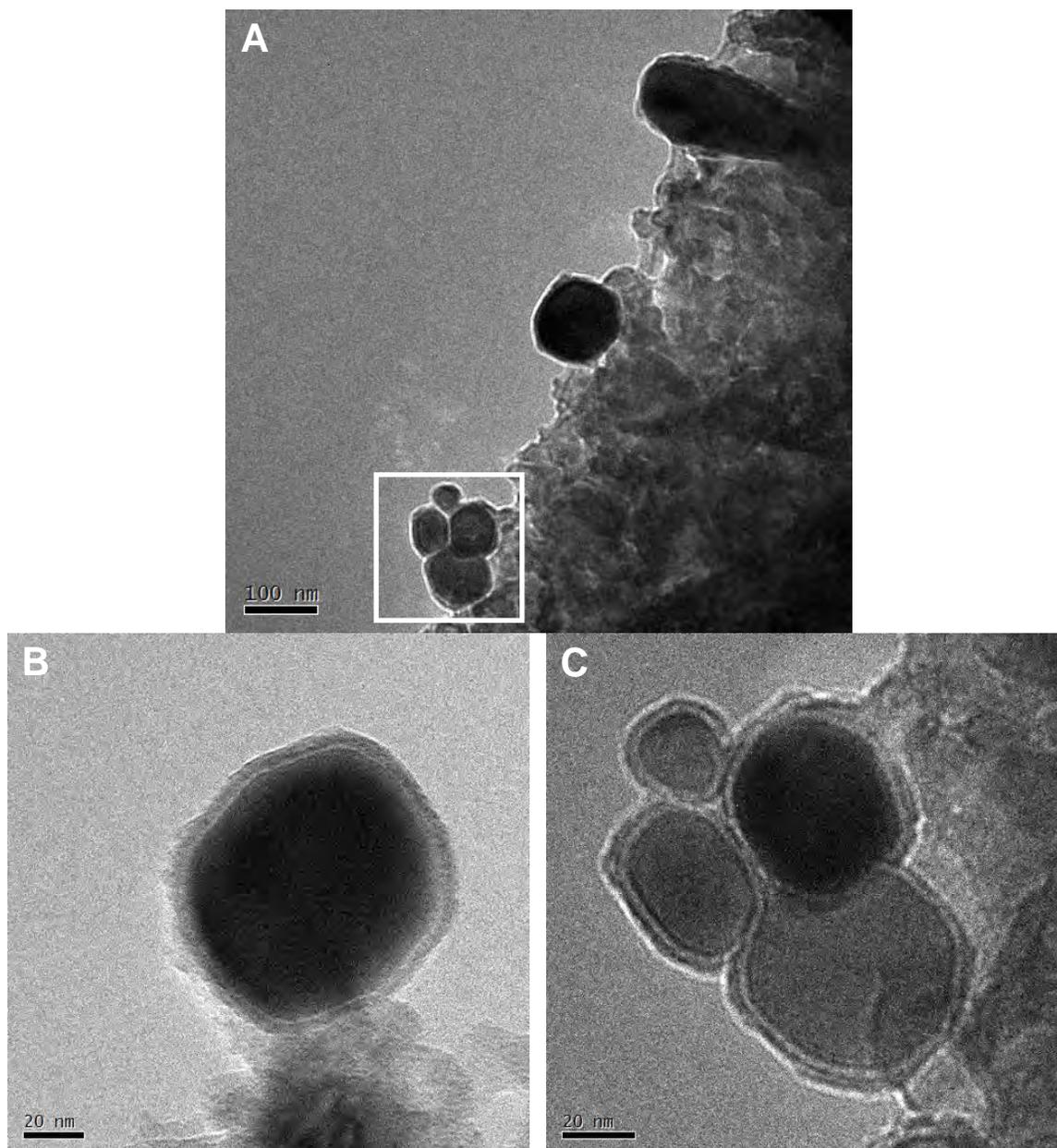


Figura 3-51: Imágenes TEM de campo claro. A) precipitado con morfología esférica cubierto con una capa de hexagonal y B) precipitado con morfología rómbica.



La Figura 3-52 presenta una serie de imágenes de TEM de campo claro, que se obtuvieron de una misma zona en una de las probetas analizadas. En la Figura 3-52A se observa la imagen TEM de campo claro de varios precipitados de borde de grano con diferentes morfologías y dimensiones. La mayoría de estos precipitados presentan una morfología esférica y su diámetro se encuentra en el rango de 30 - 100 nm.

Figura 3-52: Imágenes TEM de campo claro. A) varios precipitados de borde de grano, B) precipitado con morfología esférica y C) magnificación del recuadro blanco en A).



En la Figura 3-52B se observa la imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano que tiene morfología esferoidal con un diámetro promedio de 95 nm. Al igual que en otros resultados, este precipitado también presenta una capa que recubre al núcleo y tiene un espesor de 6 nm aproximadamente. En la figura 3-52C se observa la imagen TEM de campo claro de un aglomerado de precipitados de borde de grano, esta es una magnificación de la zona del recuadro blanco de la Figura 3-52A. Estos precipitados tienen diferentes morfologías y dimensiones. Aunque se observa un precipitado con morfología elipsoide, la mayoría presentan una morfología esferoidal donde sus diámetros están en el rango 30 - 65 nm. Estos precipitados también presentan una capa que rodea al núcleo cuyo espesor está en el rango 3 - 4 nm. Por la morfología, todos estos precipitados pueden ser cementita o de las formas $M_{23}C_6$, MC, M_3C o M_7C_3 y sus capas igualmente pueden estar formadas por diferentes elementos o materiales.

En la Figura 3-53 se observa una imagen TEM de campo claro donde se evidencia la presencia de precipitados de borde de grano y precipitados intracintas (precipitados ubicados dentro de las cintas de martensita). Estos resultados podrían confirmar lo propuesto por Reguly *et al* [121,123,125], quienes afirman que ambos tipos de precipitados están relacionados con el fenómeno de fragilización por temple. En esta imagen se observan diferentes morfologías (esferoidal, cuboide, hexagonal) donde las dimensiones del diámetro están en el rango de 45 - 175 nm. Como se ha discutido en los párrafos previos, debido a la morfología estos precipitados pueden ser de las estequiometrias ya mencionadas pero también pueden ser precipitados de las formas Fe_xSi_y o Al_xFe_y .

Otros ejemplos de precipitados de borde de grano y precipitados intracintas se presentan en la Figura 3-54. La morfología de estos precipitados es esferoidal y elipsoide donde las dimensiones del diámetro están en el rango de 40 - 130 nm. En la Figura 3-54B se tiene la imagen de campo claro de dos precipitados intracintas con diferente morfología. El diámetro del precipitado esferoidal es de 115 nm y los ejes del precipitado elipsoide son 90 nm para el mayor y 65 nm para el menor. Como en otros casos, ambos precipitados están cubiertos con una película de 10 nm aproximadamente. Las discusiones presentadas anteriormente con respecto a las estequiometrias de estos precipitados y la composición química de sus capas, también pueden ser válidas para este resultado debido a sus características morfológicas.

Figura 3-53: Imagen TEM de campo claro de precipitados de borde de grano y precipitados intracintas.

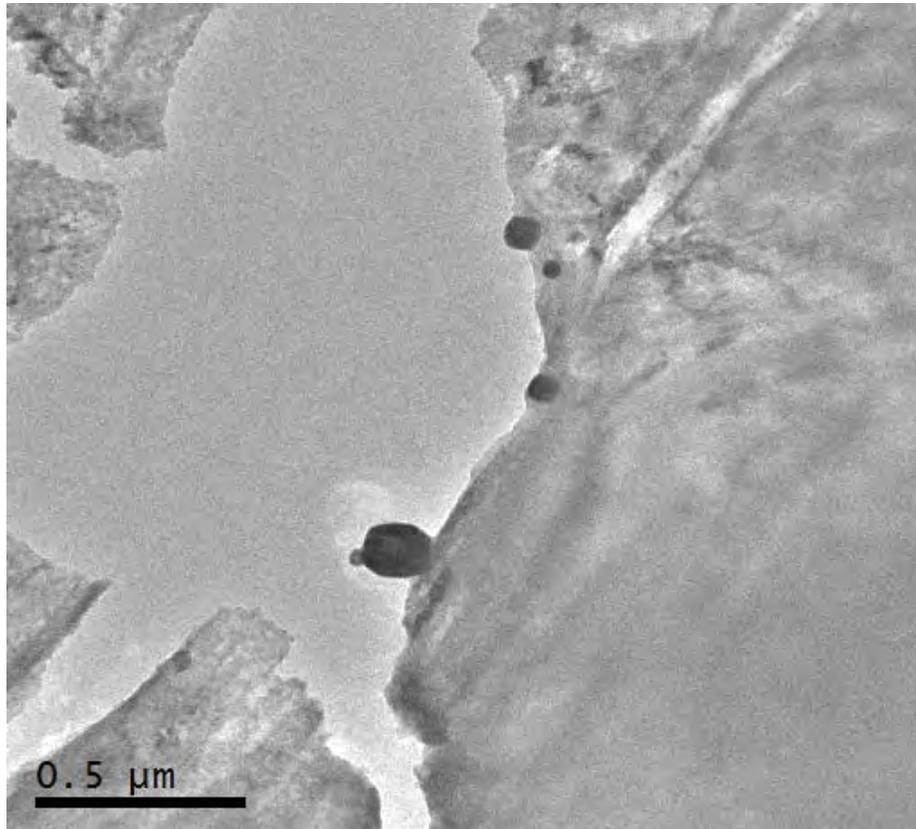
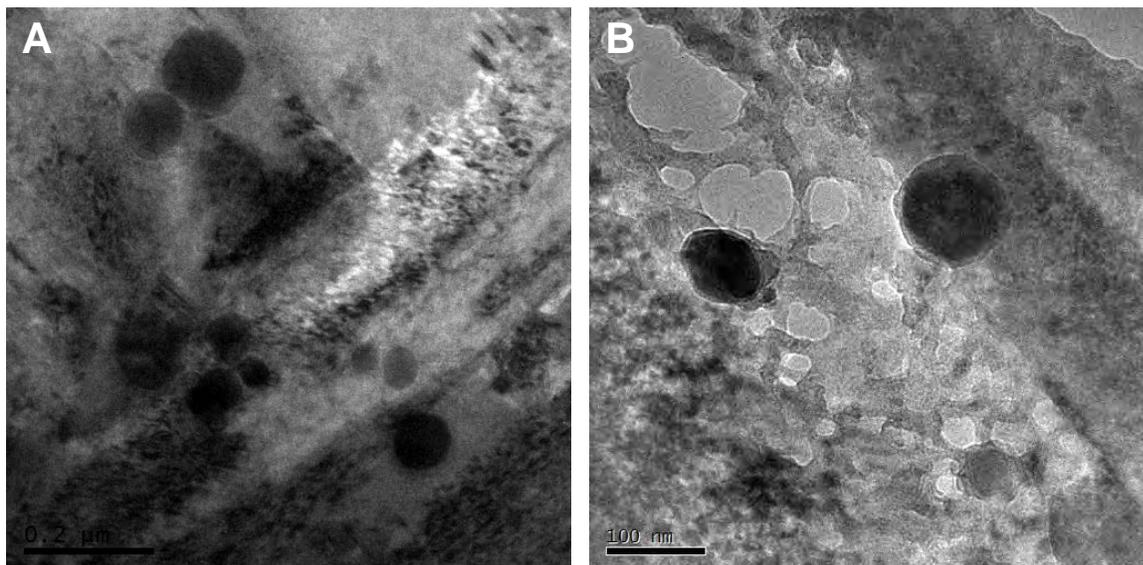


Figura 3-54: Imágenes TEM de campo claro. A) precipitados de borde de grano y precipitados intracintas. B) precipitados intracintas.



Con respecto a los resultados del análisis TEM realizado a las probetas de acero 5160H del proveedor Colombia austenizadas a 850°C durante 5 minutos y templadas en aceite, se pueden mencionar algunas conclusiones:

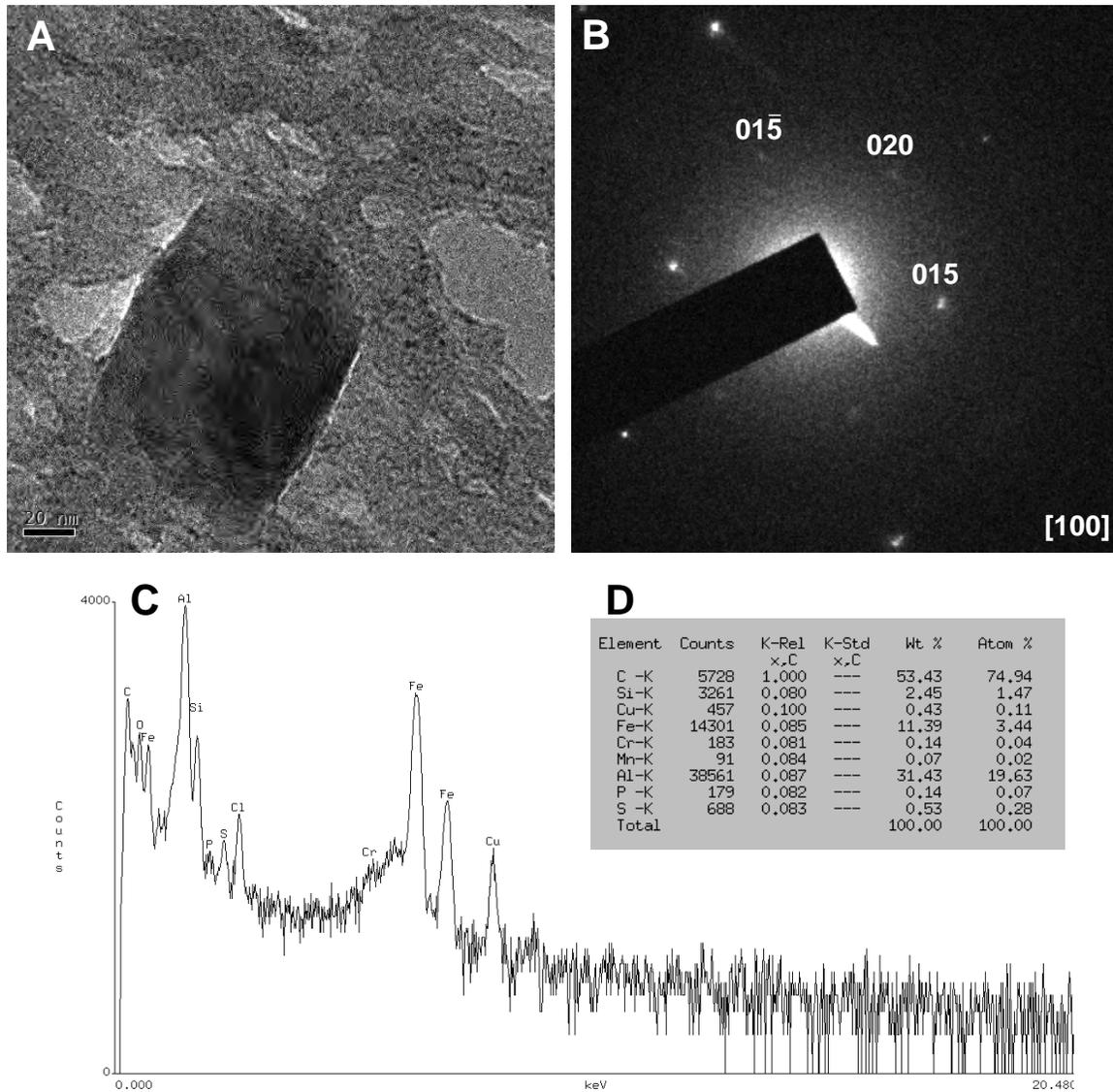
- Después de realizar muchos análisis TEM con múltiples probetas, para estas condiciones del tratamiento térmico de temple el número de precipitados de borde de grano encontrados fue significativo.
 - En los diferentes análisis realizados se encontraron tanto precipitados de borde de grano como precipitados intracintas. Esto aporta evidencia para confirmar que los dos tipos de precipitados pueden tener relación con el fenómeno de fragilización por temple.
 - Los precipitados de borde de grano observados en estas probetas presentaron diferentes morfologías y sus dimensiones se encontraban en el rango 30 - 100 nm. Se debe destacar la presencia de las capas que rodean a algunos precipitados de borde de grano las cuales pueden estar formadas por elementos o materiales.
 - La composición química de los precipitados de borde de grano encontrados fue diversa, entre otras fases encontradas están Fe_3C , $AlFe_3$, $FeSi$, $M_{23}C_6$, M_7C_3 , MC , M_3C , Fe_xSi_y o Al_xFe_y . Estos resultados son coherentes con la composición química de este proveedor.
- **Proveedor Colombia. Austenización a 1000°C por 5 minutos**

Para estas condiciones del tratamiento térmico se realizaron múltiples análisis TEM en varias probetas templadas. Los resultados obtenidos permiten afirmar que se observaron algunos precipitados de borde de grano con diferentes morfologías, tamaños y composición química.

