UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN AGUSTÍN DE AREQUIPA

FACULTAD DE INGENIERIA DE PROCESOS
ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERIA DE MATERIALES

"MÉTODO PARA REVELAR EL TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO EN UN ACERO BONIFICADO AISI 4140 EMPLEANDO ALTA TEMPERATURA Y ATMÓSFERA DE CARBONO"

TESIS PRESENTADA POR LA BACHILLER:
Lissette Cristina Chambi Cari

PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE: Ingeniera de Materiales.

AREQUIPA-PERU

2019

PRESENTACIÓN

Sr. Decano de la Facultad de Ingeniería de Procesos Dr. Ing. Henry G. Polanco Cornejo.

Sr. Director de la Escuela Profesional de Ingeniería de Materiales.

Dr. Marcelo Rodríguez Valdivia.

Sres. Miembros del Jurado dictaminador.

Dr. Hugo Benito Canahua Loza

Ing. Edwin Julio Urday Urday

Mg. Luis Antonio Lazo Alarcón

Cumpliendo con el reglamento de grados y títulos de La Facultad de ingeniería de procesos de la escuela profesional de ingeniería de materiales de la universidad nacional de san Agustín, pongo en consideración de Uds. El trabajo de tesis titulado:

"MÉTODO PARA REVELAR EL TAMAÑO DE GRANO AUSTENÍTICO EN UN ACERO BONIFICADO AISI 4140 EMPLEANDO ALTA TEMPERATURA Y ATMÓSFERA DE CARBONO"

Que previo dictamen Favorable, me permitirá optar el título profesional de ingeniera de materiales

LISSETTE CRISTINA CHAMBI CARI

DEDICATORIA

A través de estas líneas quiero dedicar este trabajo y dar el agradecimiento más profundo principalmente:

A Dios por estar al lado mío en cada paso que doy cuidándome y dándome mucha fortaleza para seguir en pie y lograr realizar mi sueño como profesional, un sueño que creí distante y ahora en día lo estoy logrando.

A mis padres por ser el pilar fundamental en todo lo que soy, en toda mi educación, tanto académica, como de la vida, por su incondicional apoyo perfectamente mantenido a través del tiempo. Todo este trabajo ha sido posible gracias a ellos, no hay palabras que puedan describir mi profundo agradecimiento hacia mis Padres, quienes durante todos estos años confiaron en mí; comprendiendo mis ideales.

A mi asesor: Ing. por la orientación y ayuda que me brindo para la realización de esta tesis, por su apoyo y comprensión que me permitió aprender mucho más que lo estudiado en el proyecto.

Gracias a nuestra universidad, gracias por habernos permitido formarnos en ella, gracias a todas las personas que fueron partícipes de este proceso, gracias a todos ustedes, fueron ustedes los responsables de realizar su pequeño aporte y gran aporte que hoy se ve reflejado en la culminación de este proceso.

Lissette C. Chambi Cari

UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN AGUSTÍN DE AREQUIPA

FACULTAD DE INGENIERÍA DE PROCESOS

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA DE MATERIALES

BACHILLER: LISSETTE CRISTINA CHAMBI CARI.

TESIS: "METODO PARA REVELAR EL TAMAÑO DE GRANO AUSTENITICO EN UN ACERO BONIFICADO AISI 4140 EMPLEANDO ALTA TEMPERATURA Y ATMOSFERA DE CARBONO"

RESUMEN

Los aceros aleados y de mediano contenido de carbono son usados en la industria automotriz para una variedad de componentes donde se requiere resistencia y tenacidad. Los elementos de aleación presentes incluyen níquel, cromo, molibdeno, manganeso, silicio. La función de estos elementos es la de optimizar las propiedades mecánicas, superior a la mostrada por los aceros al carbono comunes. Por ejemplo, la combinación de cromo y molibdeno, incrementan la resistencia a elevada temperatura. A pesar de que la composición química es importante, la influencia de la microestructura en las propiedades mecánicas resulta ser aún más significante.

El tamaño de grano como un resultado del tratamiento térmico puede afectar las propiedades tales como la resistencia y la fatiga. Referida a esta última propiedad mecánica se ha reportado que el tamaño de grano es uno de los factores que causa la falla por fatiga. Diversos investigadores como por ejemplo Taylor, mostraron que el valor límite para el crecimiento de una grieta por fatiga se incrementa con el aumento del tamaño de grano y la disminución de la resistencia a la fluencia. Además, de acuerdo a la relación de Hall-Petch indica que conforme se reduce el promedio del

tamaño de grano la resistencia a la fluencia tiende a incrementarse. El tamaño de grano está relacionado a la temperatura de austenización y el tiempo de sostenimiento en calentamiento, así también como el tamaño de grano original del acero antes del endurecimiento.

Por lo tanto, el propósito de este proyecto de Tesis, es la de identificar el efecto de la temperatura de austenización y el tiempo de sostenimiento a esta temperatura; sobre el crecimiento del grano austenítico al someter el acero AISI 4140 a tratamiento térmico de endurecimiento por temple.

Se emplean 9 muestras cilíndricas de 12.7 mm. de diámetro por 10 mm. de espesor. Las muestras cortas y preparadas serán llevadas a temperaturas de austenización en el rango de 950 y 1000ºC según la matriz experimental para hacer crecer el grano austenítico y seguido de un temple en agua a temperatura ambiente, con el propósito de generar presencia de gases carburantes que contengan carbono atómico, las muestras se colocan en una caja de acero conteniendo abundante carbón mineral. De esta manera se asegura también la existencia de una atmósfera totalmente reductora que evitará la oxidación superficial de las probetas.

El proceso temple total se llevará a cabo empleando agua a temperatura ambiente. En esta etapa se conseguirá la formación de una estructura martensítica y la delineación de los bordes de austenita.

Para la determinación del tamaño de grano austenítico ASTM, se emplearán dos métodos consignados en la Norma ASTM E-112. Ambos métodos denominados planimétricos, requerirán el empleo de microfotografías obtenidas a 1000X.

Palabras clave: acero AISI 4140, crecimiento del grano austenítico.

ABSTRACT

Alloyed and medium carbon steels are used in the automotive industry for a variety of components where strength and toughness is required. Alloy elements include nickel, chromium, molybdenum, manganese, silicon. The function of these elements is to optimize the mechanical properties, superior to that shown by common carbon steels. For example, the combination of chromium and molybdenum, increases the resistance at high temperature. Although the chemical composition is important, the influence of the microstructure on the mechanical properties turns out to be even more significant.

Grain size as a result of heat treatment can affect properties such as strength and fatigue. Referring to the last mechanical property it has been reported that grain size is one of the factors that causes fatigue failure. Several researchers, such as Taylor, showed that the limit value for the growth of a fatigue crack increases with the increase in grain size and the decrease in creep resistance. In addition, according to the Hall-Petch theory, it indicates that as the average grain size is reduced, creep resistance tends to increase. The grain size is related to the austenización temperature and the heating holding time, as well as the original grain size of the steel before hardening.

Therefore, the purpose of this thesis project is to identify the effect of the austenización temperature and the holding time at this temperature; on the growth of austenitic grain by subjecting AISI 4140 steel to heat hardening by quenching.

Nine cylindrical samples 12.7 mm in diameter and 10 mm thick are used. Short and prepared samples will be heated to austenización temperatures in the range of 950

and 1000 ° C according to the experimental matrix to grow the austenitic grain and followed by a quenching in water at room temperature.

In order to generate the presence of fuel gases containing atomic carbon, the samples are placed in a steel box containing abundant mineral carbon. This also ensures the existence of a totally reducing atmosphere that will prevent surface oxidation of the samples.

The total quenching process will be carried out using water at room temperature. At this stage the formation of a martensitic structure and the delineation of the austenite edges will be achieved.

For the determination of ASTM austenitic grain size, two methods listed in ASTM E-112 Standard will be used. Both methods called planimetric, will require the use of microphotographs obtained at 1000X.

Keywords: AISI 4140 steel, austenitic grain growth.