En la Figura 3-55A se observa la imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano que presenta morfología cuboide con dimensiones de 120 nm x 90 nm aproximadamente. En la Figura 3-55B se encuentra el patrón de difracción de electrones de este precipitado, donde se muestran indexados los planos (015), (01 $\bar{5}$), y (020) desde el eje de zona [100]. El espectro EDX y la cuantificación de elementos se presentan en las Figuras 3-55C y 3-55D respectivamente. De acuerdo a la información obtenida de

este análisis se establece que este precipitado de borde de grano es Al_4C_3 , lo cual es coherente con los resultados de la composición química de este proveedor.

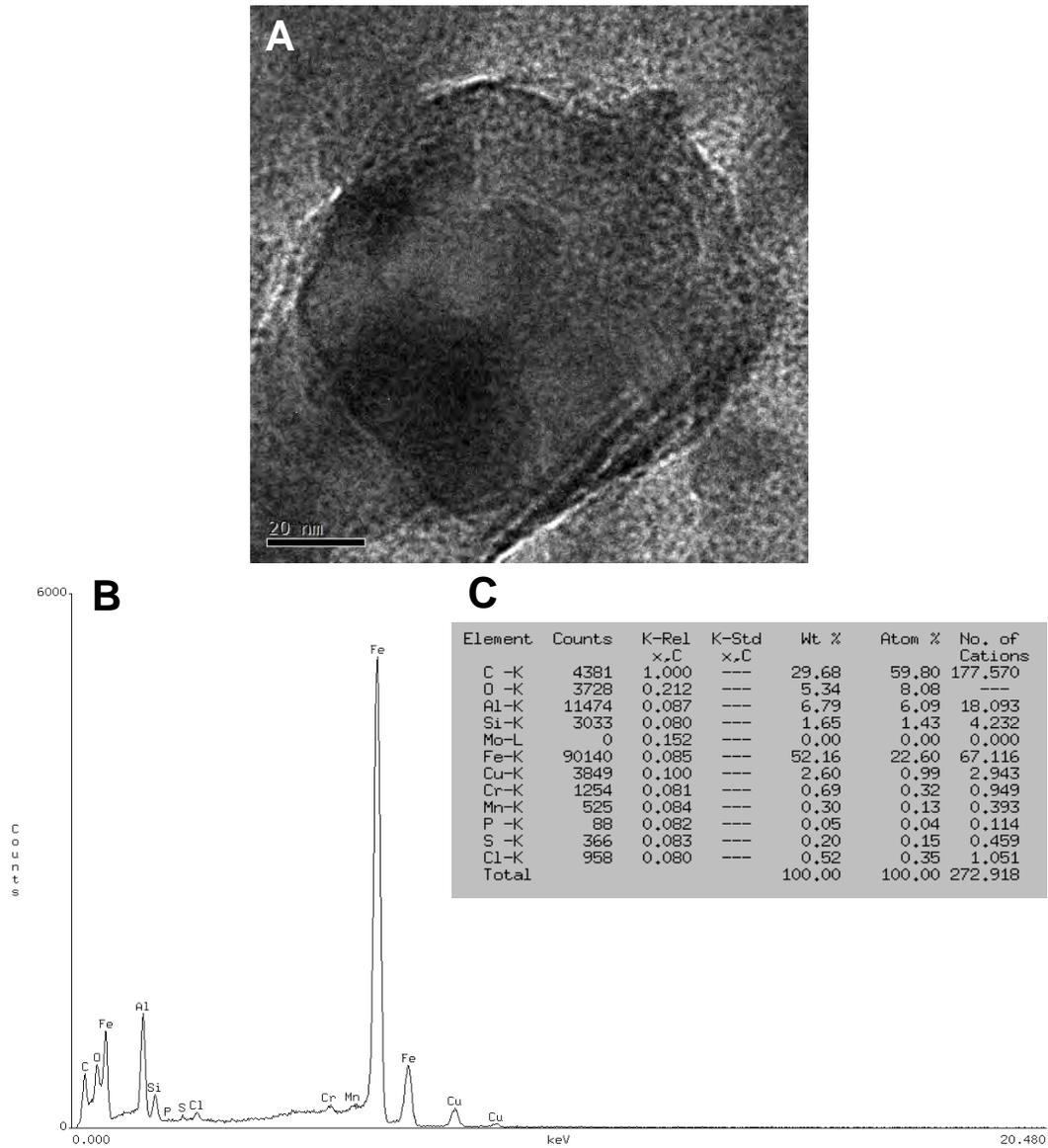
Figura 3-55: A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado de Al_4C_3 , B) patrón de difracción de electrones, C) análisis EDX y D) cuantificación de elementos.



La imagen TEM de campo claro de un precipitado que presenta una morfología de cuboide con dimensiones de 70 nm x 80 nm aproximadamente se observa en la Figura 3-56A. En las Figuras 3-56B y 3-56C se presentan el análisis EDX y la cuantificación de elementos pertenecientes a este precipitado respectivamente. De acuerdo a este análisis

y por las características morfológicas, es probable que este precipitado sea un compuesto como el Fe_3AlC o el compuesto $FeAlC$ o tal vez sea de la forma Al_xFe_y .

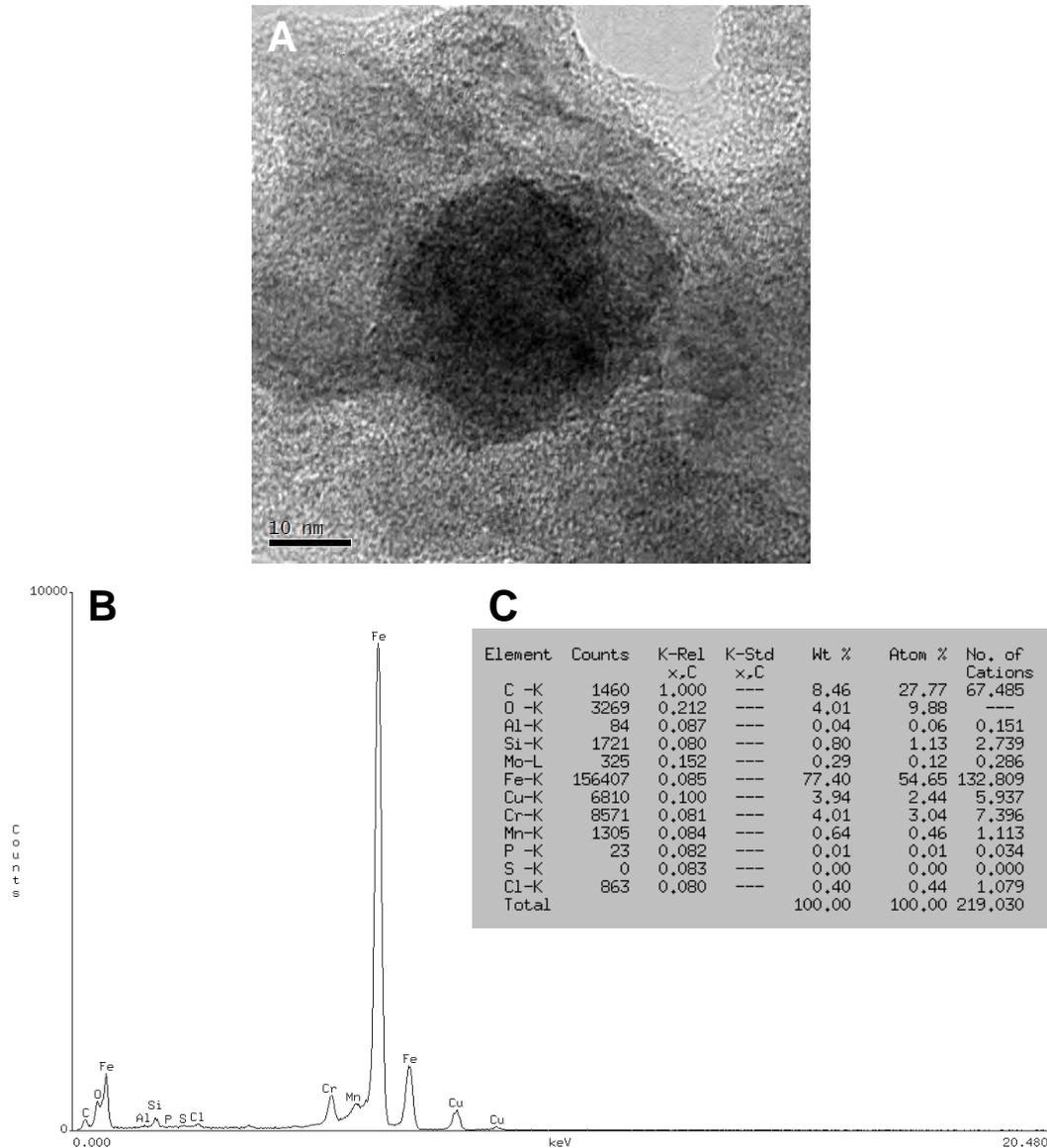
Figura 3-56: A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado con morfología cuboide, B) análisis EDX y C) cuantificación de elementos.



En la Figura 3-57A se observa la imagen TEM de campo claro de un precipitado que presenta una morfología esferoidal con un diámetro de 30 nm aproximadamente. El análisis EDX y la cuantificación de elementos se presentan en las Figuras 3-57B y 3-57C respectivamente. Al igual que el resultado de la figura anterior, la discusión de acuerdo a

este análisis es que este precipitado probablemente es un compuesto de las formas Fe_3AlC , FeAlC , M_{23}C_6 , M_7C_3 , MC o M_3C .

Figura 3-57: A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado con morfología esferoidal, B) Análisis EDX y C) cuantificación de elementos.



Con respecto a los resultados del análisis TEM realizado a las probetas de acero 5160H del proveedor Colombia austenizadas a 1000°C durante 5 minutos, se pueden mencionar algunas conclusiones:

- Después de realizar varios análisis TEM sobre múltiples probetas templadas con estas condiciones de tratamiento térmico, el número de precipitados de borde de grano encontrados fue menor con respecto a los resultados presentados en la sección anterior.
- Los precipitados de borde de grano observados en estas probetas, al igual que en la sección anterior, siguen presentando diferentes morfologías y sus dimensiones se encontraban en el rango 30 - 100 nm. Por otro lado, se debe destacar que no se observan las capas que rodean a los precipitados de borde de grano.
- Al comparar con los resultados obtenidos de las condiciones anteriores, la composición química de los precipitados de borde de grano encontrados no es tan diversa. Las fases encontradas principalmente son Al_4C_3 , Fe_3AlC , $FeAlC$, Al_xFe_y , $M_{23}C_6$, M_7C_3 , MC o M_3C .
- Algunos precipitados de borde de grano observados en las probetas de este proveedor austenizadas a 850°C se disuelven cuando la temperatura de austenización se incrementa a 1000°C. Solo aquellos precipitados de borde de grano que tienen Al se mantienen.

- **Proveedor Colombia. Austenización a 1000°C por 30 minutos**

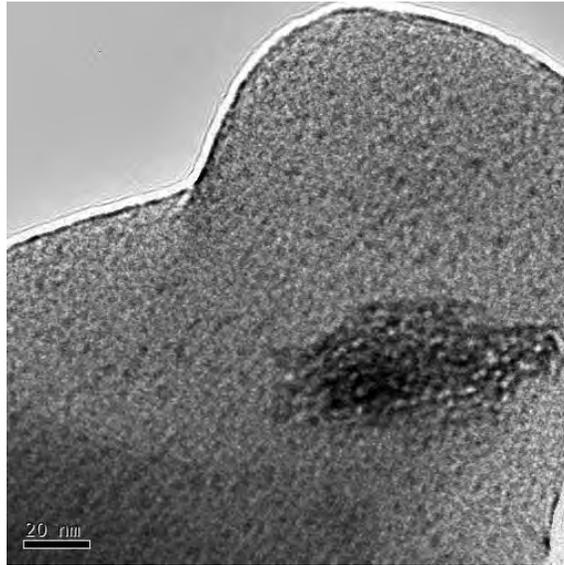
Después de realizar múltiples análisis TEM a varias probetas tratadas con estas condiciones del tratamiento térmico de temple, no se encontró evidencia de la presencia de los precipitados de borde de grano.

La Figura 3-58 es un ejemplo de lo mencionado anteriormente. En esta figura se presenta la imagen TEM de campo claro donde se observan algunas formaciones que posiblemente son precipitados de borde de grano. La aparente morfología de estas formaciones es esferoidal y su supuesto diámetro está en el rango de 2 – 5 nm. Debido a este tamaño tan pequeño, no fue posible obtener una imagen con mayor magnificación para precisar lo observado. Este resultado solamente se obtuvo en una única zona de una sola probeta de todas las que se analizaron.

Por otro lado, en la Figura 3-59A se presenta la imagen TEM de campo claro de algunas formaciones que tienen morfología similar a las fibras y están en una configuración de

aglomerado. Las dimensiones de estas cuasi fibras son: diámetro en el rango de 15 - 35 nm y largo 250 nm aproximadamente. En las Figuras 3-59B y 3-59C se observan el análisis EDX y su cuantificación respectivamente. De acuerdo a este análisis estas formaciones pueden estar compuestas por Fe y C principalmente, pero también tienen O, Cr, Mn, Si y Cu en menor porcentaje. Podrían ser una fase la forma $M(C,O)$.

Figura 3-58: Imagen TEM de campo claro de algunas formaciones.



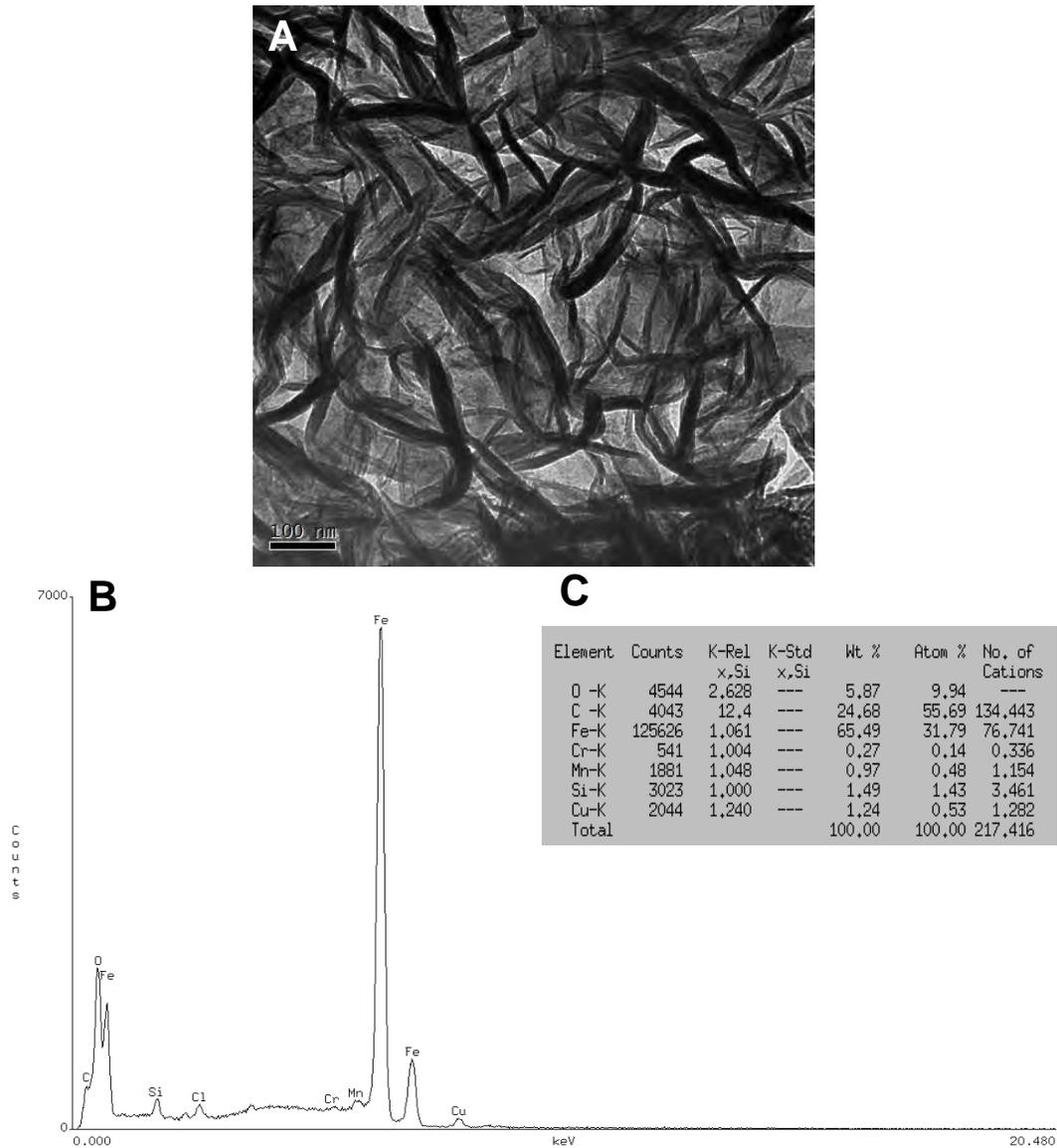
Con respecto a los resultados del análisis TEM realizado a las probetas de acero 5160H del proveedor Colombia austenizadas a 1000°C durante 30 minutos y templadas en aceite, se presentan las siguientes conclusiones:

- Después de realizar varios análisis TEM en múltiples probetas, para estas condiciones del tratamiento térmico de temple no se observaron precipitados de borde de grano comparando con los resultados de las secciones anteriores.
- Cuando las probetas de acero 5160H del proveedor de Colombia se austenizan a 1000°C durante 30 minutos los precipitados se disuelven.