“METODO PARA REVELAR EL TAMAÑO DE GRANO AUSTENITICO EN UN ACERO BONIFICADO AISI 4140 EMPLEANDO ALTA TEMPERATURA Y ATMOSFERA DE CARBONO”

PRESENTACION …….. II
DEDICATORIA..... III
RESUMEN..... IV
ABSTRACT..... VI
INDICE GENERAL……..... VIII
ÍNDICE DE TABLAS…….…….…… XI
ÍNDICE DE FIGURAS……..…….. XII

ÍNDICE

CAPITULO I GENERALIDADES
1.1 INTRODUCCION …….. 1
1.1.1 Exposición de Motivos……..… 2
1.1.2 Formulación de la Hipótesis…….. 3
1.1.3 Formulación del Problema……. 3
1.2 OBJETIVOS…… 3
1.2.1 objetivo general…….……... 3
1.2.2 objetivos específicos……..…… 4
1.3 VARIABLES …… 4
1.4 ARTÍCULOS DE REFERENCIA……..…..…… 5

CAPITULO II : MARCO TEORICO
2.1 Acero AISI 4140…….. 8
2.1.2 Tratamiento Térmico……..... 8
2.1.3 Austenización…….….. 8
2.1.4 Austenización para formar Perlita …… 9
2.1.5 Austenización para formar Bainita y Martensita revenida……..… 10
2.2 Tamaño de grano austenítico …… 11

2.3 Exposición de los bordes de grano ……..... 11
2.3.1 Reactivos de ataque ……. 12
2.4 Revelado de los bordes de grano austenítico inicial…….. 13
2.4.1 Métodos ASTM de exposición de grano austenitíco inicial……..…13
2.4.2 Procedimiento McQuaid-Ehn.....13
2.4.3 Procedimiento para aceros Hipoeutectoides…….14
2.4.4 Otros métodos de revelado del borde de grano austenítico……..…….14

CAPITULO III : METODOLOGIA Y PRUEBAS EXPERIMENTALES
3.1 Acero especial AISI 4140..... 16
3.1.1 Efectos de los elementos de aleación en el acero AISI 4140 16
3.1.2 Composición Química Nominal 17
3.1.3 Características Mecánicas 17
3.1.4 Características Microestructurales en estado suministro..... 18
3.2 Principales variables del proceso térmico 18
3.2.1 Calentamiento a temperatura de austenización 18
3.2.2 Tiempo de calentamiento a temperatura de austenización 19
3.3 Proceso Experimental 19
3.4 Diagrama del Proceso de Tratamiento Térmico 21
3.5 Metodología Experimental 22
3.5.1 Tratamiento Térmico de Temple en agua 22
3.5.2 Ensayo de Dureza 24
3.5.3 Análisis de Microestructuras 25
3.6 Determinación del Tamaño de grano austenítico 26
3.6.1 Método planimétrico de Jeffries 26
3.6.2 Método linear de Heyn..... 27

CAPITULO IV : RESULTADOS EXPERIMENTALES
4.1 Evaluación del tamaño de grano austenítico…….. 29
4.1.1 Efecto de la Temperatura de calentamiento de austenización…….. 30
4.1.2 Efecto del Tiempo de calentamiento intercritico…….…..…….. 31
4.2 Evaluación de la Dureza obtenida…….. 33

4.2.1 Efecto de la Temperatura de austenización…… 34
4.2.2 Efecto del Tiempo de austenización…… 35
4.3 Diseño Experimental para el tamaño de grano austenítico…… 37
4.3.1 Análisis de la Variación del tamaño de grano austenitico..... 38
4.3.2 Análisis de la varianza…… 38
4.3.3 Análisis de residuos para el tamaño de grano…… 42
4.3.4 efecto individual de las variables…….. 44
4.3.5 Efecto de las interacciones entre dos variables…….. ... 46
4.3.6 Grado de interacción……..……... 46
4.3.7 Diagramas de contorno……..…… 47
4.4 Diseño Experimental Dureza……..…… 47
4.4.1 Análisis de la variación de la Dureza……..…. 48
4.4.2 Análisis de la Varianza…..……..….. 49
4.4.3 Análisis de Residuos para la Dureza……..……. 52
4.4.4 Efecto individual de las Variables……..… 55
4.4.5 Efecto de las Interacciones entre dos Variables……..…… 56
4.4.6 Grado de interacción……..……..…… 56
4.4.7 Diagramas de contorno……..……..…….. 57
4.5 Metalografía……..…….. 57
4.5.1 Microestructuras formadas……... 57
4.6 Revelado del tamaño de grano Austenitico……..……..……..….. 62
4.7 Medición del Tamaño de grano Austenitico……..……..…….. 66

CAPITULO V : DISCUSION DE RESULTADOS EXPERIMENTALES
5.1 Análisis del tamaño de grano austenítico..... 85
5.1.1 Efecto de la Temperatura de calentamiento austenítico..... 85
5.1.2 Efecto del Tiempo de calentamiento austenítico 86
5.2 Análisis de la Dureza 87
5.2.1 Efecto de la Temperatura de Austenización..... 87
5.2.2 Efecto del tiempo de Austenización 87
5.3 Diseño Experimental..... 88
5.3.1 Análisis del Tamaño de Grano Austenítico 88

5.3.2 Análisis de la Dureza 89
5.4 Análisis Microestructural 90

CAPITULO VI : DISCUSION DE RESULTADOS EXPERIMENTALES
6.1 Conclusiones 92
6.2 Recomendaciones ……93
6.3 Bibliografía..... 94
6.3 Anexos..... 96

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla Nro. 1.1. Declaración de variables 4
Tabla Nro. 1.2. Matriz Experimental 5
Tabla Nro. 3.1. Composición Química Acero AISI: 4140..... 17
Tabla Nro. 3.2. Propiedades Mecánicas Acero AISI: 4140..... 17
Tabla Nro. 4.1 Tamaño de grano austenítico ASTM método Heyn y Jeffries 29
Tabla Nro. 4.2. Tamaño de grano austenítico ASTM método Heyn y Jeffries 29
Tabla Nro. 4.3. Dureza de muestras tratadas térmicamente 33
Tabla Nro. 4.4. Dureza de muestras tratadas térmicamente 33
Tabla Nro. 4.5. Variables y niveles del diseño factorial 37
Tabla Nro. 4.6. Matriz del diseño factorial..... 37
Tabla Nro. 4.7. Matriz del diseño con factores codificados para el tamaño de grano austenitico 38
Tabla Nro. 4.8. Análisis de error para el Tamaño de Grano Austenitico..... 40
Tabla Nro. 4.9. Diferencia entre valores experimentales y estimados para el Tamaño de 43
Tabla Nro. 4.10. Variables y niveles del diseño factorial 47
Tabla Nro. 4.11. Matriz del diseño factorial..... 48
Tabla Nro. 4.12. Matriz del diseño con factores codificados para la Dureza. 48
Tabla Nro. 4.13. Análisis de error para la Dureza 50
Tabla Nro. 4.14. Diferencia entre valores experimentales y estimados para la Dureza..... 53

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura Nro. 2.1. Lugar de nucleación de austenita en un plano ……... 9
Figura Nro. 2.2 Templado y revenido del acero 4140 ……..… 13
Figura Nro. 2.3. 4140 granos de austenita revelados de templar bainita en 300° F....15
Figura Nro. 3.1. Microfotografía Nro. 1. Microestructura de martensita revenida. Aumento 1000x. Nital……. 18
Figura Nro. 3.2. Diagrama del Procesos de la parte experimental…….. 20
Figura Nro. 3.3. Diagrama Temperatura – Tiempo para el Tratamiento Térmico 21
Figura Nro. 3.4. Muestras de acero AISI 4140 22
Figura Nro. 3.5. Contenedor con muestra de acero y carbón mineral 22
Figura Nro. 3.6. Horno de resistencias eléctricas..... 23
Figura Nro. 3.7. Tratamiento térmico de Temple en agua 23
Figura Nro. 3.8. Durómetro Digital 24
Figura Nro. 3.9. Muestras sometidas a ensayo de dureza 24
Figura Nro. 3.10.esbaste de muestras..... 25
Figura Nro. 3.11. Microscopio MOTIC..... 25
Figura Nro. 3.12. Círculo para la determinación del tamaño de grano por el método Jeffries..... 26
Figura Nro. 3.13. Círculo para la determinación del tamaño de grano por el método Heyn……..… 28
Figura Nro. 4.1. Tamaño de grano austenítico en función de la temperatura de Austenización Tiempo de Austenización 2 horas..... 30
Figura Nro. 4.2. Tamaño de grano austenítico en función de la temperatura de Austenización. Tiempo de Austenización 3 horas..... 30
Figura Nro. 4.3. Tamaño de grano austenítico en función de la temperatura de Austenización. Tiempo de Austenización 2.5 horas. 31
Figura Nro. 4.4. Tamaño de grano austenítico en función del tiempo de Austenización. Temperatura de Austenización 950ºC. 31
Figura Nro. 4.5. Tamaño de grano austenítico en función del tiempo de Austenización. Temperatura de Austenización 1000ºC..... 32
Figura Nro. 4.6 Tamaño de grano austenítico para diferentes condiciones ……..... 32