Para dar finalizar el análisis TEM de las probetas de acero 5160H en estado de temple del proveedor de Colombia, se debe mencionar que los resultados presentados en las secciones anteriores están en completa coherencia con las propiedades mecánicas

medidas en las probetas sometidas a las mismas condiciones del tratamiento térmico de temple.

Figura 3-59: A) Imagen TEM de campo claro de un aglomerado de formaciones que tienen morfología de fibras, B) análisis EDX y C) cuantificación de elementos.



La tenacidad de las probetas austenizadas a 1000°C durante 30 minutos es mayor con respecto a la obtenida de las demás condiciones del tratamiento de temple para este proveedor. En complemento, el tipo de fractura se modifica de fractura intergranular a fractura transgranular cuando se aumenta el tiempo de sostenimiento de 5 minutos a 30

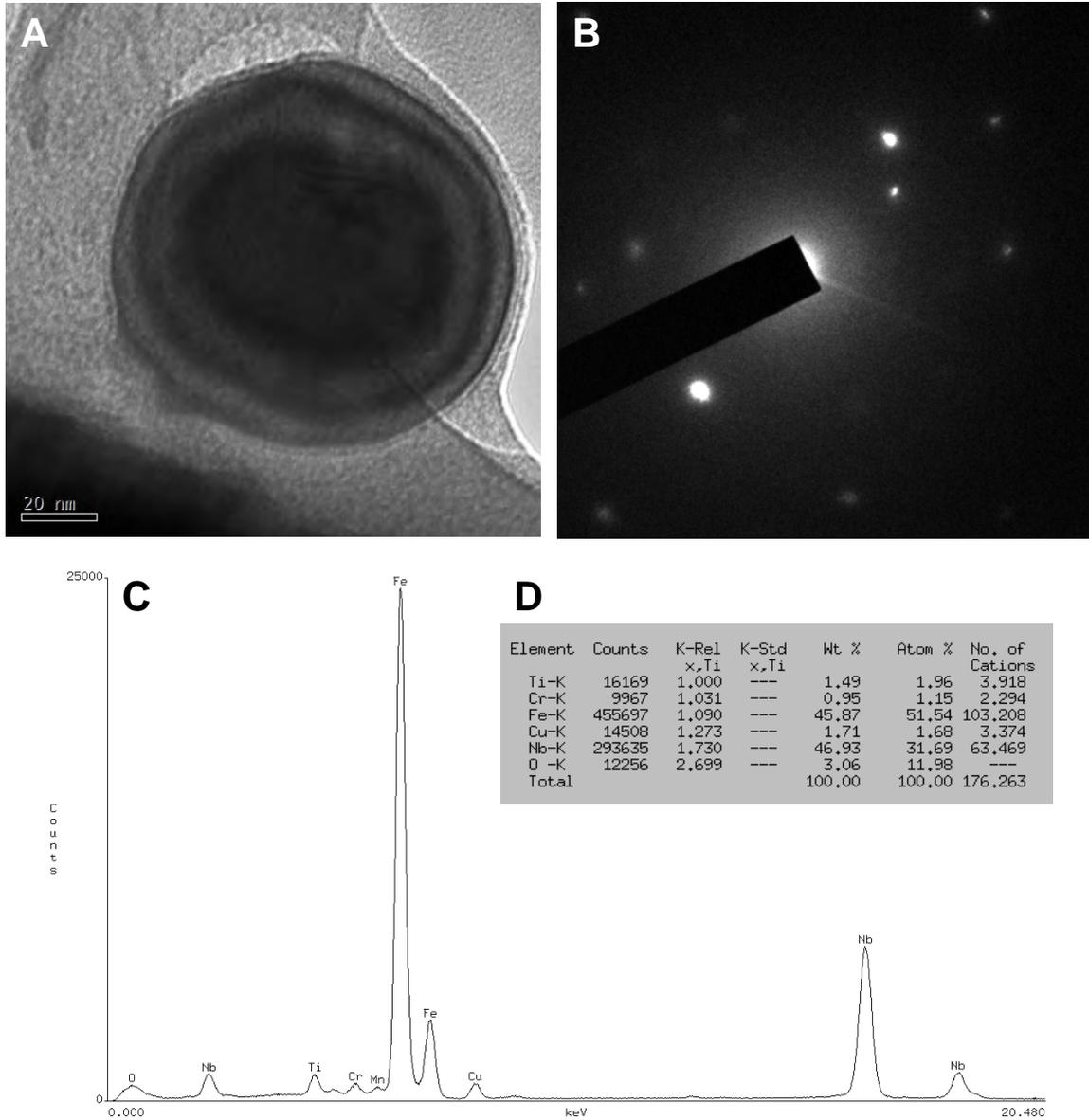
minutos en la temperatura de austenización de 1000°C, presentando un comportamiento más dúctil. Por otro lado, el esfuerzo máximo de las probetas austenizadas a 1000°C durante 30 minutos es considerablemente menor con respecto al obtenido con las otras condiciones, indicando que la resistencia mecánica disminuye. Estos resultados se deben a las modificaciones en el estado de precipitación que presenta este proveedor inducidas por el cambio de las condiciones del tratamiento térmico de temple. Cuando se austeniza a 850°C, el número de precipitados de borde de grano y sus dimensiones son considerables. Las fases existentes son Fe_3C , $AlFe_3$, $FeSi$, $M_{23}C_6$, M_7C_3 , MC , M_3C , Fe_xSi_y o Al_xFe_y . Cuando se aumenta la temperatura de austenización a 1000°C con un tiempo de sostenimiento de 5 minutos, aún queda un número considerable de precipitados y las dimensiones son similares a las de 850°C. Algunas fases se disuelven; como por ejemplo la Fe_3C resultado que está en concordancia con las referencias de la sección 1.6, pero continúan algunas como Al_4C_3 , Fe_3AlC , $FeAlC$, Al_xFe_y , $M_{23}C_6$, M_7C_3 , MC , M_3C . Finalmente, cuando se austeniza 1000°C durante 30 minutos los precipitados se disuelven. Este último resultado es la causa de las diferencias en las propiedades mecánicas entre este estado de temple y los otros. Estos datos demuestran que los cambios en la temperatura de austenización y tiempo de sostenimiento utilizados durante el tratamiento térmico de temple modifican el estado de precipitación del acero 5160H del proveedor de Colombia, evidenciando la relación entre estas condiciones, los precipitados de borde de grano, las propiedades mecánicas y más importante aún con el fenómeno de fragilización por temple.

▪ **Proveedor China. Austenización a 1000°C por 30 minutos**

Después de realizar múltiples análisis a varias probetas tratadas con estas condiciones del tratamiento térmico de temple, se observaron algunos precipitados de borde de grano con diferentes morfologías, tamaños y composición química.

En la Figura 3-60A se observa un precipitado con morfología esferoidal con un diámetro de 105 nm aproximadamente. Se debe destacar que este precipitado presenta tres aspectos en su morfología: el núcleo y dos capas que lo cubren. La capa externa tiene 5 nm de espesor aproximadamente, el espesor de la capa interna es de 10 nm aproximadamente, por lo tanto el núcleo tiene un diámetro de 95 nm aproximadamente.

Figura 3-60: A) Imagen de campo claro de un precipitado esferoidal con dos capas que cubren el núcleo, B) patrón de difracción de electrones, C) análisis EDX y D) cuantificación de elementos. Precipitado de la forma (Ti,Nb)(C,N).

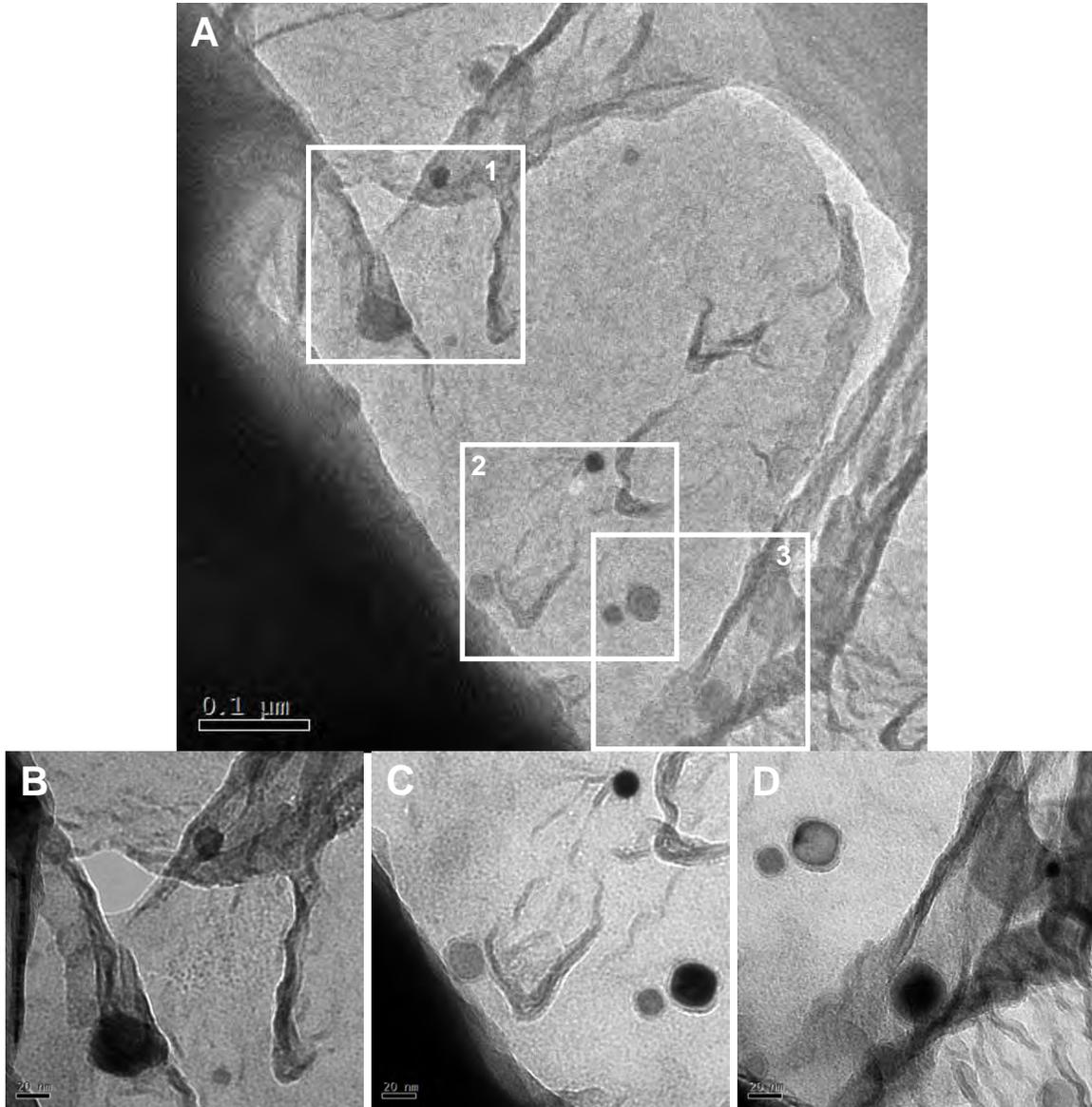


En la Figura 3-60B se observa el patrón de difracción de electrones obtenido de este precipitado, lo cual corresponde a una mezcla entre de Nb_xC_y , Nb_xN_y y TiN. De acuerdo al análisis EDX, como se observa en las Figuras 3-60C y 3-60D, este precipitado es un precipitado de borde de grano complejo de la forma $(M_1,M_2)(N,C)$ que contiene Fe, Nb y Ti. Por la información obtenida en este análisis, este precipitado de borde de grano puede ser de la forma (Ti, Nb)(C,N) correspondiendo a una etapa del modelo propuesto

por Maugis *et al* para la nucleación, crecimiento y engrosamiento de este tipo de precipitados [110]. El núcleo de este precipitado puede ser de Nb_6C_5 . Esta información es coherente con los resultados de la composición química de este proveedor que se presentan en la Tabla 2-3.

En la Figura 3-61A se observa una imagen TEM de campo claro de una zona donde están precipitados de borde de grano, los cuales tienen diferentes morfologías, tamaños y probablemente composición química. Respecto de la morfología, estos precipitados tienen la característica observada anteriormente la cual presenta dos aspectos: un núcleo y una capa que lo recubre. Esta característica es una diferencia con respecto a los resultados obtenidos en las probetas del proveedor de Colombia sometidas al tratamiento térmico con las mismas condiciones. Las Figuras 3-61B, 3-61C y 3-61D son imágenes TEM de campo claro obtenidas a partir de magnificaciones de diferentes zonas de la Figura 3-61A. La Figura 3-61B es la magnificación de la zona del recuadro 1 de la Figura 3-61A, donde se observan tres precipitados de borde de grano con su tamaño en el rango 12 - 40 nm. La Figura 3-61C es la magnificación de la zona del recuadro 2 de la Figura 3-61A, donde se observan cuatro precipitados de borde de grano con su tamaño en el rango 20 - 32 nm. La Figura 3-61D es la zona del recuadro 3 de la Figura 3-61A magnificada, donde se observan seis precipitados de borde de grano con su tamaño en el rango 11 - 40 nm. En resumen de las cuatro imágenes se puede afirmar que: tomado como referencia una medida diametral, el tamaño de estos precipitados está en el rango 11 - 40 nm, las morfologías observadas son esferoidal, cuboide y elipsoide. También se evidencia que el tamaño de la capa que recubre a los precipitados está en el rango 5 - 10 nm. Debido a estas características y a que en la composición química de este proveedor hay elementos microaleantes tales como Nb, Mo, Co, Ni, Ti y Cu estos precipitados de borde de grano probablemente son precipitados complejos de las formas $(M_1, M_2)(C, N)$ o $M(C, N)$ tal como se discutió en el resultado de la Figura 3-60. Como se mencionó anteriormente, las capas que rodean los núcleos de estos precipitados pueden estar formadas por esos elementos o por diferentes materiales. Sin embargo, por las características morfológicas observadas también se debe considerar la presencia de precipitados de borde de grano de las formas $M_{23}C_6$, MC , M_3C y M_7C_3 .

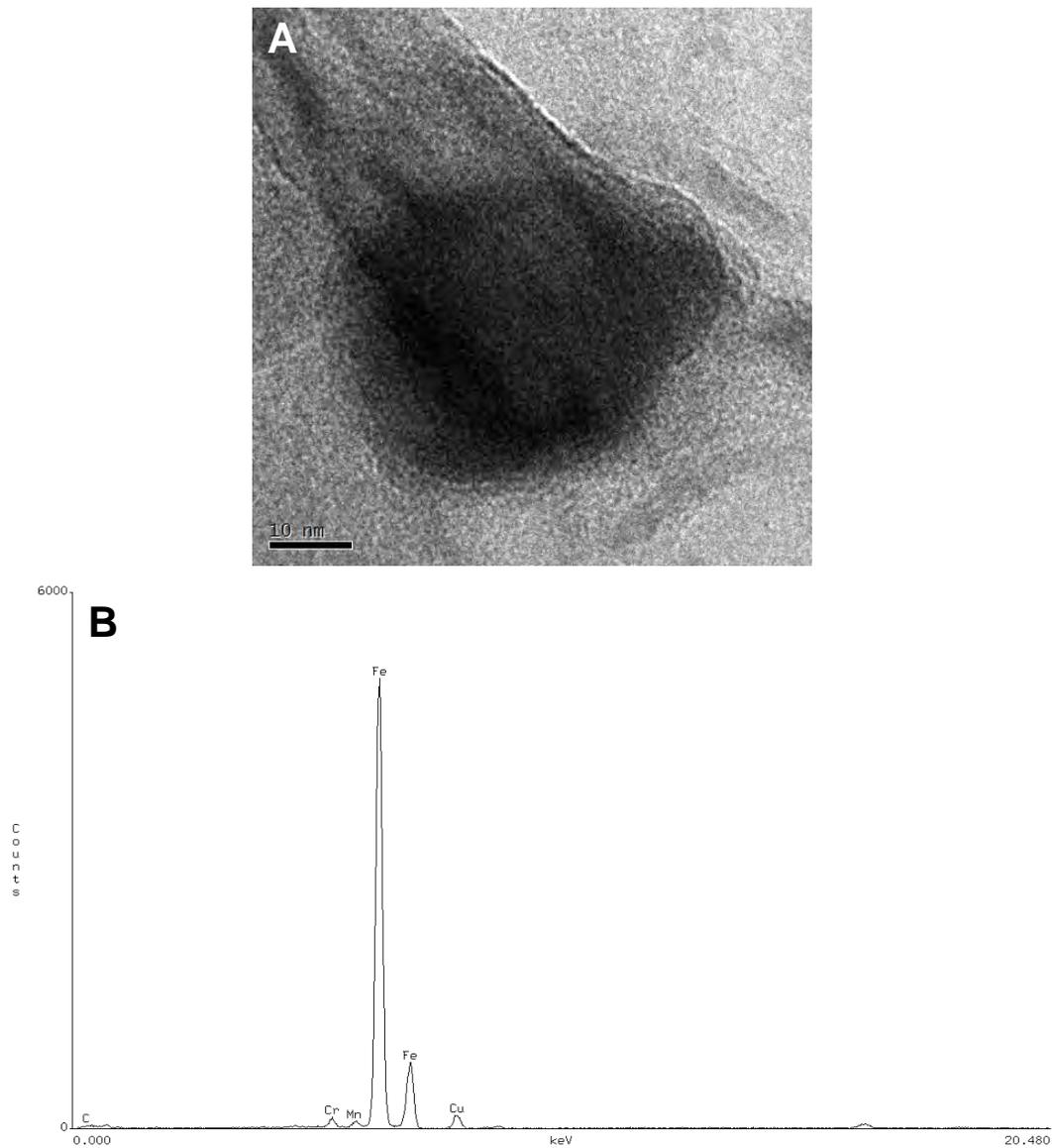
Figura 3-61: Imágenes TEM de campo claro. A) zona con diferentes precipitados de borde de grano, B) magnificación zona 1 de A, C) magnificación zona 1 de A y D) magnificación zona 3 de A.



Un precipitado de borde de grano que tiene morfología cuboide se observa en la imagen TEM de campo claro de la Figura 3-62A. El tamaño de este precipitado es de 35 nm x 35 nm aproximadamente. Al igual que los resultados observados anteriormente, este precipitado presenta en su morfología un núcleo y una capa que lo recubre. El espesor de esta capa es de 3 nm aproximadamente. De acuerdo al análisis EDX, el cual se presenta en la Figura 3-62B, este precipitado podría ser un carburo de las formas $M_{23}C_6$,

MC, M_3C o M_7C_3 . Sin embargo se debe tener en cuenta que también hay una concentración de los elementos Cu y Cr, lo que indicaría que posiblemente se trata de un precipitado complejo $(M_1, M_2)(C, N)$ o $M(C, N)$ o que los elementos están en la capa que lo recubre sin formar un compuesto.

Figura 3-62: A) Imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano que tiene morfología cuboide y B) análisis EDX.



Con respecto a los resultados del análisis TEM realizado con las probetas de acero 5160H del proveedor China austenizadas a 1000°C durante 30 minutos, se pueden mencionar algunas conclusiones:

- Después de realizar varios análisis TEM con múltiples probetas, el número de precipitados de borde de grano encontrados fue significativo con respecto a los resultados observados en las probetas del proveedor de Colombia sometidas a las mismas condiciones.
- El tamaño de los precipitados de borde de grano es mayor con respecto a los resultados obtenidos en las probetas del proveedor de Colombia templadas con las mismas condiciones. Las dimensiones de estos precipitados se encontraban en el rango de decenas de nanómetros sin superar los 100 nm, esto es menores a 100 nm.
- Los precipitados de borde de grano observados en estas probetas presentaron diferentes morfologías. A diferencia de los resultados encontrados en las probetas del proveedor de Colombia sometidas al tratamiento térmico con estas mismas condiciones, se debe destacar la presencia de las capas que rodean a algunos de los precipitados las cuales pueden estar formadas por diferentes elementos o materiales
- La composición química de los precipitados de borde de grano encontrados fue diversa comparando con los resultados obtenidos en las probetas del proveedor de Colombia templadas con las mismas condiciones. Se observó una cantidad significativa de precipitados complejos de la forma $(M_1, M_2)(C, N)$ que contienen elementos microaleantes como por ejemplo $(Ti, Nb)(C, N)$. No se puede descartar la presencia de fases como $M_{23}C_6$, M_3C , MC o M_7C_3 .

Las diferencias en los estados de precipitación que se presentan entre las probetas de los proveedores de China y Colombia austenizadas a 1000°C durante 30 minutos se deben principalmente a las diferencias de composición química que tienen ambas aleaciones. En particular el mayor contenido de elementos microaleantes; tales como Ni, Co, Mo, Cu y principalmente el Nb, que presenta el proveedor de China contribuye a la formación de precipitados complejos de la forma $(M_1, M_2)(C, N)$ o $M(C, N)$. En las referencias de la sección 1.6 se establece que este tipo de precipitados nuclean, crecen y se engruesan en el rango de temperaturas entre 930°C hasta 1200°C. Es por esta última razón que los precipitados de borde de grano encontrados en el proveedor de China presentan más estabilidad con respecto a la temperatura de austenización. De la misma

manera, la presencia de estos precipitados de borde de grano son la principal causa de las diferencias en las propiedades mecánicas de tenacidad y esfuerzo máximo obtenidas de las probetas los proveedores de China y Colombia austenizadas a 1000°C durante 30 minutos.

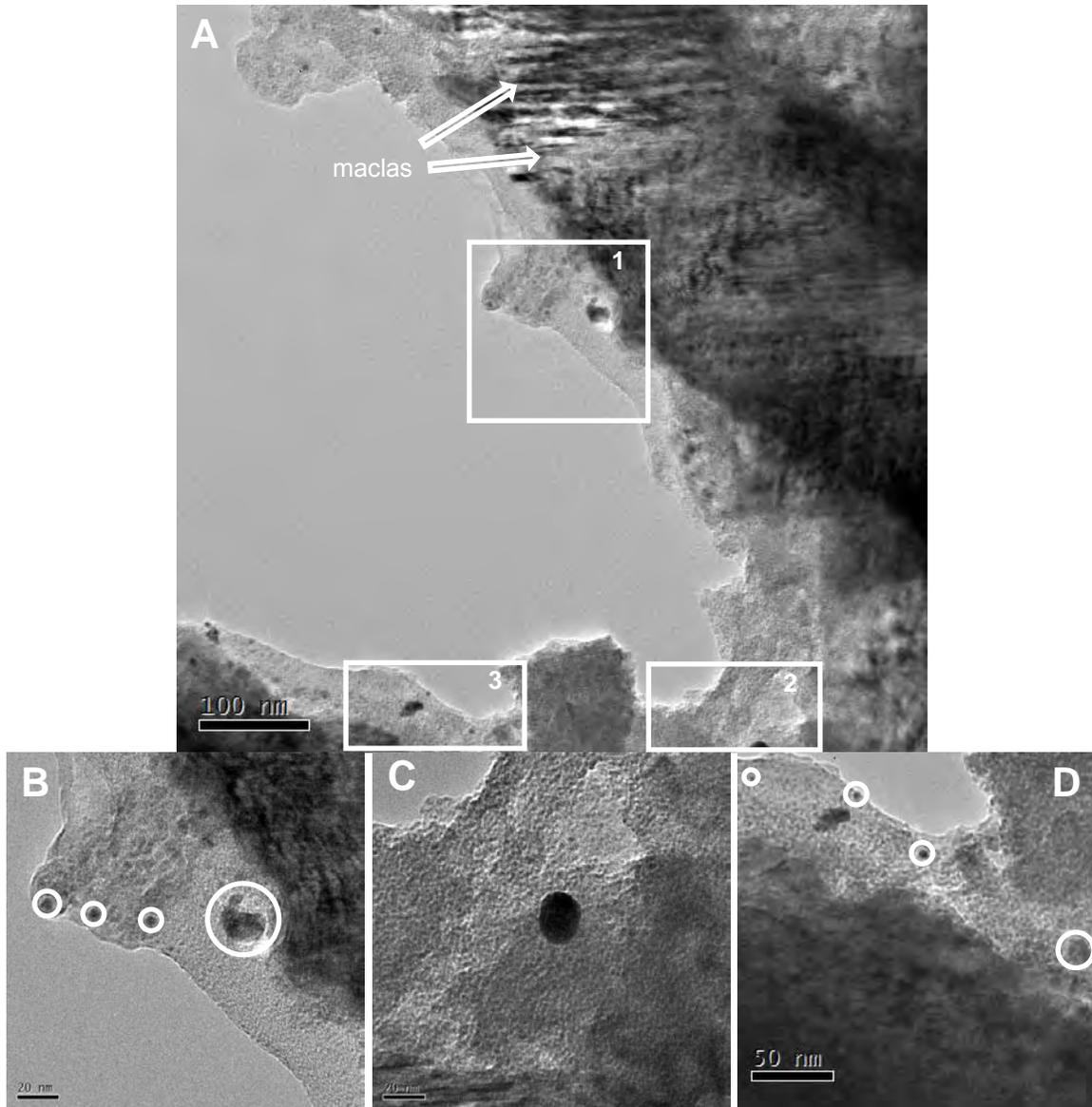
▪ **Proveedor Corea. Austenización a 1000°C por 30 minutos**

Después de realizar múltiples análisis a varias probetas tratadas a esta condición, se observaron muchos precipitados de borde de grano con diferentes tamaños y probablemente composición química.

La Figura 3-63A presenta una imagen TEM de campo claro en la cual se exhiben varios precipitados de borde de grano cuya morfología es esferoidal. El diámetro de estos precipitados de borde de grano está en el rango de 3 - 26 nm. En esta imagen también se visualiza la presencia de cintas y maclas de martensita. Las Figuras 3-63B, 3-63C y 3-63D son imágenes TEM de campo claro magnificadas de las zonas señaladas con los recuadros de la Figura 3-63A. En estas imágenes se muestra con más detalle los diferentes tamaños y la morfología que presentan los precipitados de borde de grano de esta probeta. Por ejemplo en la Figura 3-63B se observa la imagen TEM de la zona del recuadro 1 de la Figura 3-63A magnificada, con la presencia de cuatro precipitados de borde de grano de morfología esferoidal, tres tienen un diámetro entre 5 - 7 nm y el cuarto tiene un diámetro de 24 nm. En la Figura 3-63C se enseña la imagen TEM de la zona del recuadro 2 de la Figura 3-63A magnificada, donde se observa un precipitado de borde de grano esferoidal de diámetro de 26 nm. En la Figura 3-63D se muestra la zona del recuadro 3 de la Figura 3-63A magnificada, allí se presentan cuatro precipitados de borde de grano con morfología esferoidal. El diámetro de estos precipitados está en el rango 3 - 19 nm.

Un número significativo de precipitados de borde de grano se presenta en la imagen TEM de campo claro de la Figura 3-64. La morfología de estos precipitados es esferoidal. En la imagen se pueden observar los diferentes tamaños del diámetro de estos precipitados, el cual se encuentra en el rango de 2 - 7 nm. Se debe destacar que la población de precipitados de borde de grano es considerable.

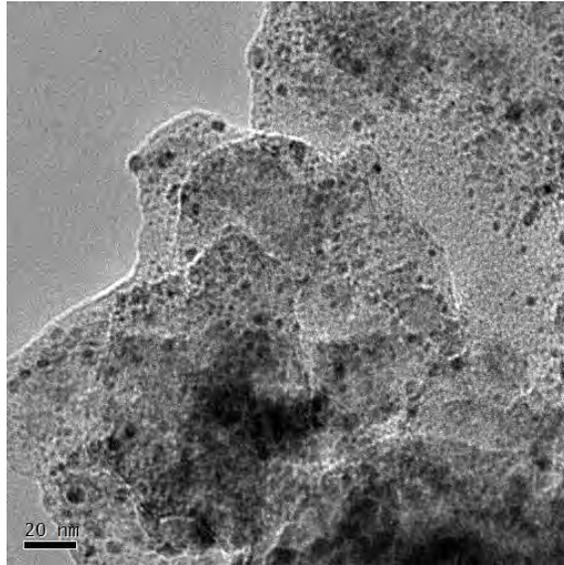
Figura 3-63: Imágenes TEM de campo claro. A) Varios precipitados de borde de grano, maclas y cintas de martensita, B) magnificación zona 1 de A, C) magnificación zona 2 de A y D) magnificación zona 3 de A.



En la Figura 3-65A se muestra una imagen TEM de campo claro donde se observa un gran número de precipitados de borde de grano. Nuevamente, se evidencia que la morfología de estos precipitados es esferoidal. El tamaño del diámetro de estos precipitados se encuentra en el rango de 3 - 10 nm. A pesar del tamaño de estos precipitados de borde de grano, en la Figuras 3-65B y 3-65C se pueden observar el análisis EDX y su respectiva cuantificación de elementos utilizados para identificar la

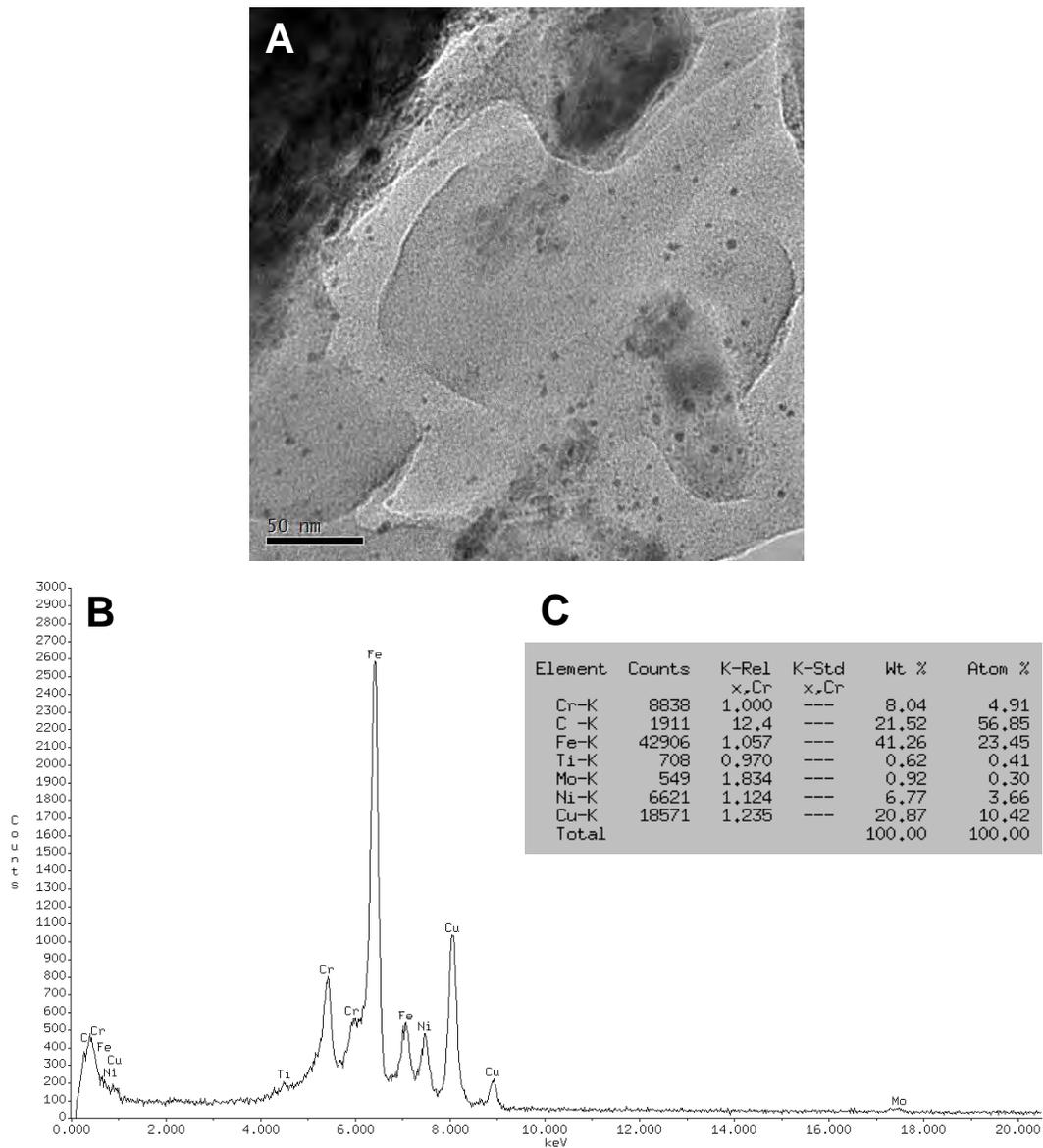
posible composición química de los mismos. De acuerdo a estos datos, estos precipitados de borde de grano pueden ser de la forma $(M_1, M_2)(C, N)$ o $M(C, N)$ donde los metales M_1 y M_2 son los elementos microaleantes presentes Ti, Ni, Cu y Mo; pero además pueden existir precipitados de la forma $M_{23}C_6$, M_3C , MC o M_7C_3 . Igual que las discusiones presentadas anteriormente, estos resultados son coherentes con los datos de composición química de este proveedor (ver Tabla 2-3).