Figura Nro. 4.7. Dureza en función de la temperatura de austenización. Tiempo de Austenización 2 horas..... 34
Figura Nro. 4.8. Dureza en función de la temperatura de austenización. Tiempo de Austenización 3 horas..... 34
Figura Nro. 4.9. Dureza en función de la temperatura de austenización. Tiempo de Austenización 2.5 horas..... 35
Figura Nro. 4.10. Dureza en función del tiempo de austenización. Temperatura de Austenización 950ºC..... 35
Figura Nro. 4.11. Dureza en función del tiempo de austenización. Temperatura de Austenización 1000ºC..... 36
Figura Nro. 4.12. Dureza después del Tratamiento térmico 36
Figura Nro. 4.13. Diagrama de superficie para el Tamaño de grano austenítico 41
Figura Nro. 4.14. Diagrama de Pareto para el Tamaño de Grano Austenítico 41
Figura Nro. 4.15. Valores observados VS Valores estimados para el Tamaño de Grano Austenítico 42
Figura Nro. 4.16. Estimación del tamaño de Grano austenítico en función de la Temperatura de austenización usando el modelo matemático experimental 44
Figura Nro. 4.17. Efecto de la Temperatura de austenización sobre el Tamaño de grano 45
Figura Nro.4.18. Efecto del Tiempo de austenización sobre el Tamaño de grano austenítico 45
Figura Nro. 4.19. Efecto de la interacción entre la temperatura y el tiempo austenítico sobre el tamaño de grano austenítico 46
Figura Nro. 4.20. Grado de interacción entre la temperatura y el tiempo de austenización sobre el tamaño de grano austenítico 46
Figura Nro. 4.21. Diagrama de contorno entre la temperatura y el tiempo de austenización sobre el tamaño de grano austenítico 47
Figura Nro. 4.22. Diagrama de superficie para la Dureza 51
Figura Nro. 4.23. Diagrama de Pareto para la Dureza 51
Figura Nro. 4.24. Valores observados VS Valores estimados para la Dureza..... 52
Figura Nro. 4.25. Estimación de Durezas en función de la Temperatura de austenización usando el modelo matemático experimental 54

Figura Nro. 4.26. Efecto de la Temperatura de austenización sobre la dureza 55
Figura Nro. 4.27. Efecto del Tiempo de austenización sobre la dureza..... 55
Figura Nro. 4.28. Efecto de la interacción entre la temperatura y el Tiempo de austenización sobre la dureza 56
Figura Nro. 4.29. Grado de interacción entre la temperatura y el tiempo de austenización sobre la dureza 56
Figura Nro. 4.30. Diagrama de contorno entre la temperatura y el tiempo de austenización sobre la dureza 57
Figura Nro. 4.31. Microfotografía Nro. 2. Muestra 1. Martensita y austenita residual. Prueba 950°C/2 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital. 57
Figura Nro. 4.32. Microfotografía Nro. 3. Muestra 2. Martensita y cementita en borde de grano. Prueba 1000°C/2 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital. 58
Figura Nro. 4.33. Microfotografía Nro. 4. Muestra 3. Martensita y austenita residual. Prueba 950°C/3 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital. 58
Figura Nro. 4.34. Microfotografía Nro. 5. Muestra 4. Martensita. Prueba 1000°C/3 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital. 59
Figura Nro. 4.35. Microfotografía Nro. 6. Muestra 5. Martensita y cementita en borde de grano. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital 59
Figura Nro. 4.36. Microfotografía Nro. 7. Muestra 6. Martensita y Austenita en borde de grano. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital. 60
Figura Nro. 4.37. Microfotografía Nro. 8. Muestra 7. Martensita y Austenita residual. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital. 60
Figura Nro. 4.38. Microfotografía Nro. 9. Muestra 8. Martensita y austenita residual. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital. 61
Figura Nro. 4.39. Microfotografía Nro. 10. Muestra 9. Martensita y Ferrita en borde de grano. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital. 61
Figura Nro. 4.40. Microfotografía Nro. 11. Muestra 1. Granos de austenita. Prueba 950°C/2 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 62
Figura Nro. 4.41. Microfotografía Nro. 12. Muestra 2. Granos de austenita. Prueba 1000°C/2 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 62
Figura Nro. 4.42. Microfotografía Nro. 13. Muestra 3. Granos de austenita. Prueba 950°C/3 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 63

Figura Nro. 4.43. Microfotografía Nro. 14. Muestra 4. Granos de austenita. Prueba 1000°C/3 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital 63
Figura Nro. 4.44. Microfotografía Nro. 15. Muestra 5. Granos de austenita. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 64
Figura Nro. 4.45. Microfotografía Nro. 16. Muestra 6. Granos de austenita. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 64
Figura Nro. 4.46. Microfotografía Nro. 17. Muestra 7. Granos de austenita. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 65
Figura Nro. 4.47. Microfotografía Nro. 18. Muestra 8. Granos de austenita. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 65
Figura Nro. 4.48. Microfotografía Nro. 19. Muestra 9. Granos de austenita. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital 66
Figura Nro. 4.49. Microfotografía Nro. 20. Muestra 1. Método de Heyn. Prueba 950°C/2 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 67
Figura Nro. 4.50. Microfotografía Nro. 21. Muestra 1. Método de Jeffries. Prueba 950°C/2 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 68
Figura Nro. 4.51. Microfotografía Nro. 22. Muestra 2. Método de Heyn. Prueba 1000°C/2 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.. 69
Figura Nro. 4.52. Microfotografía Nro. 23. Muestra 2. Método de Jeffries. Prueba 1000°C/2 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital 70
Figura Nro. 4.53. Microfotografía Nro. 24. Muestra 3. Método de Heyn. Prueba 950°C/ 3 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 71
Figura Nro. 4.54. Microfotografía Nro. 25. Muestra 3. Método de Jeffries. Prueba 950°C/3 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 72
Figura Nro. 4.55. Microfotografía Nro. 26. Muestra 4. Método de Heyn. Prueba 1000°C/ 3 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 73
Figura Nro. 4.56. Microfotografía Nro. 27. Muestra 4. Método de Jeffries. Prueba 1000°C/3 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital 74
Figura Nro. 4.57. Microfotografía Nro. 28. Muestra 5. Método de Heyn. Prueba 975°C/ 2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 75
Figura Nro. 4.58. Microfotografía Nro. 29. Muestra 5. Método de Jeffries. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 76

Figura Nro. 4.59. Microfotografía Nro. 30. Muestra 6. Método de Heyn. Prueba 975°C/ 2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.. 77
Figura Nro. 4.60. Microfotografía Nro. 31. Muestra 6. Método de Jeffries. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.. 78
Figura Nro. 4.61. Microfotografía Nro. 32. Muestra 7. Método de Heyn. Prueba 975°C/ 2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.. 79
Figura Nro. 4.62. Microfotografía Nro. 33. Muestra 7. Método de Jeffries. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.. 80
Figura Nro. 4.63. Microfotografía Nro. 34. Muestra 8. Método de Heyn. Prueba 975°C/ 2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital... 81
Figura Nro. 4.64. Microfotografía Nro. 35. Muestra 8. Método de Jeffries. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital. 82
Figura Nro. 4.65. Microfotografía Nro. 36. Muestra 9. Método de Heyn. Prueba 975°C/ 2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital... 83
Figura Nro. 4.66. Microfotografía Nro. 37. Muestra 9. Método de Jeffries. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.. 84

CAPITULO I
GENERALIDADES

1.1 INTRODUCCION

Debido a su influencia prominente en la microestructura y propiedades mecánicas, eléctricas y magnéticas, la determinación precisa del tamaño de grano austenítico de los materiales se convierte en el de mayor importancia en los estudios metalúrgicos ***[Ohtani H, Terasaki F, Kunitake T***.]. La determinación del tamaño de grano austenítico implica, en principio, dos etapas distintas: el revelado, los límites del grano austenítico y la medición de su tamaño. En la actualidad, los procedimientos para la medición del tamaño de grano son bien conocidos y son confiables ***[Underwood EE., Vander Voort GF***.]. Por otro lado, el proceso de revelado depende de la composición química del acero, los tratamientos térmicos realizados, y otros factores no bien identificados. Por lo tanto, este proceso podría ser difícil, especialmente en aceros al carbono micro aleados. En este sentido, en los últimos años varias investigaciones en el campo de la metalografía se han llevado a cabo para poder determinar el tamaño de grano austenítico en aceros microaleados ***[Zhang L, Guo DC., Baldinger P, Posch G, Kneisslaas A***.]. Esto ha llevado al desarrollo de muchos métodos diferentes de revelar los límites de granos de la austenita; algunos de ellos son adaptables y de uso general y otros están diseñados para un conjunto específico de condiciones. Se distinguen dos métodos principales:

1.- Procedimientos directos basados en la observación directa de las microestructuras austeníticas a temperaturas sobre el punto crítico, A_{c3}, por medio de un microscopio

que trabaja a alta temperatura ***[Vander Voort GF., Lozinskii MG., Modin H, Modin S***.].

2.- Procedimientos indirectos en los que diferentes técnicas metalográficas y tratamientos térmicos a temperaturas altas de austenización son utilizados para visualizar los granos a temperatura ambiente. En este sentido, hay varios indirectos métodos comúnmente utilizados para revelar los límites de grano austenítico:

Son muchas las soluciones para revelar el grano austenítico [***Vander Voort GF., Modin H, Modin S., Krauss G., Be´chet S, Beaujard L***.]. Los reactivos de ataque basados en solución de ácido pícrico saturado más un agente humectante parecen dar los mejores resultados en aceros templados y revenidos.

Recientemente, se ha detallado un nuevo reactivo de uso general (10 g de CrO3, 50 g de NaOH, 1,5 g de ácido pícrico y 100 ml de agua destilada) para revelar el tamaño de grano austenítico en aceros al carbono [***Zhang L, Guo DC***.]. Se informó que tuvo éxito en las muestras de muy diferentes tipos de acero. Sin embargo, es relevante señalar que esta solución se usa caliente (120ºC), y se producen vapores tóxicos.

1.1.1. Exposición de Motivos

La formulación del presente trabajo de Tesis se ve motivado en:

- Proponer un método para revelar el tamaño de grano austenítico en un acero especial bonificado AISI 4140.
- Establecer un procedimiento práctico para determinar el valor del tamaño de grano empleando métodos de metalografía cuantitativa.

1.1.2 Formulación de la Hipótesis

Calentando el acero AISI 4140 a temperaturas altas en el rango de 950ºC, 975ºC y 1000ºC en una atmósfera rico en carbono y por tiempos prolongados (entre 2, 2.5 y 3 horas), es posible delinear los bordes de grano inicial austenítico. La aplicación de métodos cuantitativos como el planimétrico de Jeffries y el de intersección linear de Heyn permiten determinar el tamaño de grano austenítico original en muestras tratadas térmicamente.

1.1.3 Formulación del problema

Las tecnologías existentes para el revelado de grano austenítico como McQuaid-Ehn, oxidación, difusión de cobre y ataque químico en caliente; son muy costosos y requieren mucho tiempo.

El presente proyecto de tesis, propone desarrollar un proceso de tratamiento térmico para el acero especial AISI 4140, buscando revelar el grano austenítico mediante un calentamiento a alta temperatura en una atmósfera rica en carbono y seguido de un enfriamiento controlado.

1.2 OBJETIVOS

1.2.1 Objetivo General

Establecer un método para revelar el tamaño de grano austenítico en el acero AISI 4140 mediante la aplicación de un tratamiento térmico a altas temperaturas en una atmosfera rica en carbono.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Proponer y demostrar experimentalmente que es posible revelar el tamaño de grano austenítico en el acero bonificado AISI 4140.
- Evaluar cuantitativamente el tamaño de grano austenítico aplicando los métodos de Jeffries y Heyn.
- Identificar el efecto de la temperatura de austenización y el tiempo de sostenimiento a esta temperatura; sobre el crecimiento del grano austenítico al someter el acero AISI 4140 a tratamiento térmico de endurecimiento por temple.

1.3 VARIABLES

- **Variables Independientes:**

Temperatura de austenización (ºC)

Tiempo de austenización (horas)

- **Variables Dependientes:**

Dureza (HRc), Tamaño de grano ASTM. *Se aplicará un modelo experimental factorial 2^2 con cinco réplicas en el centro del modelo para determinar la significancia de las variables del proceso estudiado. Las Tablas Nro. 1.1 y Nro. 1.2, muestran la identificación de variables y la matriz experimental.

Tabla Nro. 1.1

Declaración de variables

Variables	Nivel (-)	Nivel (+)
Temperatura de Austenización (ºC)	950	1000
Tiempo de Austenización (horas)	2	3

Fuente: Elaboración propia

Tabla Nro. 1.2.

Matriz Experimental

Prueba	X_1	X_2	Z_1	Z_2	Respuesta (Y)
1	-1	-1	950	2	
2	+1	-1	1000	2	
3	-1	+1	950	3	
4	+1	+1	1000	3	
5	0	0	975	2.5	
6	0	0	975	2.5	
7	0	0	975	2.5	
8	0	0	975	2.5	
9	0	0	975	2.5	

Respuesta: HRc, Tamaño de grano ASTM

Fuente: Elaboración propia

1.4 ARTÍCULOS DE REFERENCIA

- **Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens**

El objetivo principal de los exámenes metalográficos es revelar los constituyentes y la estructura de los metales y sus aleaciones mediante un microscopio óptico de luz o un microscopio electrónico de barrido. En casos especiales, el objetivo del examen puede requerir el desarrollo de menos detalles que en otros casos, pero, en casi todas

las condiciones, la selección y preparación adecuadas de la muestra es de gran importancia. Debido a la diversidad en el equipo disponible y la gran variedad de problemas encontrados, el siguiente texto presenta para la guía del metalográfo solo aquellas prácticas que la experiencia ha demostrado que son generalmente satisfactorias; no puede y no describe las variaciones en la técnica requerida para resolver problemas individuales de preparación de muestras.

- **Standard Test Methods for Rockwell Hardness and Rockwell Superficial Hardness of Metallic Materials**

  Estos métodos de prueba cubren la determinación de la dureza Rockwell y la dureza superficial de materiales metálicos de Rockwell, incluidos los métodos de prueba para la verificación de máquinas para la prueba de dureza Rockwell (Parte B) y la calibración de bloques de prueba de dureza estandarizados (Parte C).

  Esta norma no pretende abordar todos los problemas de seguridad, si los hay, asociados con su uso. Es responsabilidad del usuario de esta norma establecer prácticas apropiadas de seguridad y salud y determinar la aplicabilidad de las limitaciones regulatorias antes de su uso.

- **Standard Test Methods for Determining Average Grain Size**

  En el análisis de microestructura, la determinación del tamaño de grano es una tarea importante. Sin embargo, lleva mucho tiempo cuando se hace manualmente. Hoy en día, se han implementado técnicas automáticas para la determinación del tamaño de grano. Aunque estas técnicas automáticas están documentadas en los

estándares ASTM, uno de los principales inconvenientes está relacionado con la calidad de las imágenes digitales. Hay muchos factores que pueden afectar la calidad de una imagen, como las condiciones de iluminación, que causan ruido, bajo contraste, límites mal definidos, entre otros. Cuando una imagen metalográfica presenta estas características, la identificación individual del grano se convierte en una tarea difícil**.**

- **FICHA TECNICA AISI 4140**

CAPITULO II

MARCO TEORICO

2.1 Acero AISI 4140

El acero AISI 4140, es un acero de medio carbono de baja aleación, que contiene 0,38-0,45% C, que es predominantemente utilizado para componentes estructurales. Varias aplicaciones comunes del acero 4140 son tuberías de transmisión de potencia, engranajes y equipos de aterrizaje de aeronaves. Los elementos de aleación primarios que son característicos del acero 4140 son molibdeno y cromo. Esta aleación es seleccionada para aplicaciones estructurales porque ofrece alta resistencia junto con una excepcional resistencia a la fatiga bajo condición de tratamiento térmicamente.

2.1.2 Tratamiento Térmico

Las altas propiedades de resistencia y fatiga del acero 4140 se derivan del enfriamiento aplicado y la temperatura de tratamiento. El procedimiento de tratamiento térmico que se realiza comienza con la austenización a partir (830 ° C o 1525 ° F) para obtener una estructura de austenita homogénea que luego es enfriada por agua para formar martensita. La martensita súper saturada es demasiado frágil para aplicaciones estructurales por lo que se requiere de un temple para mejorar la tenacidad.

2.1.3 Austenización

El proceso de austenización es importante cuando se considera el procesamiento debido a las microestructuras finales que nuclean a partir de los límites de grano de austenita durante el enfriamiento. El tamaño grano del producto final está muy influenciado por la morfología de los granos de austenita.