Figura 3-64: Imagen TEM de campo claro con muchos precipitados de borde de grano.



A partir de los análisis de TEM realizados en este proveedor se debe destacar que la morfología de los precipitados de borde de grano no presenta la capa que los recubre, a diferencia de lo que se encontró en las probetas del proveedor de China sometidas a estas condiciones de tratamiento térmico. El número de precipitados de borde de grano observados es mayor y su tamaño es menor, con relación a los resultados que se encontraron en las probetas de los proveedores de Colombia y China respectivamente sometidas a estas condiciones de tratamiento térmico. De acuerdo a las características morfológicas de estos precipitados y a la composición química de este proveedor, las fases presentes en el estado de precipitación para estas condiciones de tratamiento térmico probablemente son $(M_1, M_2)(C, N)$ o $M(C, N)$ o $M_{23}C_6$, M_3C , MC o M_7C_3 . Se debe aclarar que debido al tamaño de estos precipitados no fue posible obtener un análisis EDX y/o un patrón de difracción que permitiera identificarlos de manera exacta.

Figura 3-65: A) Imagen TEM de campo claro de muchos precipitados de borde de grano, B) Análisis EDX y C) cuantificación de elementos.



Con respecto a los resultados del análisis TEM realizado a las probetas de acero 5160H del proveedor Corea austenizadas a 1000°C durante 30 minutos y templadas en aceite, se pueden mencionar algunas conclusiones:

- Después de realizar muchos análisis TEM con múltiples probetas, para estas condiciones del tratamiento térmico de temple el número de precipitados de borde de grano encontrados fue considerable.

- El tamaño de los precipitados de borde de grano observados en las probetas de este proveedor es menor ya que sus dimensiones se encontraban en el rango de decenas de nanómetros sin superar los 30 nm y la mayoría de la población sin superar los 10 nm. Esto es diámetros menores a 30 nm.
- Los precipitados de borde de grano observados en estas probetas presentaron solo morfología esferoidal y sin capas que los rodearan.
- Se obtuvieron resultados que indican que posiblemente los precipitados de borde de grano son de las formas $(M_1, M_2)(C, N)$ o $M(C, N)$ además la presencia de precipitados de las formas $M_{23}C_6$, M_3C , MC o M_7C_3 .

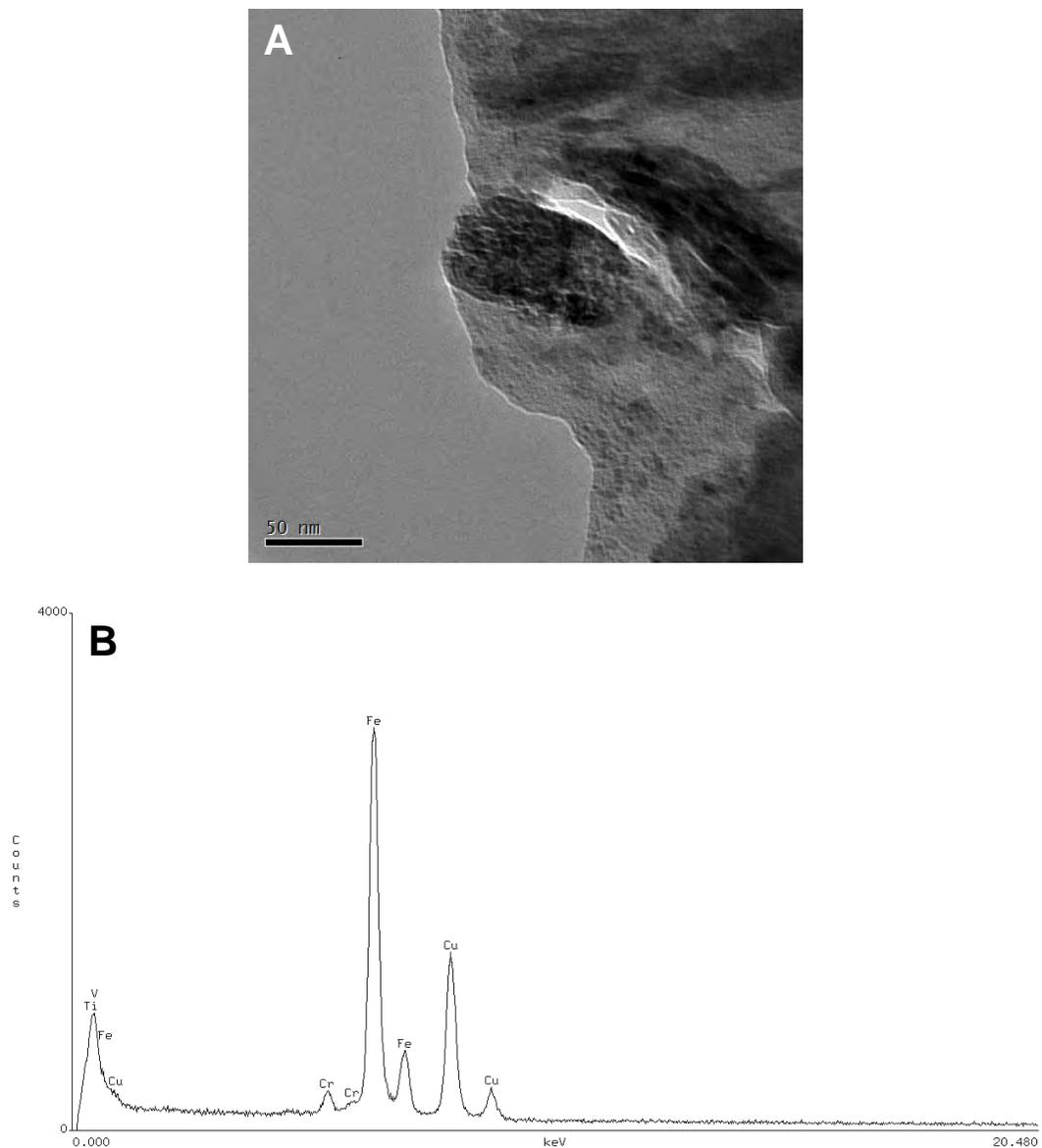
El estado de precipitación de este proveedor a estas condiciones de tratamiento térmico presenta algunas diferencias con respecto a los resultados obtenidos de los proveedores de Colombia y China. Con respecto al primero, la diferencia se presenta en la población de precipitados de borde de grano y con el segundo en sus dimensiones y morfología. Es probable que estas diferencias se deban principalmente a las distintas composiciones químicas de los tres proveedores. El mayor contenido de elementos microaleantes como Ni, Co, Mo, Cu y Ti que presenta el proveedor de Corea a diferencia del proveedor de Colombia, propicia la formación de precipitados complejos de la forma $(M_1, M_2)(C, N)$ o $M(C, N)$. Pero a diferencia del proveedor de China, este tipo de precipitados puede estar en menor proporción con respecto a los precipitados de borde de grano de las formas $M_{23}C_6$, M_3C , MC o M_7C_3 debido principalmente al mayor contenido de Nb que tiene el proveedor de China. Esto también podría explicar las diferencias entre las dimensiones de los precipitados de borde de grano entre los proveedores de China y Corea. Nuevamente y como se discutió en las secciones anteriores, los distintos estados de precipitación que presenta cada proveedor posiblemente son las causas de las diferencias en las propiedades mecánicas medidas en las probetas de los tres proveedores austenizadas a 1000°C durante 30 minutos.

- **Proveedor México. Austenización a 1000°C por 5 minutos**

Después de realizar múltiples análisis a varias probetas tratadas a esta condición, se observaron muchos precipitados de borde de grano con diferentes tamaños y probablemente composición química.

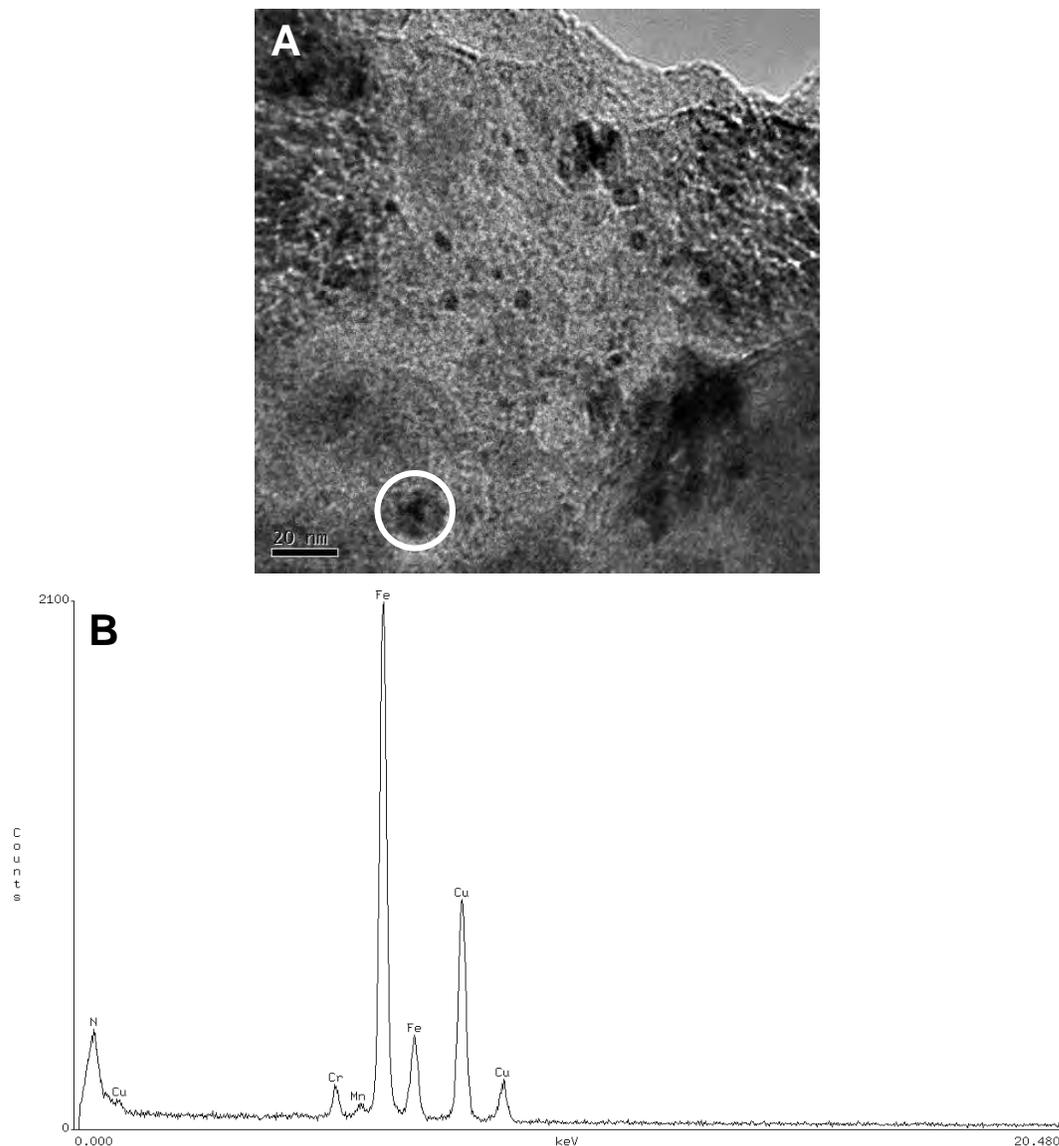
En la Figura 3-66A se presenta la imagen TEM de campo claro de un precipitado de borde de grano con morfología irregular. Las dimensiones de este precipitado son 95 nm x 55 nm aproximadamente. Este resultado se obtuvo en una única probeta y en una sola zona de la misma. En la Figura 3-66B se observa el análisis EDX donde se identifica que hay presencia de elementos microaleantes tales como Ti, V y Cu. Esta información es coherente con los resultados de la composición química de este proveedor de la Tabla 2-3. De acuerdo a esta información, este precipitado de borde de grano es un precipitado complejo de la forma $(M_1, M_2)(C, N)$ o $M(C, N)$ donde M, M_1 y M_2 pueden ser Ti y V.

Figura 3-66: A) Imagen TEM de un precipitado irregular y B) Análisis EDX.



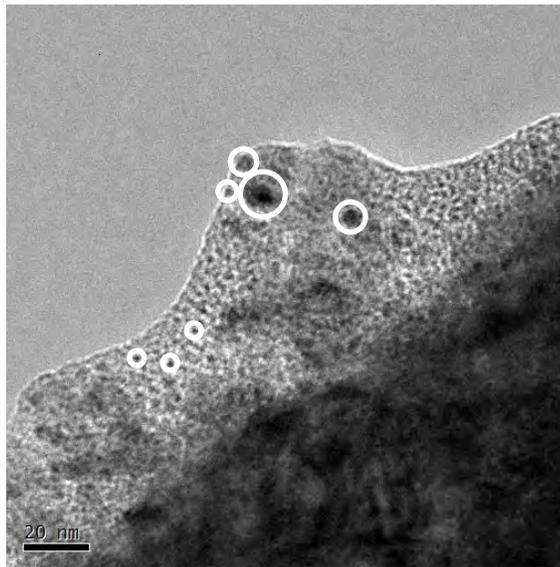
En la Figura 3-67A se presenta una imagen TEM de campo claro de varios precipitados de borde de grano con diferentes morfologías, principalmente esferoidal e irregular. El diámetro de estos precipitados está en el rango 4 - 18 nm. La mayoría de los precipitados tiene un diámetro en el rango de 4 - 8 nm y solo uno tiene diámetro de 18 nm, señalado por el círculo en la imagen. En la Figura 3-67B se observa el análisis EDX. Debido al tamaño de estos precipitados, la composición elemental de cada precipitado no se pudo adquirir. Se evidencia la presencia de N, que podría estar combinado con los elementos microaleantes en precipitados de la forma $(M_1, M_2)(C, N)$ o $M(C, N)$.

Figura 3-67: A) Imagen TEM de varios precipitados y B) análisis EDX.



La Figura 3-68 es una imagen TEM de campo claro donde se observa un número considerable de precipitados de borde de grano con tamaños entre 2 - 12 nm. La mayoría tiene morfología esférica. Al igual que antes, debido al tamaño de estos precipitados su composición elemental no se pudo adquirir. De acuerdo a los análisis realizados anteriormente y por la morfología de estos precipitados, estos podrían ser de las formas $M(C,N)$, $(M_1,M_2)(C,N)$, $M_{23}C_6$, M_3C , MC o M_7C_3 .

Figura 3-68: Imagen TEM de campo claro de varios precipitados de borde de grano.

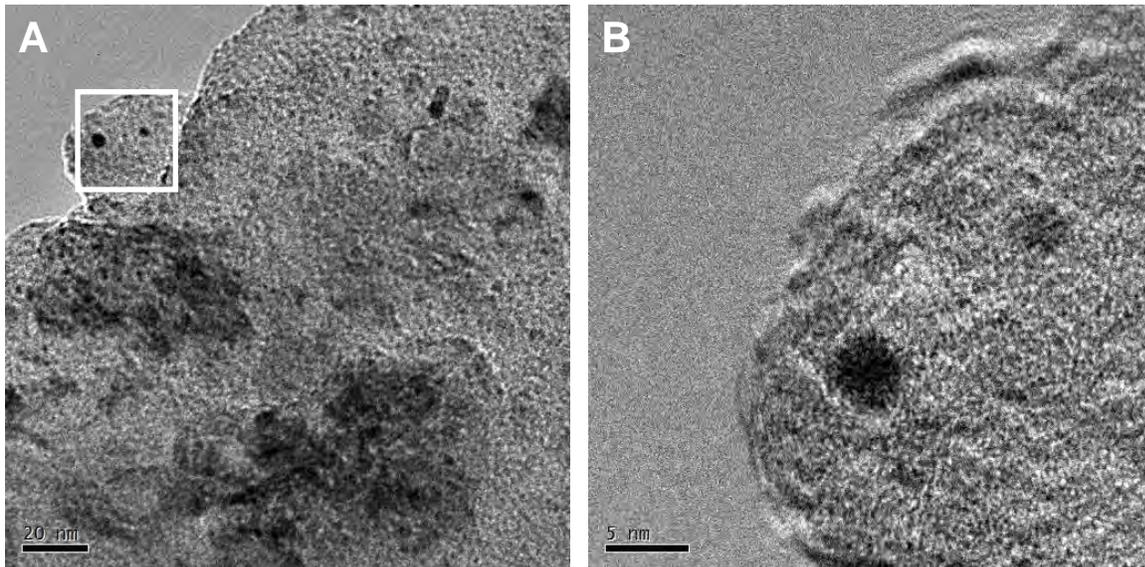


La Figura 3-69A es una imagen de campo claro de varios precipitados de borde de grano con diámetro en el rango entre 2 - 7 nm. La Figura 3-69B es una imagen TEM magnificada de la zona del recuadro de la Figura 3-69A, donde se observan dos precipitados de borde de grano. Los diámetros de estos precipitados son de 4 y 6 nm aproximadamente. Debido al tamaño de estos precipitados su composición elemental no se pudo adquirir, pero de acuerdo a los análisis presentados anteriormente deben ser de las formas $M(C,N)$, $(M_1,M_2)(C,N)$, $M_{23}C_6$, M_3C , MC o M_7C_3 .