2.1.4 Austenización para formar Perlita

La austenización del acero 4140 es generalmente un proceso que implica la transformación de ferrita proeutectoide y perlita porque el acero obtenido es típicamente enfriado por aire desde la austenita durante el proceso de fabricación.

La nucleación de austenita Se lleva a cabo en tres lugares;

- Interfaz de ferrita / Interfaz de cementita,
- Líneas de intersección entre las plaquetas y las superficies de las colonias de perlita,
- Puntos de intersección entre las plaquetas y los bordes de las colonias de perlita (Fig. 2.1).

Estos sitios son de preferencia para la nucleación, ya que **no requieren tanta energía** para lograr el radio crítico para la nucleación.

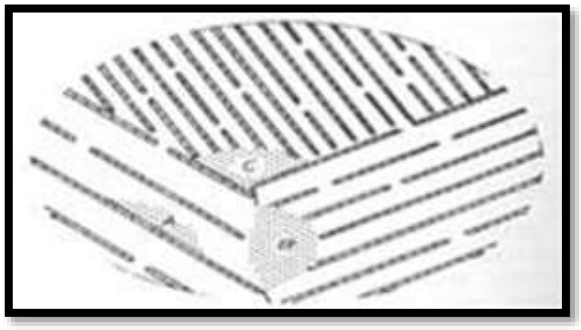

Figura 2.1: Lugar de nucleación de austenita en un plano de sección de las colonias de perlita. (A) Interfaz de ferrita / Interfaz de cementita, (B) Líneas de intersección entre las plaquetas / superficies de colonias de perlita, (C) Puntos de intersección entre las plaquetas / bordes de las colonias de perlita.

Fuente: Underwood E.E., Vander Voort GF. Metallography

Al llegar a la temperatura de transformación, la ferrita bordeando las placas de cementita se transforma rápidamente en austenita. La disolución de estas placas de cementita dentro de la austenita requiere un período de tiempo más largo. Después de completada la austenización, además la retención permite la difusión de carbono y la sustitución de elementos de aleación a partir de zonas de alta concentración para asegurar granos de austenita homogenizados. La duración de los tiempos de espera depende en gran medida de la temperatura y la microestructura de partida. A 925 ° C, 1700 ° F. una microestructura martensita será austenizada completamente en diez segundos, mientras que una microestructura de ferrita requiere veinte segundos.

2.1.5 Austenización para formar Bainita y Martensita revenida

En el caso de que la muestra es austenizada posterior al enfriamiento rápido, la austenita se transformará de una bainita y / o estructura de martensita. Calentando a la temperatura de austenita permitirá la difusión de carbono de la martensita sobresaturada. Los enlaces de carbono con hierro forman precipitados de cementita. En la temperatura de austenización la nucleación de grano de austenita se llevará a cabo principalmente a lo largo del carburo y PAGB’s. La austenización de aceros de bainita o martensita templada produce morfologías aciculares y globulares de grano de austenita. La formación de austenita acicular es un producto de una microestructura acicular de partida que se calienta a una temperatura baja austenización con velocidades de calentamiento lentos. La formación globular inicial de grano de austenita se amplifica mediante la utilización de temperaturas de austenización elevadas y altas velocidades de calentamiento

2.2 Tamaño de grano austenítico

El tamaño de grano de austenita se correlaciona directamente con el tamaño de grano de la microestructura final, que afecta a la resistencia y tenacidad del material. Los límites de grano de la austenita actúan como sitios de nucleación de microestructuras de ferrita y carburo durante la descomposición.

El grano fino de ferrita, perlita, bainita o martensita nuclea a partir de la descomposición de la austenita de grano fino. Cuando los aceros alcanzan inicialmente una estructura austenítica homogénea, estos poseen generalmente un tamaño de grano entre 0,02 y 0,06 mm en diámetro. Granos de austenita con diámetros en este rango se consideran “muy bien”.

El calentamiento continuo de la austenita homogénea estimula la cinemática del proceso de difusión, la creación de granos “gruesos” más grandes.

2.3 Exposición de los bordes de grano

Se emplean reactivos corrosivos para el revelado. Los bordes de grano son una fuente concentrada de elementos de aleación y dislocaciones que presentan un potencial químico diferente que el material a granel. El reactivo ataca estas regiones, generando defectos finos que desvían la luz diferentemente. Estos defectos proporcionan un contraste visible en los bordes de grano cuando se realiza la microscopía óptica.

A pesar de que la exposición de los bordes de grano es simple en el análisis final de la microestructura del acero, es difícil revelar PAGB’s. Los bordes de grano de la nueva formada perlita, bainita y / o martensita interfieren al intentar distinguir los

granos de austenita. Existe cierto tipo de Reactivos de ataque y procesos para delinear claramente los PAGB's.

2.3.1 Reactivos de ataque

El reactivo de ataque común más usado para el acero es nital, una combinación de ácido nítrico y etanol. El nital es eficaz cuando se revela la microestructura final del acero, pero no PAGB's. En la determinación de los bordes de grano de austenita el tipo más común de reactivo de ataque es el ácido pícrico, 100 ml de ácido pícrico acuoso saturado, 6 gotas de HCl y 0,5% de un reactivo humectante adecuado (alquilsulfonato de sodio, tridecilbenceno de sodio sulfonato o **sulfonato de dodecilbenceno de sodio**). Versión modificada del reactivo de Vilella. Investigación afirma que el reactivo humectante sulfonato de tridecilbenceno de sodio es más eficaz, pero es costoso y tiene escasa biodegradabilidad. Por lo tanto, se sugiere que el más barato y fácilmente a ser utilizado es el dodecilbenceno sulfonato de sodio biodegradable.

Un estudio reveló con éxito los PAGB de temple y revenido de 4140 de acero con el uso de este reactivo modificado de Vilella. El ataque químico a base de ácido pícrico exhibe visiblemente los límites de grano de austenita entre el final del templado de estructura martensita (Figura 2.2). Numerosos estudios atribuyen específicamente el éxito de uso grabador de ácido pícrico para aceros templados y revenidos al preferencial ataque de fosfuros en los bordes de grano de austenita. La concentración de impurezas, como el fósforo, en la PAGB's es particularmente alta cuando las muestras se templan dentro de la gama de fragilización.

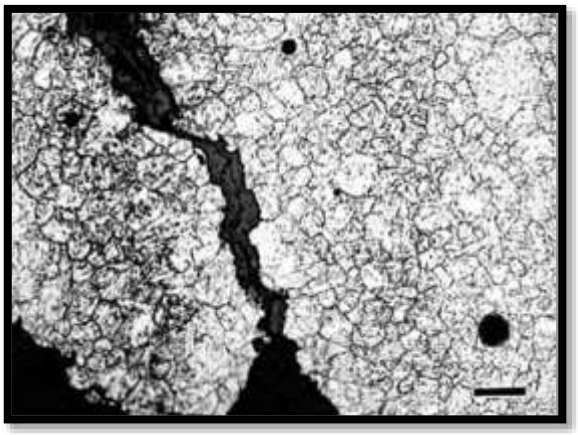

Figura 2.2: Templado y revenido del acero 4140 revelado con ácido pícrico acuoso solución que contiene HCl y un reactivo humectante.

Fuente**:** Underwood E.E., Vander Voort GF. Metallography

2.4 Revelado inicial de los bordes de grano austenítico

2.4.1 Métodos ASTM de exposición de grano austenítico inicial

En la norma ASTM E112 se describen varios procedimientos para establecer el tamaño de grano de la austenita de diversos carbonos y aceros de baja aleación. El estándar proporciona valores de contenido de carbono para ayudar en la selección de los métodos de ensayo apropiados.

2.4.2 Procedimiento McQuaid-Ehn

La prueba de McQuaid-Ehn, reconocida como la norma general el revelado inicial de granos de austenita, es sugerida para los aceros destinados a la carburación y que contiene menos de 0,25% de carbono. Sin embargo, la norma establece que con frecuencia se utiliza para evaluar la microestructura de los aceros al carbono superiores que no están sujetos a carburación como bien. La prueba prevé carburar la muestra de acero en 1700 ± 25 ° F (927 ± 14 ° C) para un período de 8 horas o

hasta que un caso hypereutectoide de aproximadamente 0.050” se forme en la superficie. Enfriando lento en horno la muestra hasta o por debajo de la temperatura austenización es entonces necesaria para permitir la precipitación de cementita dentro de los bordes de grano de austenita de la superficie hypereutectoide. La superficie de la muestra es pulida y revelada correctamente para mostrar la microestructura.

2.4.3 Procedimiento para aceros Hipoeutectoides

Este método se recomienda para el uso en la investigación de aceros de baja aleación de 0,25 a 60% C. Aceros de menos de 0,35% de C deben calentarse a 1625 ± 25 ° F (885 ± 14 ° C) por 30 minutos, mientras que los aceros por encima de esta concentración se tratan a 1.575 ± 25 ° F (957 ±14 ° C). Se aconseja que los aceros de más de 0,40% de C tendrá lugar en 1340 ± 25 ° F (727 ± 14 ° C), posterior al calentamiento inicial durante un periodo de 10 minutos. Las muestras se enfrían rápidamente en agua o aceite después de calentar y adecuadamente pulidas y reveladas.

2.4.4 Otros métodos de revelado del borde de grano austenítico

Método no ASTM de exposición de granos de austenita

Una investigación de las inserciones de tuercas de acero 4140 fracturadas y templadas a partir del elevador de una plataforma petrolera intentó revelar los bordes de grano anteriores sin re-austenización. Las muestras fueron puestas en una solución de ácido pícrico acuoso saturado con la adición de HCl (6 gotas por 100 ml de solución de ácido pícrico) y una marca de reactivo humectante Nacconol 90G

(Composición química: 90-93% de sodio dodecilbenceno sulfonato, 5% de sulfato de sodio, cloruro de sodio al 1% y 1,5% agua). El grabado se llevó a cabo durante siete minutos en un limpiador ultrasónico para promover agitación. Los resultados de esta prueba muestran definitivos bordes de grano austenítico. Este método es para ser replicado para revelar potencialmente el tamaño real de grano de austenita del componente tal como se recibió.

Esta muestra puede ser utilizada como una comparación para establecer la precisión de la ASTM McQuaid-Ehn y métodos hipoeutectoides.

Una segunda investigación, también utilizando un reactivo de ataque a base de ácido pícrico, inició la fragilización de un acero 4140 bainítico para mejorar el grabado PAGBs. Las muestras se templaron a 300, 500, 700 y 900 ° F y se revelaron utilizando la solución de ácido pícrico que contiene HCl y Nacconol 90G. La claridad de granos de austenita fue similar para cada uno de los tratamientos de temple establecidos (Figura Nro. 2.3).

Figura 2.3. 4140 granos de austenita revelados de templar bainita en 300 ° F
Fuente**:** Underwood E.E., Vander Voort GF. Metallography

CAPITULO III
METODOLOGIA Y PRUEBAS EXPERIMENTALES

3.1 Acero especial AISI 4140

El acero AISI: 4140, es un acero bonificado que se emplea para fabricar piezas de transmisión, ejes, piñones, coronas dentadas, columnas de prensas, vástagos, pernos, tuercas, pines émbolos, árboles de transmisión, ejes de bombas, recipientes sujetos a presión, partes estructurales de los aviones, varillas roscadas para la industria petrolera, etc.

3.1.1 Efectos de los elementos de aleación en el acero AISI 4140

Cromo (Cr): El cromo es un elemento de aleación menos costoso que el níquel y forma carburos simples (Cr_7C_3 y Cr_4C) o carburos complejos [$(FeCr)_3C$]. Estos carburos tienen alta dureza y buena resistencia al deterioro. El cromo es soluble hasta 13% en hierro gamma y tiene solubilidad ilimitada en ferrita alfa. En los aceros de bajo carbono, el Cr tiende a entrar en solución incrementando de esta manera, la resistencia y la tenacidad de la ferrita.

Molibdeno (Mo): El molibdeno es un elemento de aleación relativamente costoso, tiene una solubilidad limitada en hierros gamma y alfa, y es un fuerte formador de carburos. Además, ejerce un fuerte efecto de templabilidad y, de manera semejante al cromo, aumenta la dureza y resistencia a alta temperatura de los aceros. Los aceros con molibdeno son menos susceptibles al fragilizado debido al revenido, que los demás aceros aleados.

3.1.2 Composición Química Nominal

La Tabla Nro. 3.1, muestra el análisis de la composición química proporcionado por el proveedor Aceros del Perú S.A.C. y que corresponde al acero empleado en el presente trabajo de Tesis.

Tabla Nro. 3.1

Composición Química Acero AISI: 4140

Acero	C [%]	Mn [%]	Si [%]	P [%]	S [%]	Cr [%]	Mo [%]
4140	0.38 0.45	0.60 0.90	0.40	0.035	0.035	0.90 1.20	0.15 0.30

Fuente: **Aceros del Peru**

Elementos relevantes: Manganeso, Silicio, Cromo, Molibdeno; presentes como microaleantes.

3.1.3 Características Mecánicas

En la Tabla Nro. 3.2, se muestran los valores de las propiedades mecánicas propias para el acero AISI 4140.

Tabla Nro. 3.2

Propiedades Mecánicas para el acero AISI 4140

Calidad	Resistencia (N/mm^2)	Límite Elástico (N/mm^2)	Elongación (%)	Tenacidad (J)
4140	**1105**	**882**	**10**	**30**

Fuente: **Aceros del Peru**

3.1.4 Características Microestructurales del acero AISI 4140 en estado de suministro

En la (Figura 3.1) Microfotografía Nro. 1, se muestra la microestructura que presenta el acero AISI 4140 en estado de suministro. Las fases micro estructurales presentes corresponden a martensita revenida.

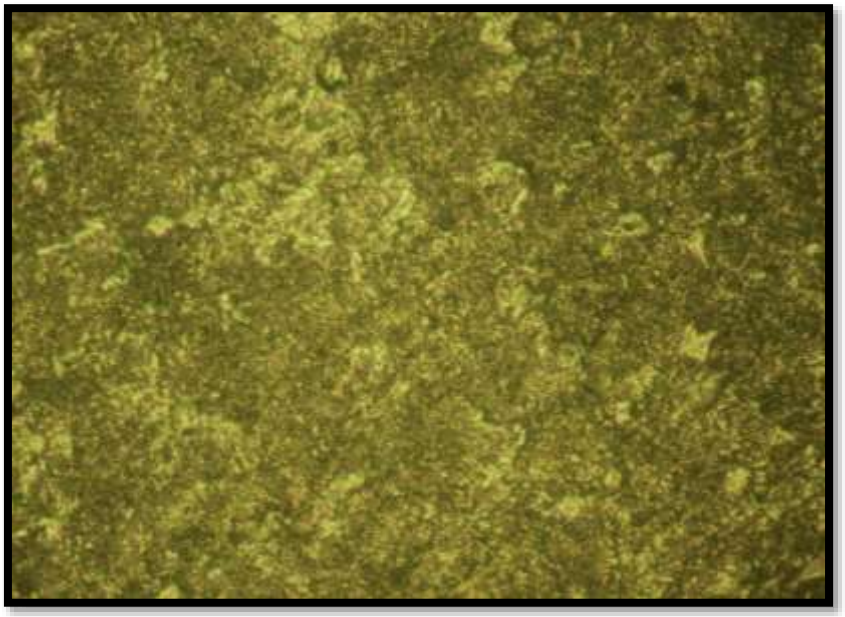

Figura 3.1 Microfotografía Nro. 1. Microestructura de martensita revenida. Aumento 1000x. Nital.

Fuente**:** Elaboración propia

3.2 Principales variables del Proceso Térmico

Para cumplir con los objetivos del presente trabajo de Tesis, se considera como variables importantes el calentamiento a temperatura de Austenización y el tiempo de calentamiento a temperatura de Austenización.

3.2.1 Calentamiento a Temperatura de austenización

De acuerdo a las estimaciones realizadas por el programa Stecal, en función de la composición elemental; la temperatura correspondiente a un punto de la línea es: A_3

= 792ºC. Por consiguiente la temperatura mínima de austenización será: 792+50ºC = 842ºC. Para asegurar permanencia en fase austenítica se considera realizar las pruebas a 950, 975 y 1000ºC.

3.2.2 Tiempo de Calentamiento a Temperatura de austenización

Con el fin de conseguir una buena disolución de los constituyentes y la homogenización de las fases presentes en el acero, además de buscar intencionalmente el crecimiento de grano austenítico; se propone mantener las muestras en el interior del horno con tiempos en el rango de 2, 2,5 y 3 horas.

3.3 Proceso Experimental

En la Figura 3.2 se muestra el Diagrama de las principales operaciones, equipos, materiales y demás insumos que se utilizaron para la realización de las pruebas experimentales a nivel de laboratorio.