Con respecto a los resultados del análisis TEM realizado a las probetas de acero 5160H del proveedor México austenizadas a 1000°C durante 5 minutos y templadas en aceite, se pueden mencionar las siguientes conclusiones:

- Después de realizar muchos análisis TEM con múltiples probetas, para estas condiciones del tratamiento térmico de temple el número de precipitados de borde de grano fue considerable.
- El tamaño de los precipitados de borde de grano en estas probetas es menor con relación a los resultados de anteriores, ya que sus dimensiones se encontraban en el rango de decenas de nanómetros sin superar los 20 nm y la mayoría de la población no supera los 10 nm.
- Los precipitados de borde de grano en estas probetas exhibieron solo morfología esferoidal e irregular y sin la presencia de capas que los rodearan.
- Los análisis realizados indican que posiblemente los precipitados de borde de grano son de las formas $(M_1, M_2)(C, N)$ o $M(C, N)$, $M_{23}C_6$, M_3C , MC o M_7C_3 .

Figura 3-69: A) Imagen TEM de varios precipitados de borde de grano y B) magnificación de la zona del recuadro de A.

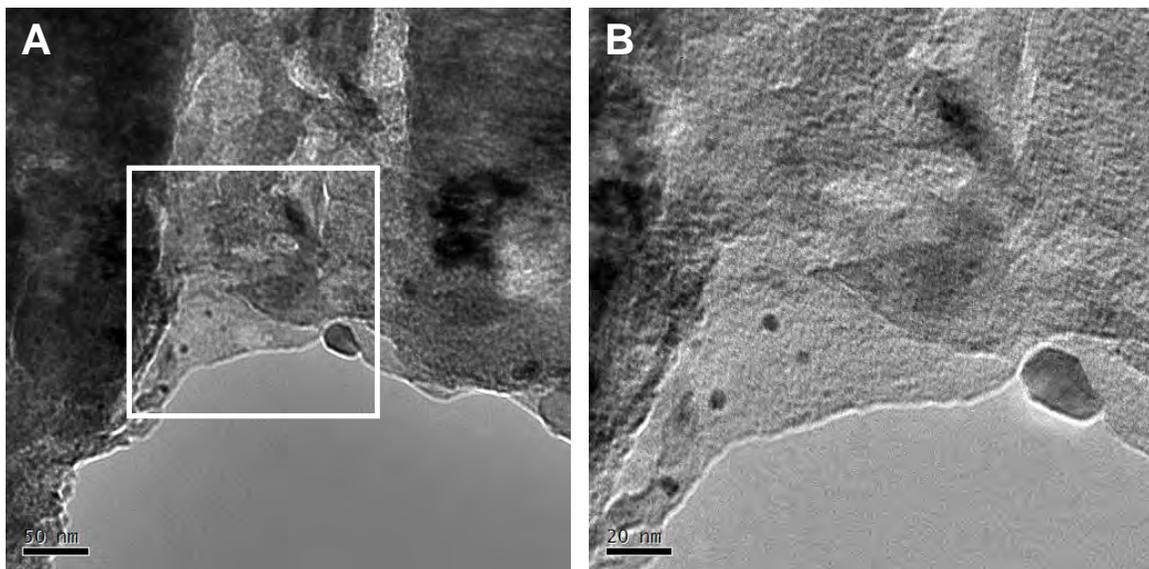


▪ **Proveedor México. Austenización a 1000°C por 30 minutos**

La Figura 3-70A es una imagen de campo claro donde se muestran algunos precipitados de borde de grano con diferente morfología principalmente esferoidal e irregular. El diámetro de estos precipitados está en el rango de 3 - 30 nm. Como se observa en la Figura 3-70B; la cual es una magnificación del recuadro de la Figura 3-70A, casi todos los precipitados tienen su diámetro menor de 8 nm y solo hay uno con su diámetro de 30

nm. Este resultado se obtuvo en una única probeta y en una sola zona de la misma. En las probetas sometidas a estas condiciones de tratamiento térmico se encontró una población relativamente menor de precipitados con respecto a los resultados obtenidos en las probetas austenizadas con esta misma temperatura durante 5 minutos. Debido al escaso número y al pequeño tamaño de los precipitados de borde de grano, no fue posible adquirir la composición elemental de los mismos. Sin embargo, de acuerdo a los análisis presentados en la sección anterior probablemente son de las formas $M(C,N)$ o $(M_1,M_2)(C,N)$, $M_{23}C_6$, M_3C , MC o M_7C_3 .

Figura 3-70: A) Imagen TEM de campo claro de precipitados de borde de grano y B) magnificación del recuadro de A.



Con respecto a los resultados del análisis TEM realizado a las probetas de acero 5160H del proveedor México austenizadas a 1000°C durante 30 minutos y templadas en aceite, se pueden mencionar las mismas conclusiones de la sección anterior con las diferencias de encontrar un número menor de precipitados de borde de grano y que las dimensiones de estos estaban en el rango de pocos nanómetros sin superar los 10 nm a excepción del resultado ya mencionado.

Las diferencias en el estado de precipitación que presenta el proveedor de México con respecto a los proveedores de Corea y China, se deben al bajo contenido de Co que tiene esta aleación. Con respecto al proveedor de Colombia, la diferencia se debe al

contenido de elementos microaleantes Ni, Co, V, Mo, Cu y Ti. Estos elementos contribuyen a la formación de precipitados de borde de grano durante la austenización de 1000°C durante 30 minutos. Los precipitados que se forman pueden ser complejos o de las formas $M_{23}C_6$, M_3C , MC o M_7C_3 . La discusión sobre las diferencias en las propiedades mecánicas para los cuatro proveedores son las mismas que se utilizaron anteriormente.

3.6 Resumen de los resultados y discusión

El resumen del análisis por medio de la técnica TEM para el estado de precipitación de las probetas austenizadas a 1000°C durante 30 minutos templadas en aceite para los cuatro proveedores se presenta en la Tabla 3-12. Las imágenes que se observan en esta tabla son imágenes TEM de campo claro con la misma magnificación, lo que permite identificar las diferencias fácilmente.

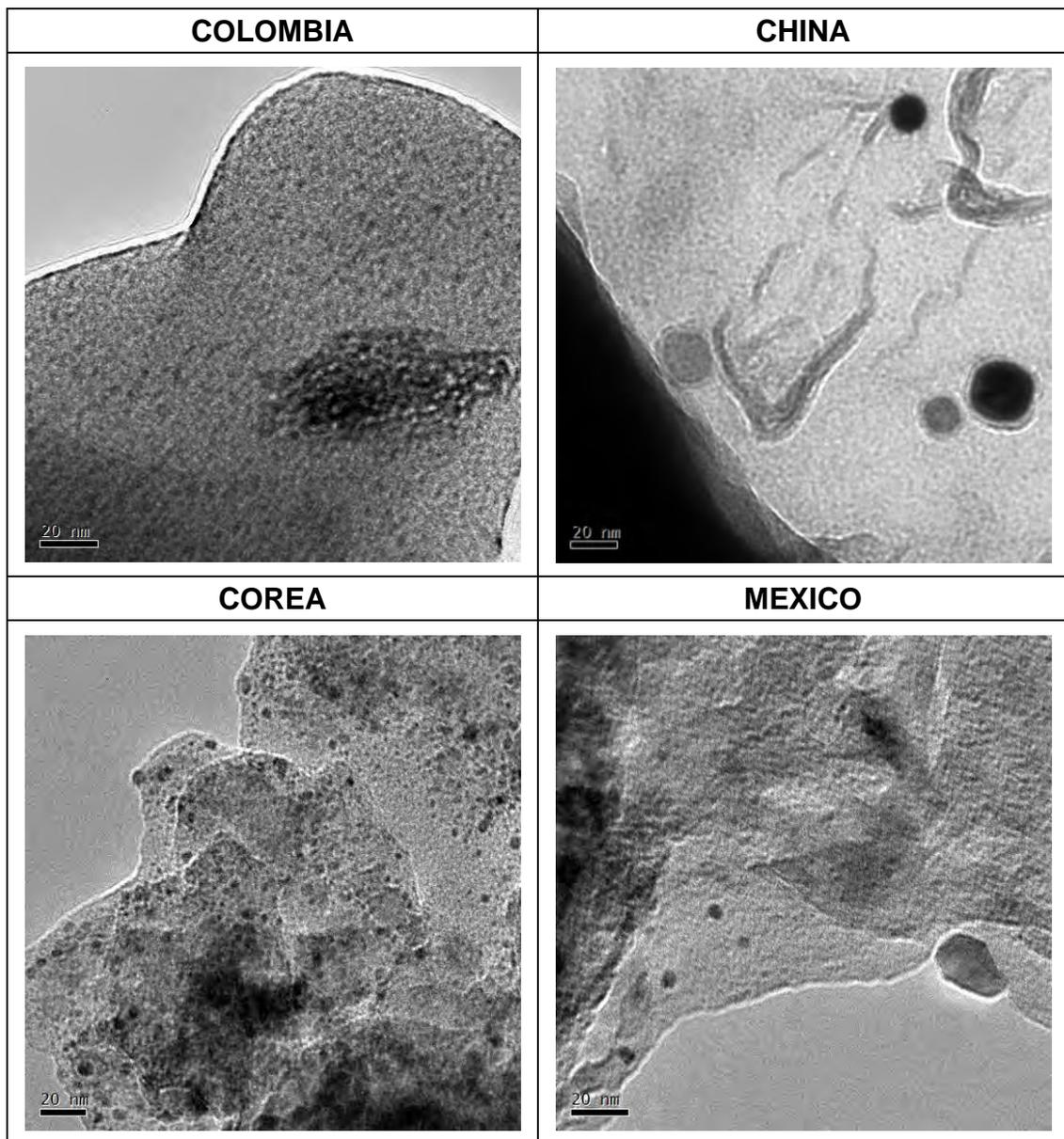
De este análisis se destacan los resultados:

- En el proveedor de Colombia no se observan precipitados de borde de grano.
- En el proveedor de China se observan muchos precipitados de borde de grano de dimensiones <100 nm con la presencia de la capa que recubre el núcleo. Formación de precipitados complejos.
- En el proveedor de Corea se observan muchos precipitados de borde de grano, de los cuales pocos tienen dimensiones <30 nm y muchos tienen dimensiones <10 nm, sin la presencia de la capa que recubre el núcleo. Formación de precipitados complejos.
- En el proveedor de México se observan muchos precipitados de borde de grano de dimensiones <10 nm, sin la presencia de la capa que recubre el núcleo. Formación de precipitados complejos.

Las diferencias causadas por la composición química son más notorias en el proveedor de Colombia, debido a que esta aleación no contiene elementos microaleantes, presenta el mayor contenido de Al y un bajo contenido de Cu, condiciones que facilitan la formación de precipitados de borde de grano de fases que se disuelven cuando se realiza la austenización a 1000°C. Los otros tres proveedores contienen elementos

microaleantes; tales como Ti, Nb, V, lo que junto con su mayor contenido de Cr y elementos residuales como Ni, Co, Cu y Mo propician la formación de precipitados de borde de grano complejos o carburos, algunos de los cuales comienzan a precipitarse desde 930°C y se mantienen a temperaturas de austenización incluso por encima de 1100°C.

Tabla 3-12: Estado de precipitación de las probetas de acero 5160H templadas. Temperatura de austenización 1000°C durante 30 minutos.



En la Tabla 3-13 se presenta el resumen de los resultados del análisis acerca del efecto de las condiciones del tratamiento térmico de temple sobre la evolución de los precipitados de borde de grano y su relación con las propiedades mecánicas en el acero 5160H en estado de temple. De manera sencilla se puede observar como las condiciones del tratamiento térmico de temple modifican el estado de precipitación y las propiedades mecánicas; principalmente la tenacidad y el esfuerzo máximo, indicando una clara relación entre los tres aspectos: condiciones del tratamiento térmico, precipitados de borde de grano y propiedades mecánicas. La Figura 3-71 tiene el propósito de ayudar a visualizar este efecto en el proveedor de Colombia. Allí se observa una gráfica de la tenacidad como función de la temperatura de austenización para probetas austenizadas a cada temperatura durante 30 minutos y templadas en aceite. Además se incluyen dos fractografías y dos imágenes TEM de campo claro del estado de precipitación.

Figura 3-71: Tenacidad, fractografías y estados de precipitación como función de la temperatura de austenización. Tiempo de sostenimiento 30 minutos y temple en aceite.

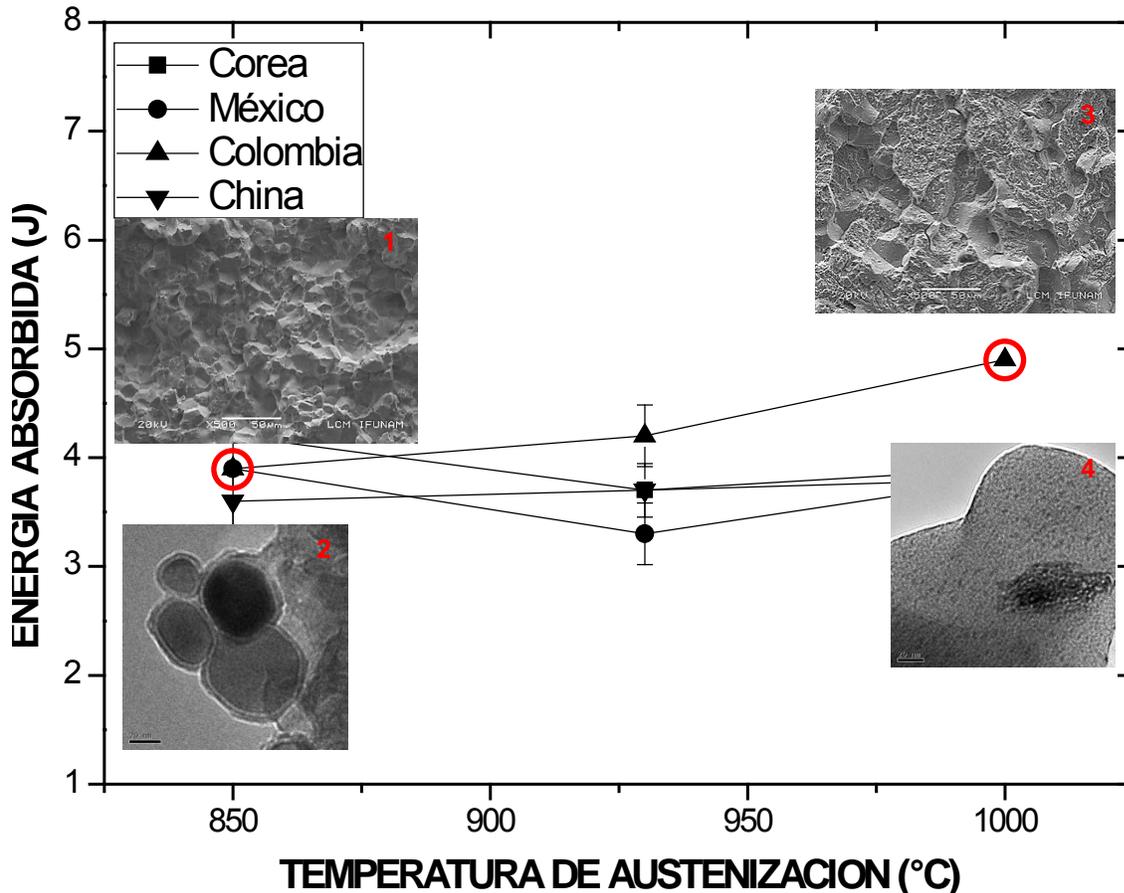


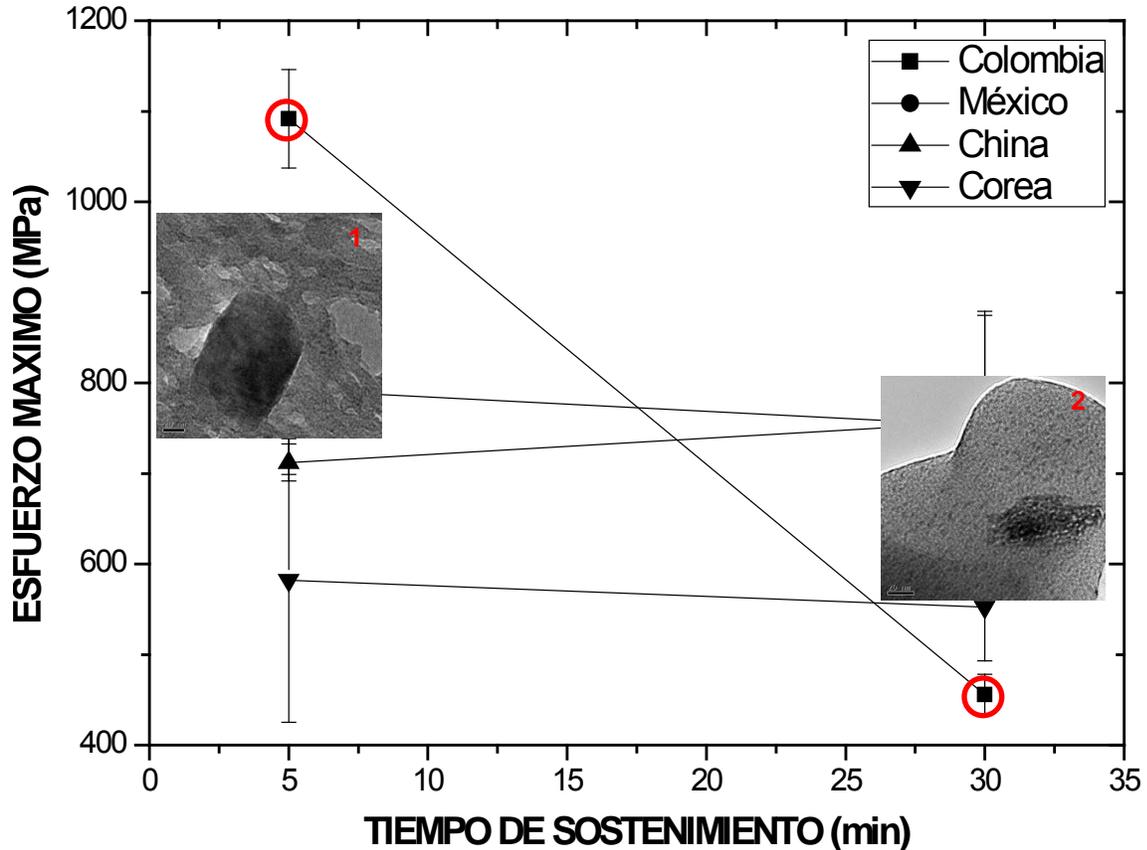
Tabla 3-13: Resumen de los resultados experimentales obtenidos.

PROVEEDOR	CARACTERÍSTICA	850°C 5 min	1000°C 5 min	1000°C 30 min
COLOMBIA	DUREZA	61 - 65 HRC	→ 61 - 65 HRC	→ 61 - 65 HRC
	TENACIDAD	3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)	→ 3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)	↑ 4.9 joules (fract. dúctil)
	ESFUERZO MÁXIMO	1100 - 1200 MPa	↓ 1100 - 1000 MPa	↓ 450 MPa
	Fases	Fe ₃ C, AlFe ₃ , FeSi, Al _x Fe _y , Fe _x Si _y , M ₂₃ C ₆ , M ₇ C ₃ , MC o M ₃ C	Al ₄ C ₃ , Al _x Fe _y , Fe ₃ AlC, FeAlC, M ₂₃ C ₆ , MC, M ₃ C M ₇ C ₃ o MC	↓ No se observaron
	Dimensiones	30 - 100 nm	→ 30 - 100 nm	
	Población	Muchos	↓ Pocos	
	Morfología	Esféroides, cuboides, hexagonales, irregulares y presencia de capa	Cuboides, esféroides, irregulares y sin capa	
	DUREZA	61 - 65 HRC	→ 61 - 65 HRC	→ 61 - 65 HRC
	TENACIDAD	3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)	→ 3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)	→ 3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)
	ESFUERZO MÁXIMO	-----	500 - 800 MPa	→ 500 - 800 MPa
CHINA	Fases	-----	-----	M(C,N), (M ₁ ,M ₂)(C,N), M ₂₃ C ₆ , MC, M ₃ C M ₇ C ₃ o MC
	Dimensiones			< 100 nm
	Población			Muchos
	Morfología			Cuboides, esféroides, irregulares y con capa
	DUREZA	61 - 65 HRC	→ 61 - 65 HRC	→ 61 - 65 HRC
	TENACIDAD	3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)	→ 3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)	→ 3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)
COREA	ESFUERZO MÁXIMO	-----	500 - 800 MPa	→ 500 - 800 MPa
	Fases	-----	-----	M(C,N), (M ₁ ,M ₂)(C,N), M ₂₃ C ₆ , MC, M ₃ C M ₇ C ₃ o MC
	Dimensiones			< 30 nm
	Población			Muchos
	Morfología			Cuboides, esféroides, irregulares y sin capa
	DUREZA	61 - 65 HRC	→ 61 - 65 HRC	→ 61 - 65 HRC
	TENACIDAD	3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)	→ 3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)	→ 3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)
	ESFUERZO MÁXIMO	1100 - 1200 MPa	↓ 500 - 800 MPa	→ 500 - 800 MPa
	Fases	-----	M(C,N), (M ₁ ,M ₂)(C,N), M ₂₃ C ₆ , MC, M ₃ C M ₇ C ₃ o MC	M(C,N), (M ₁ ,M ₂)(C,N), M ₂₃ C ₆ , MC, M ₃ C M ₇ C ₃ o MC
	Dimensiones			< 20 nm
MÉXICO	Población			Muchos
	Morfología			Cuboides, esféroides, irregulares y sin capa
	DUREZA	61 - 65 HRC	→ 61 - 65 HRC	→ 61 - 65 HRC
	TENACIDAD	3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)	→ 3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)	→ 3.3 - 4.2 joules (fract. frágil)
	ESFUERZO MÁXIMO	1100 - 1200 MPa	↓ 500 - 800 MPa	→ 500 - 800 MPa
	Fases	-----	M(C,N), (M ₁ ,M ₂)(C,N), M ₂₃ C ₆ , MC, M ₃ C M ₇ C ₃ o MC	M(C,N), (M ₁ ,M ₂)(C,N), M ₂₃ C ₆ , MC, M ₃ C M ₇ C ₃ o MC

Los recuadros 1 y 2 de la Figura 3-71 son respectivamente la fractografía y la imagen TEM de campo claro obtenidas de las probetas del proveedor de Colombia austenizadas a 850°C. Los recuadros 3 y 4 de la Figura 3-71 tienen la misma relación pero pertenecen a las probetas austenizadas a 1000°C. Esta gráfica permite identificar que cuando se incrementa la temperatura de austenización de 850°C a 1000°C, el estado de estado de precipitación cambia desde un número significativo de precipitados de borde de grano (recuadro 1) hasta ningún precipitado de borde de grano (recuadro 2). De la misma manera, se evidencia que el cambio en el estado de precipitación conlleva a un incremento en la tenacidad pasando de fractura frágil (recuadro 3) a fractura dúctil (recuadro 4).

La Figura 3-72 presenta la relación entre los estados de precipitación y el esfuerzo máximo como función del tiempo de sostenimiento en el proveedor de Colombia.

Figura 3-72: Esfuerzo máximo y estados de precipitación como función del tiempo de sostenimiento. Temperatura de austenización 1000°C y temple en aceite.



En la anterior figura se observa la gráfica del esfuerzo máximo como función del tiempo de sostenimiento para las probetas austenizadas a 1000°C y templadas en aceite. Los recuadros 1 y 2 de la Figura 3-72 son respectivamente las imágenes TEM de campo claro obtenidas de las probetas del proveedor de Colombia austenizadas durante 5 minutos y 30 minutos. Cuando se incrementa el tiempo de sostenimiento el estado de precipitación pasa de presentar alguna población de precipitados de borde grano (recuadro1) a no presentar ningún precipitado (recuadro 2). En este mismo sentido la resistencia mecánica se ve disminuida como consecuencia del cambio en el estado de precipitación, lo que además concuerda con los resultados obtenidos en la tenacidad.

Finalmente, se demuestra que este trabajo aporta información para establecer cualitativamente la relación entre la composición química, la temperatura de austenización y el tiempo de sostenimiento sobre la evolución de los carburos y precipitados de borde de grano del acero 5160H. Esto se logra a partir de las evidencias experimentales que además permiten ampliar la comprensión del fenómeno de fragilización por temple.

4. Conclusiones

A continuación se enuncian las conclusiones más importantes de este trabajo de investigación acerca de la influencia del tratamiento térmico sobre la evolución de los carburos y los precipitados de borde de grano en el acero 5160H y su relación con el fenómeno de fragilización.

- Experimentalmente se comprobó el efecto del fenómeno de fragilización por temple sobre la tenacidad del acero 5160H en estado de temple.
- La composición química, la temperatura de austenización y el tiempo de sostenimiento modificaron las propiedades mecánicas de tenacidad y esfuerzo máximo.
- Se logró describir cualitativamente la influencia de las condiciones del tratamiento térmico de temple sobre la evolución de los precipitados de borde de grano y el fenómeno de fragilización por temple.
- Las diferentes condiciones del tratamiento térmico de temple no tuvieron una influencia significativa sobre las propiedades de dureza, tenacidad y resistencia a la tensión obtenidas en las probetas de acero 5160H en estado de temple austenizadas entre 850°C y 930°C.
- Para la temperatura de austenización a 1000°C se encontraron diferencias en la tenacidad y la resistencia a la tensión de las probetas en estado de temple entre los cuatro proveedores.
- Las diferencias en el estado de precipitación para las probetas austenizadas a 1000°C durante 30 minutos propiciadas por la composición química, le otorgaron las mejores propiedades mecánicas a las probetas en estado de temple y revenido pertenecientes a la muestra del proveedor de Colombia.
- Con el incremento de la temperatura de austenización y el tiempo de sostenimiento se disminuye la cantidad de precipitados de borde de grano.

- Cuando el contenido de elementos microaleantes es significativamente mayor, el incremento de la temperatura de austenización propicia la presencia y/o el aumento de precipitados de borde de grano. Esto se debe a que la disolución de fases como la cementita aportan carbono que se utiliza para la formación de precipitados complejos de la forma $(M_1, M_2)(C, N)$ o $M(C, N)$.
- El tamaño de los precipitados de borde de grano disminuye cuando se incrementa la temperatura de austenización y el tiempo de sostenimiento.
- Incrementando la temperatura de austenización, el tiempo de sostenimiento y garantizando un contenido bajo de elementos de impurezas y microaleantes se pueden disolver las fases que se precipitan en los bordes de grano y los fragilizan.

A. Anexo: Resultados académicos

A continuación se presentan algunos de los resultados académicos que se obtuvieron con el desarrollo de este trabajo de investigación.

A.1 Publicaciones

- Influencia de las condiciones del tratamiento térmico sobre las propiedades mecánicas del acero 5160H, *W. Perez, J.J. Olaya, J. Arenas*. Revista Técnica de Ingeniería (RTI) (sometido en junio de 2012).
- Modelo termoestructural del proceso de temple de acero 5160H, *Willfrand Pérez, Jhon Jairo Olaya, Ana M. Dueñas Pérez, J. Sergio Téllez-Martínez, Bernardo Hernández-Morales*. Revista Científica Ingeniería y Desarrollo (sometido en enero de 2013)
- Estudio de los precipitados de borde de grano durante el proceso de temple del acero 5160H, *W. Perez, J.J. Olaya, J. Arenas*. Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales (RLMM) (sometido en enero 2013)
- Mechanical properties, grain boundaries precipitates and quench embrittlement in 5160H steel, *W. Perez, J.J. Olaya, J. Arenas, Bernardo Hernández-Morales*. Acta Materialia (en elaboración).
- Efecto del medio de enfriamiento sobre los precipitados de borde de grano y las propiedades mecánicas del acero 5160H, *W. Perez, J.J. Olaya, Bernardo Hernández-Morales* Por definir Journal (en elaboración).

A.2 Congresos

- Influencia de las condiciones del tratamiento térmico sobre la microestructura y la dureza en el acero 5160H, *J. J. Olaya, C. Angarita, H. Roncancio, W. Pérez*. III LATINOMETALURGIA 2009, Cusco, Perú, 13 – 17 de Octubre de 2009.

- Modelación Matemática de la Respuesta Térmica y Microestructural Durante el Temple del Acero 5160H, *Hernández Morales, J. S. Téllez Martínez, W. Pérez, J. J. Olaya y A.M. Dueñas Pérez*. 9º CONGRESO INTERNACIONAL DE METALURGIA Y MATERIALES SAM/CONAMET 2009, Buenos Aires, Argentina, 19 – 23 de Octubre de 2009.

A.3 Trabajos de pregrado

- Análisis de la microestructura del acero AISI 5160H templado utilizando microscopía electrónica de transmisión – TEM, *J. C. Hernández*, Universidad Nacional de Colombia, 2008.
- Evaluación de la microestructura del acero AISI 5160H utilizando microscopía electrónica de transmisión, *H. C. Roballo*, Universidad Nacional de Colombia, 2008.
- Análisis de la microestructura del acero 5160 templado y revenido, *C. Angarita*, Universidad Nacional de Colombia, 2009.
- Evaluación de temple en agua para el acero AISI 5160H, *H. F. Roncancio*, Universidad Nacional de Colombia, 2009.
- Análisis térmico de curvas de enfriamiento durante tratamientos térmicos, *E. Z. Alcocer y J. C. Contreras*, Universidad Nacional Autónoma de México, 2010.
- Efecto del medio de temple sobre el comportamiento en ensayos de impacto de un acero AISI 5160, *L. K. Cabrera y R. Cruces*, Universidad Nacional Autónoma de México, 2010.

Bibliografía

- [1] C. L. Briant, S. K. Banerji, Treatise on Materials Science and Technology, 1983, eds. Academic Press, NY, pp. 21-58.
- [2] C. L. Briant, S. K. Banerji, International Metals Review, Review 232, No. 4, 1978, pp. 164-199.
- [3] C. J. McMahon, Jr., Materials Characterization, No. 26, 1991, pp. 269-287.
- [4] C. L. Briant, H. J. Grabke, Materials Science Forum, Vol. 46, 1989, pp. 253-276.
- [5] T. Watanabe, Materials Science Forum, Vol. 46, 1989, pp. 25-48.
- [6] C. J. McMahon Jr., ASTM STP 407, ASTM, 1968, pp. 127-167.
- [7] B. C. Woodfine, JISI, Vol. 195, 1953, pp. 240-255.
- [8] K. Balajiva, R. M. Cook, D. K. Worn, Nature, Vol. 178, p. 43.
- [9] W. Steven K. Balajiva, JISI, Vol. 193, 1959, pp. 141-147.
- [10] J. R. Low, Jr., D. F. Stein, A. M. Turkalo, R. P. Laforce, Trans. of the Met. Soc. of AIME, Vol. 242, Jan. 1968, pp. 14-24.
- [11] R. A. Mulford, C. J. McMahon Jr., D. P. Pope, H. C. Feng, Metallurgical Transactions A, Vol. 7A, 1976, pp. 1183-1195.

- [12] J. E. King, J. F. Knott, *Metal Science*, 1981, pp. 1-6.
- [13] J. R. Rellick, C. J. McMahon, Jr., *Metallurgical Transactions A*, Vol. 5, 1974, pp. 2439-2450.
- [14] M. Militzer, J. Wieting, *Acta Metallurgica*, Vol. 37, 1989, pp. 2585-2593.
- [15] J. F. Smith, J. H. Reynolds, H. N. Southworth, *Acta Metallurgica*, Vol. 28, 1980, pp. 1555-1564.
- [16] S. Bruemmer, R. Viswanathan, *Proceedings of the Robert I. Jaffee Memorial Symposium on Clean Materials Technology, ASM Materials Week, Chicago Illinois, 1992*, pp. 91-99.
- [17] R. Viswanathan, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 2, 1971, pp. 809-815.
- [18] Y. Jingsheng, Y. Zongsen, W. Chengjian, *Journal of Metals*, 1988, pp. 26-31.
- [19] C. L. Briant, S. K Banerji, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 10A, 1979, pp. 123-126.
- [20] J. P. Materkowski, G. Krauss, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 10A, 1979, pp. 1643-1651.
- [21] D. Lescano, R. Mancini, C. Lanzilloto, *Journal of Mat. Sci.*, 1995, pp. 1241-1242.
- [22] F. Zea-Ebrahimi, G. Krauss, *Acta Metallurgica*, Vol. 23, 1984, pp. 1767-1777.
- [23] J. L. Kringler, W. J. Barnett, R. P. Frohberg, A. R. Troiano, *Trans. ASM*, 46, 1954, p. 557.
- [24] B. R. Banerjee, *JISI*, 1965, p. 166.