En la ejecución de las pruebas, se siguió la siguiente secuencia operacional:

1. Corte y Mecanizado de probetas de 12.7 mm de diámetro por 10 mm de alto.
2. Calentamiento a temperaturas de austenización y tratamiento térmico de temple en agua a 20.0 °C como medio de enfriamiento.
3. Ensayo de dureza
4. Análisis Metalográfico después del tratamiento térmico de temple
5. Montaje de probetas metalográficas
6. Desbaste y Pulido de la Probetas Metalográficas
7. Ataque químico
8. Observación microscópica empleando el microscopio metalográfico.

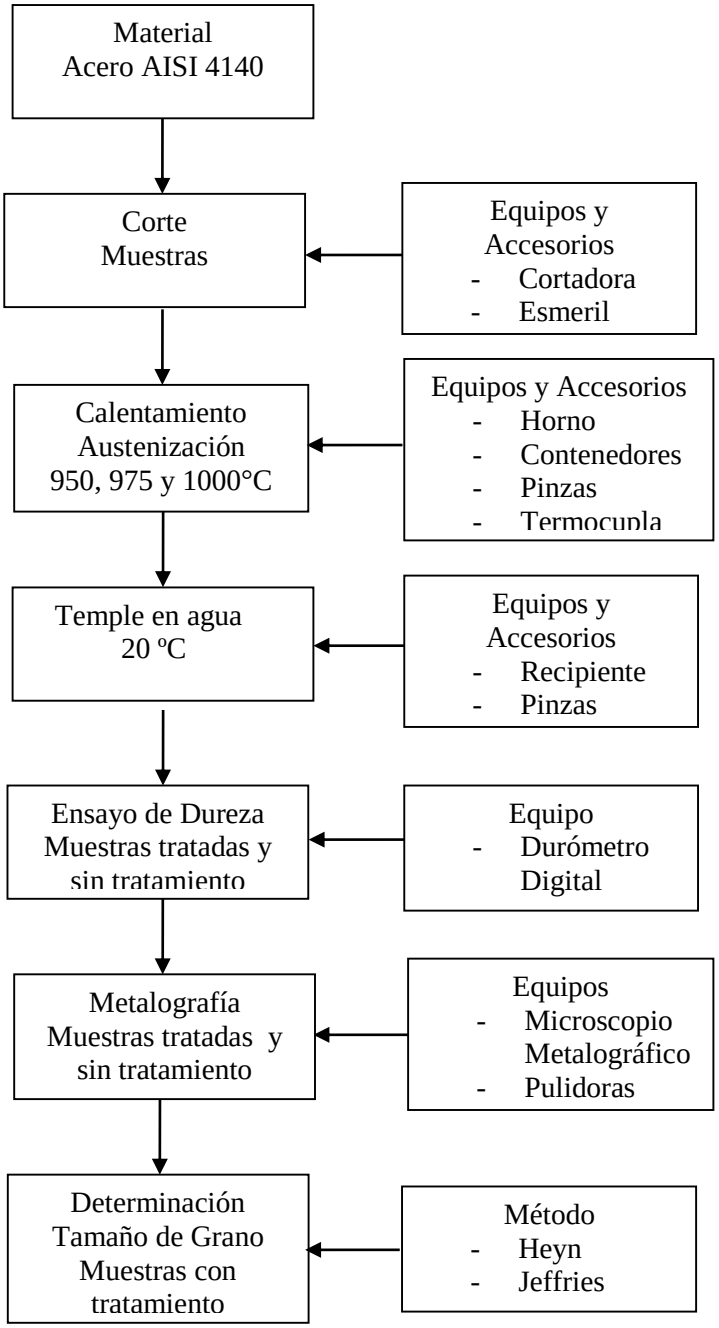

Figura 3.2 Diagrama del Procesos de la parte experimental

Fuente: Elaboración propia

3.4. Diagrama del proceso de Tratamiento Térmico de Temple

El tratamiento térmico de temple en agua se realizó empleando contenedores de acero, donde se colocaron las probetas mecanizadas de acero AISI: 4140. Las temperaturas de calentamiento a temperatura de austenización empleadas fueron de 950, 975 y 1000ºC con tiempos de permanencia variables de 2, 2,5 y 3 horas., luego de los cuales se sumergieron en agua a 20ºC. Como se muestra en la Figura Nro. 3.3, donde presenta el diagrama de enfriamiento para el proceso completo del tratamiento térmico.

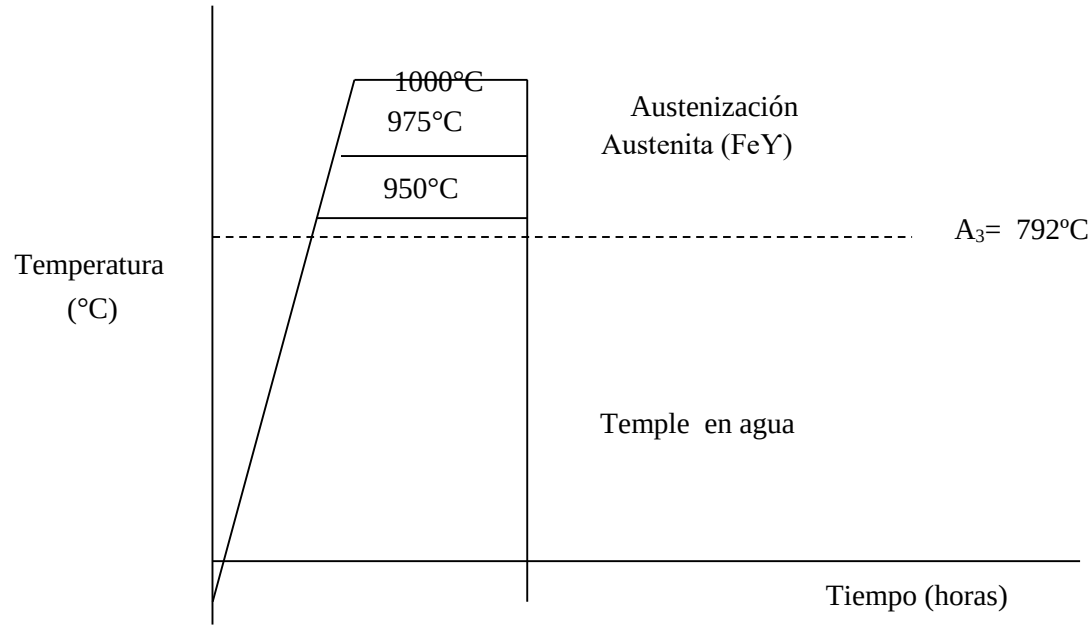

Figura Nro. 3.3. Diagrama Temperatura – Tiempo para el Tratamiento Térmico

Fuente: Elaboración propia.

3.5 Metodología Experimental

3.5.1 Tratamiento Térmico de Temple en agua

De acuerdo a la Figura Nro. 3.4 se calentaron 9 probetas de acero 4140 de 12.7 mm de diámetro en un horno de resistencias eléctricas marca Veb Elektro Bad Frankenhausen con controlador digital de temperatura de 0 a 1200°C. Las muestras fueron recubiertas con carbón mineral a fin de crear una atmósfera carburante conteniendo gases de carbono (CO y CO_2). Como se puede observar en las figuras Nro. 3.5. y Nro. 3.6. continuando con el proceso de temple que se muestra en la figura Nro. 3.7

Figura Nro. 3.4 Muestras de acero AISI 4140
Fuente: Elaboracion propia.

Figura Nro. 3.5 Contenedor con muestra de acero y carbón mineral
Fuente: Elaboracion propia.

Figura Nro. 3.6 Horno de resistencias eléctricas

Fuente: Elaboracion propia.

Figura Nro. 3.7 Tratamiento térmico de Temple en agua

Fuente: Elaboracion propia.

3.5.2 Ensayo de Dureza

La evaluación de la dureza se realizó utilizando un durómetro digital INDENTEC. La medición de la dureza se llevó a cabo empleando la escala Rockwell C con aplicación de una carga de 150 kg-f y un microindentador de cono de diamante. Las Figuras Nro. 3.8 y Nro. 3.9, muestran el equipo empleado para medir la dureza y las muestras ya ensayadas

Figura Nro. 3.8. Durómetro Digital
Fuente: Elaboracion propia

Figura Nro. 3.9 Muestras sometidas a ensayo de dureza
Fuente: Elaboracion propia.

3.5.3 Análisis de Microestructuras

Las microestructuras formadas fueron observadas utilizando un microscopio MOTIC de platina invertida y de luz reflejada; provisto de un conjunto de lentes objetivos de 5, 10, 20, 50 y 100x que permitieron la observación de los detalles micro estructurales. En las Figuras Nro. 3.10 y Nro. 3.11, se muestran la operación de desbaste de las muestras y el microscopio metalográfico empleado.