- [25] J. M. Campus, G. Mayer, JISI, Vol. 189, 1958, p. 225.
- [26] J. M. Campus, G. Mayer, JISI, Vol. 201, 1963, p. 53-54.
- [27] R. M. Horn, R. O. Ritchie, Metallurgical Transactions A, Vol. 9A, 1978, pp. 1039-1053.
- [28] M. Sarikaya, A. K. Jhingan, G. Thomas, Metallurgical Transactions A, Vol. 14A, 1983, pp. 1121-1133.
- [29] G. Thomas, Metallurgical Transactions A, Vol. 9A, 1978, pp. 439-450.
- [30] J. A. Peters, J. V. Bee, B. Kolk, G. G. Garrett, Acta Metallurgica, Vol. 37, 1989, pp. 675-686.
- [31] H. K. D. H Bhadeshia, D. V. Edmonds, Metal. Science, Vol. 13, 1979, p. 325.
- [32] R. S. Hyde, Ph. D Thesis, Colorado School of Mines, 1994, p. 36.
- [33] G. Krauss, ISIJ International, Vol. 35, No. 4, 1995, pp. 349-359.
- [34] D. K. Matlock, G. Krauss, The 117th Meeting of JIM, 1995.
- [35] H. K. Obermeyer, G. Krauss, J. Heat Treating, Vol. 1, 1980, pp. 31-39.
- [36] T. Ando, G. Krauss, Met. Trans. A, Vol. 12A, 1981, pp. 1283-1290.
- [37] T. Ando, MS. Thesis, Colorado School of Mines, 1979.
- [38] E. D. Hondrons, M. P. Seah, International Metals Review, Reviwe 222, 1977, pp. 262-301.
- [39] D. McLean, Grain Boundary in Metals, Clarendon Press, Oxford, 1957, pp. 116-149.

- [40] E. D. Hondrons, M. P. Seah, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 8A, 1977, pp. 1363-1371.
- [41] M. Guttman, Ph. Duloulin, M. Wayman, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 13A, 1982, pp. 1693-1711.
- [42] W. Yu-Qing, C. J. McMahon, Jr., *Materials Science and Technology*, Vol. 3, 1987, pp. 207-216.
- [43] M. Paju, H. J. Grabke, *Materials Science and Technology*, Vol. 5, 1989, pp. 148-154.
- [44] H. Erhart, H. J. Grabke, *Metal Science*, Vol. 15, 1981, pp. 401-408.
- [45] C. L. Briant, *Scripta Metallurgica*, Vol. 15, 1981, pp. 1013-1018.
- [46] J. R. Rellick, C. J. McMahon, Jr., *Metallurgical Transactions A*, Vol. 5A, 1974, pp. 2439-2450.
- [47] M. Militzer, J. Wieting, *Acta Metallurgica*, Vol. 10, 1989, pp. 2585-2593.
- [48] M. Militzer, J. Wieting, *Scripta Metallurgica et Materialia*, Vol. 28, 1993, pp. 1043-1046.
- [49] M. Militzer, J. Wieting, *Acta Metallurgica*, Vol. 34, 1986, pp. 1229-1236.
- [50] P. Lejcek, S. Hofman, *Journal of Materials Science Letters*, 1988, pp. 646-648.
- [51] C. L. Briant, *Materials Science and Technology*, Vol. 5, 1989, pp. 138-147.
- [52] C. L. Briant, N. Lewis, *Materials Science and Technology*, Vol. 2, 1986, pp. 34-41.

- [53] S. Shenhua, X. Tindong, *Journal of Material Science*, 1994, pp. 61-66.
- [54] P. Doig, P. E. J. Flewitt, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 18A, 1987, pp. 399-406.
- [55] S. Ahang, X. He, Y. Chu, T. Ko, *Journal of Materials Science*, Vol. 29, 1994, pp. 2663-2670.
- [56] M. B. Kasen, *Acta Metallurgica*, Vol. 31, 1983, pp. 489-497.
- [57] M. Menyhárd, L. Uray, *Scripta Metallurgica*, Vol. 17, 1983, pp. 1195-1198.
- [58] F. G. Wilson, T. Gladman, *International Metals Reviews*, Vol. 33, 1988, pp. 221-286.
- [59] J. A. Wright, A. G. Quarrell, *JISI*, 1962, pp. 299-307.
- [60] W. C. Leslie, R. L. Rickett, C. L. Dotson, C. S. Walton, *Trans. ASM*, No.46, 1954, pp. 1470-1497.
- [61] F. G. Wilson, T. Gladman, *International Metals Reviews*, Vol.33, 1988, pp. 221-286.
- [62] D. T. Llewellyn, W. T. Cook, *Metals Technology*, Dec. 1974, pp. 517-529.
- [63] W. F. Jandeska, J. E. Morral, *Metallurgical Transactions A*, Vol.3, 1972, pp. 2933-2937.
- [64] W. C. Leslie, *The Physical Metallurgy of Steels*, Techbooks, India, 1991.
- [65] F. B. Pickering, *Physical Metallurgy and Design of Steels*, Applied Science Publishers Ltd., London, England, 1978, p. 11.
- [66] T. Mega, J. Shimomura and E. Yasuhara, *Materials Transactions, JIM*, Vol. 36, 1995, pp. 1206-1213.

[67] C. M. Liu, T. Nagoya, K. Abiko, H. Kimura, Metallurgical Transactions A, Vol. 23A, 1992, pp. 263-269.

[68] E. Yasuhara, K. Sakata, T. Kato, O. Hashimoto, ISIJ International, Vol. 34, 1994, pp. 99-107.

[69] H. Takana, N. Kondo, K. Fujita, K. Shibata, ISIJ International, Vol. 30, No. 8, 1990, pp. 646-655.

[70] T. Inoue, Y. Namba, "The Effects of Phosphorus Segregation at Grain Boundaries and Boron Additions on the Impact Toughness of Medium Carbon Tempered Martensite Steels with 150 kgf/mm² Strength Level", Tetsu-to-Hagané, 77,12,1991, pp. 2155-2162.

[71] M. Hashimoto, Y. Ishida, R. Yamamoto, M. Doyama, Acta Metallurgica, Vol. 32, pp. 21-27.

[72] S. Suzuki, M. Obata, K. Abiko, H. Kimura, Scripta Metallurgica, Vol. 17, 1983, pp. 1325-1328.

[73] S. Suzuki, M. Obata, K. Abiko, H. Kimura, Transactions ISIJ, Vol. 25, 1985, pp. 62-68.

[74] H. Erhart, H. J. Grabke, Metal Science, Vol. 15, 1981, pp. 401-408.

[75] R. S. Hyde, G. Krauss, D. K. Matlock, Metallurgical Transactions A, Vol. 25A, 1994, pp. 1229-1240.

[76] B. Mintz, W. B. Morrison, A. Jones, Metals Technology, July 1979, pp. 252-260.

[77] F. S. Shen, G. Krauss, J. of Heat Treating, Vol. 2, 1982, pp. 238-249.

[78] B. Mintz, P. Campbell, Material Science and Technology, Vol. 5, 1989, pp. 155-161.

- [79] K. Abiko, C. M. Liu, "Role of Solute Atoms on Intergranular Fracture in High Purity Iron Alloys", in Robert I. Jaffee Memorial Symposium on Clean Materials Technology. ASM Materials Week, Chicago, IL, USA, 1992, pp. 9-16.
- [80] J. Q. Clayton, J. F. Knott, *Metal Science*, 1982, pp. 145-152.
- [81] G. Krauss, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 9A, 1978, pp.1527-1535.
- [82] V. Raghavan, *Phase Diagrams of Ternary Iron Alloys, Part 3, Ternary Systems Containing Iron and Phosphorus*, Indian Institute of Technology, New Delhi, India, 1988, pp. 33-44.
- [83] J. M. Campus, *JISI*, 1962, pp. 922-927.
- [84] H. I. Aaronson, "The Proeutectoid Ferrite and Proeutectoid Cementite Reactions", *Decomposition of Austenite by Diffusional Processes*, Ed. by V.F. Zackay and H.I. Aaronson, pp.387-542.
- [85] R. W. Heckel, H. W. Paxton, *Trans. of the Metallurgical Society of AIME*, Vol. 218, 1960, pp.799-806.
- [86] T. Ando, G. Krauss, *Acta Metallurgica*, Vol. 29, 1981, pp. 351-363.
- [87] T. Ando, G. Krauss, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 14A, 1983, pp. 1261-1269.
- [88] C. Zener, *Journal of Applied Physics*, Vol. 20, 1949, pp. 950-953.
- [89] J. V. Beck, B. Litkouhi and C. R. St. Clair Jr., *Numerical Heat Transfer*, 5, 1982, pp. 275 - 286.
- [90] L. Meekisho, B. Hernández-Morales, J.S. Téllez-Martínez, X. Chen, *Int. J. Materials and Product Technology*. (2005), Vol. 24, Nos. 1-4, pp.155-169.

- [91] M. X. Zhang, P. M. Kelly, *Scripta Materialia*, Vol. 37, 1997, pp. 2017-2049.
- [92] T. Furuhashi, T. Maki, *Journal of Materials Science*, Vol. 40, 2005, pp. 919-926.
- [93] X. Huang, N. H. Pryds, *Acta Materialia*, Vol. 48, 2000, pp. 4073–4082.
- [94] K. He, A. Brown, R. Brydson, D. V. Edmonds, *J. Mater. Sci.*, Vol. 41, 2006, pp. 5235-5241.
- [95] G. Ghosh, G. B. Olson, *Acta Materialia*, Vol. 50, 2002, pp. 2099-2119.
- [96] M. V. Kral, *Materials Characterization*, Vol. 45, 2000, pp. 105-110.
- [97] M. V. Kral, G. Spanos, *Acta Materialia*, Vol. 51, 2003, pp. 301-311.
- [98] E. Pippel, J. Woltersdorf, G. Pöckl, G. Lichtenegger, *Materials Characterization*, Vol. 43, 1999, pp. 41-55.
- [99] X. Li, A. Watson, R. Brydson, A. Jha, R. C. Cochrane, *Journal of Materials Science*, Vol. 35, 2000, pp. 1051-1064.
- [100] Madariaga, I. Gutierrez, H. K. D. H. Bhadeshia, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 32A, 2001, pp. 2187-2197.
- [101] C. P. Scott, D. Chaleix, P. Barges, V. Rebischung, *Scripta Materialia*, Vol. 47, 2002, pp. 845-849.
- [102] M. V. Kral, G. Spanos, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 36A, 2005, pp. 1199-1207.
- [103] M. MacKenzie, A. J. Craven, C. L. Collins, *Scripta Mater.*, Vol. 54, 2006, pp. 1-5.

- [104] Yoon-Uk Heo, Miyoung Kim, Hu-Chul Lee, *Acta Materialia*, Vol. 56, 2008, pp. 1306-1314.
- [105] N. E. Vives Díaz, S. S. Hosmani, R. E. Schacherl, E. J. Mittemeijer, *Acta Materialia* 56, 2008, pp. 4137-4149.
- [106] Y. Z. Shen, S. H. Kim, H. D. Cho, C. H. Han, W. S. Ryu, C. B. Lee, *Journal of Nuclear Materials* 378, 2008, pp. 153-158.
- [107] Manuel Gómez, Pilar Valles, Sebastián F. Medina, *Materials Science and Engineering A* 528, 2011, pp. 4761-4773.
- [108] S. Vervynckt, K. Verbeken, P. Thibaux, Y. Houbaert, *Materials Science and Engineering A* 528, 2011, pp. 5519-5528.
- [109] Jae-Gil Jung, June-Soo Park, Jiyoung Kim, Young-Kook Lee, *Materials Science and Engineering A* 528, 2011, pp. 5529-5535.
- [110] Philippe Maugis, Mohamed Gouné, *Acta Materialia* 53, 2005, pp. 3359-3367.
- [111] R. M. Poths, R. L. Higginson, E. J. Palmiere, *Scripta mater.* 44, 2001, pp. 147-151.
- [112] A. J. Craven, K. He, L. A. J. Garvie, T. N. Baker, *Acta mater.* 48, 2000, pp. 3857-3868.
- [113] A. J. Craven, K. He, L. A. J. Garvie, T. N. Baker, *Acta mater.* 48, 2000, pp. 3869-3878.
- [114] R. D. Fu, T. S. Wang, H. Zhou, W. H. Zhang, F.C. Zhang, *Materials Characterization* 58, 2007, pp. 968-973.
- [115] YANG Gang, WANG Chang, LIU Xin-quan, LIU Zheng-dong, *Journal of Iron and Steel Research, International* 17(6), 2010, pp. 60-66.

- [116] M. García-Mazarío, A. M. Lancha, M. Hernández-Mayoral, *Journal of Nuclear Materials* 360, 2007, pp. 293-303.
- [117] Martin Palm & Gerhard Inden, *Intermetallics* 3, 1995, pp. 443-454.
- [118] J.P. Wise, J. Spice, S.G. Davidson, W.E. Heitmann and G. Krauss, *Scripta Materialia* 44, 2001, pp. 299-304.
- [119] Zi-Kui Liu, *Scripta Materialia* 50, 2004, pp. 601-606.
- [120] B. A. James, D. K. Matlock, G. Krauss, 38TH MWSP CONF. PROC., ISS, VOL. XXXIV, 1997, pp- 579-590.
- [121] A. Reguly, T. R. Strohaecker, G. Krauss, D. K. Matlock, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 35A, 2004, pp. 153-162.
- [122] B. A. James, Ph. D Thesis, Colorado School of Mines, 1994, p. 1.
- [123] G. Krauss, *STEELS: Processing, Structure, and Performance*, ASM International, 2005, pp. 390-396.
- [124] J. P. Wise, G. Krauss, 41ST MWSP CONF. PROC., ISS, VOL. XXXVII, 1999, pp. 377-385.
- [125] G. Krauss, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 32A, 2001, pp. 861-877.
- [126] J. D. Wong, D. K. Matlock, G. Krauss, *Proceedings of 43rd Mechanical Working and Steel Processing Conference*, ISS, October 2001.
- [127] N. Merlano, B. A. James, D.K. Matlock, G. Krauss, *SPEICH SYMPOSIUM PROCEEDINGS*, 1992, pp. 101-109.

[128] R. S. Hyde, D. K. Matlock, G. Krauss, 40TH MWSP CONF. PROC., ISS 1998, pp. 921-928.

[129] HEAT TREATER'S GUIDE, Standard Practices and Procedures for Steel, American Society for Metals, 1982, pp. 198-201.

[130] <http://depa.pquim.unam.mx/modelaunam/>

[131] ASTM Standard E8/8M, 2008, "Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2008, DOI: 10.1520/E0008_E0008M-08.

[132] ASTM Standard E23, 2007ae1, "Standard Test Methods for Notched Bar Impact Testing of Metallic Materials," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2007, DOI: 10.1520/E0023-07AE01.

[133] ASTM Standard E407, 2007, "Standard Practice for Microetching Metals and Alloys," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2007, DOI: 10.1520/E0407-07.

[134] ASTM Standard E112, 1996 (2004), "Standard Test Methods for Determining Average Grain Size," ASTM International, West Conshohocken, PA, 2004, DOI: 10.1520/E0112-96R04.

[135] A. Reguly, Ph. D Thesis, Colorado School of Mines, 1999, pp. 65-124.

[136] J. J. Fuentes, H. J. Aguilar, J. A. Rodríguez, E. J. Herrera, Engineering Failure Analysis 16, 2009, pp. 648-655.

[137] S. Shanmugam, N. K. Ramisetti, R. D. K. Misra, J. Hartmann, S. G. Jansto, Materials Science and Engineering A 478, 2008, pp. 26-37

[138] H. R. Wang, W. Wang, J Mater Sci 44, 2009, pp. 591-600.

[139] Taeg-Woo Lee, Sung-Il Kim, Moon-Hi Hong, Won-Yong Kim, Sung-Hwan Lim, *Journal of Alloys and Compounds* 509S, 2011, pp. S384–S388.

[140] N. Parvathavarthini, S. Saroja, R.K. Dayal, *Journal of Nuclear Materials* 264, 1999, pp. 35-47.

[141] P. Michaud, D. Delagnes, Lamesle, M. H. Mathon, C. Levailant, *Acta Materialia* 55, 2007, pp. 4877–4889.

[142] Feng-Shi Yin, Woo-Sang Jung, *Metallurgical and Materials Transactions A* Volume 40A, 2009, pp. 302-309.