Figura Nro. 3.10. Desbaste de muestras
Fuente: Elaboracion propia.

Figura Nro. 3.11 Microscopio MOTIC
Fuente: Elaboración propia

3.6 Determinación del Tamaño de Grano Austenítico

Para la determinación del grano austenítico se emplearon dos métodos considerados en la Norma ASTM E-112.

3.6.1 METODO DE JEFFRIES

Procedimiento Planimétrico

La Figura Nro. 3.12, muestra en el centro un círculo con una superficie de 5000mm^2. El tamaño de grano "G" se calcula mediante la ecuación ***G= 3.322 x Log NA – 2.95*** considerada en la Norma ASTM E-112.

NA = Granos por mm^2.

N interno = Número del grano dentro del círculo.

N interceptado = Número de granos interceptados por el círculo.

f = múltiplo de Jeffries.

NA = f ($N_{\ interno}$ + $N_{interceptado}$/ 2)

Para un área de 5000 mm^2; f = 0.0002 M^2 (M magnificación)

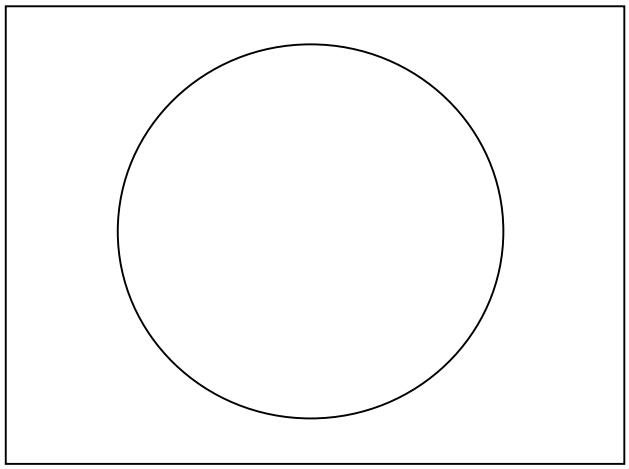

Figura Nro. 3.12. Círculo para la determinación del tamaño de grano por el método Jeffries.

Fuente: Elaboración propia

3.6.2 METODO DE HEYN

Procedimiento de Intersección

La Figura Nro. 3.13, muestra las distintas geometrías utilizadas en la medición del tamaño de grano mediante el procedimiento de intersección. Las cuatro líneas rectas de la imagen corresponden al método de Heyn. El método de Hilliard utiliza una circunferencia generalmente de 100, 200 o 250 mm de perímetro. Las tres circunferencias de la imagen corresponden al método de Abrams (entre las tres suman una longitud de 500mm).

Reglas de conteo: Una intercepción es un segmento de la línea de ensayo que pasa sobre un grano. Una intersección es un punto donde la línea de ensayo es cortada por un borde de grano. Cualquiera de los dos puede contarse con idénticos resultados en un material monofásico.

Cuando se cuentan intercepciones, los segmentos al final de la línea de ensayo que penetran dentro de un grano, son anotados como media intercepción. Cuando se cuentan intersecciones, los puntos extremos de la línea de ensayo no son intersecciones y no son contados excepto cuando tocan exactamente un borde de grano, entonces debe anotarse ½ intersección. Una intersección coincidente con la unión de tres granos debe anotarse como 1 ½.

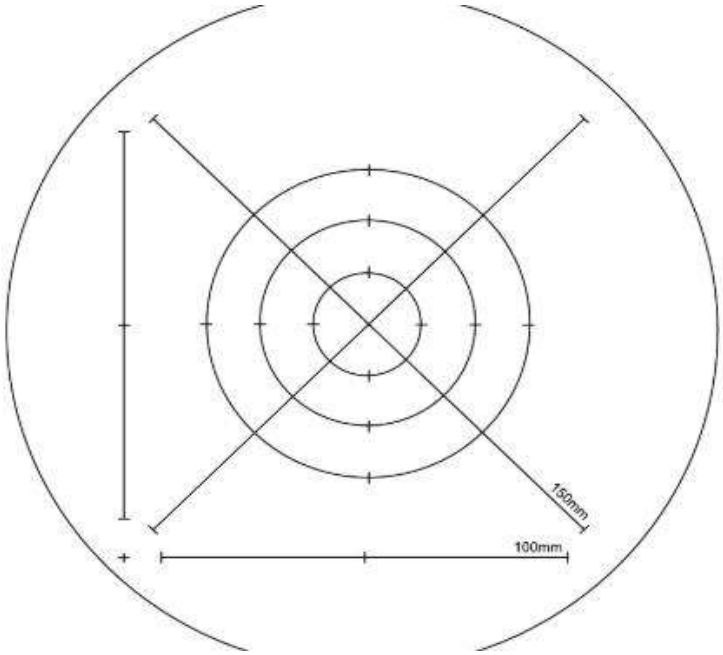

Figura Nro. 3.13. Círculo para la determinación del tamaño de grano por el método Heyn.

Fuente: Elaboración propia

Se emplea la siguiente ecuación:

$N_L = N_I / L / M$

Donde:

N_L : número de intercepto por unidad de longitud de la línea de ensayo

N_I : número de granos intersecados

L: longitud de la línea de ensayo (mm)

M: Aumento

El tamaño de grano “G” se calcula mediante la ecuación

G = (6.643856 x Log $_{10}$ N_L – 3.288) considerada en la Norma ASTM E-112.

CAPITULO IV
RESULTADOS EXPERIMENTALES

4.1 Evaluación del Tamaño de Grano Austenítico

En las Tablas Nro. 4.1 y Nro. 4.2 se muestran los valores de tamaño de grano ASTM determinados por los métodos de Heyn y Jeffries para muestras tratadas a temperaturas de austenización de 950, 975 y 1000ºC, y tiempos de austenización de 2, 2.5 y 3 horas.

Tabla Nro. 4.1

Tamaño de grano austenítico ASTM método Heyn y Jeffries

Muestra	Temperatura de Austenización (°C)	Tiempo de austenización (horas)	Tamaño de Grano ASTM (Heyn)	Tamaño de Grano ASTM (Jeffries)
1	950	2	**8.5**	**8.9**
2	1000	2	**7.9**	**8.6**
3	950	3	**8.5**	**8.6**
4	1000	3	**8.0**	**8.4**

Fuente: Elaboración propia

Tabla Nro. 4.2

Tamaño de grano austenítico ASTM método Heyn y Jeffries

Muestra	Temperatura de Austenización (°C)	Tiempo de austenización (horas)	Tamaño de Grano ASTM (Heyn)	Tamaño de Grano ASTM (Jeffries)
5	975	2.5	**8.8**	**9.4**
6	975	2.5	**8.1**	**8.4**
7	975	2.5	**7.9**	**8.5**
8	975	2.5	**8.1**	**8.5**
9	975	2.5	**8.3**	**8.6**

Fuente: Elaboración propia

4.1.1 Efecto de la Temperatura de Austenización

Las Figuras Nro. 4.1, Nro. 4.2 y Nro. 4.3, muestran el efecto de la temperatura de austenización sobre el tamaño de grano austenítico para pruebas considerando tiempos de austenización de 2, 2.5 y 3 horas.

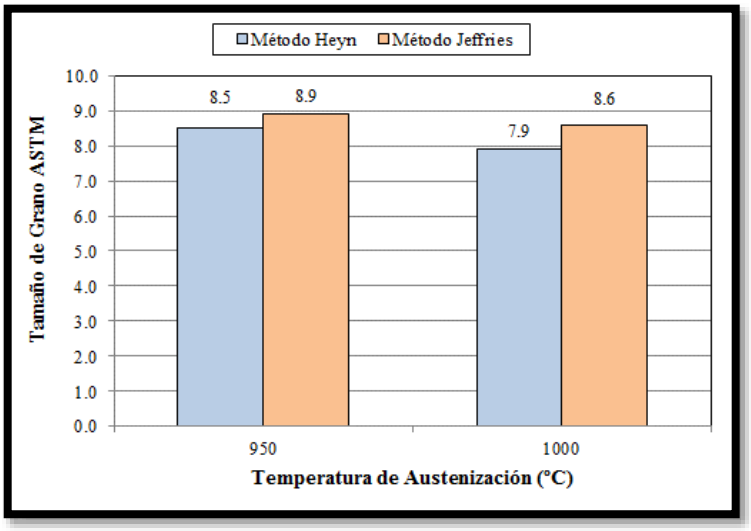

Figura Nro. 4.1. Tamaño de grano austenítico en función de la temperatura de Austenización. / Tiempo de Austenización 2 horas.

Fuente: Elaboración propia.

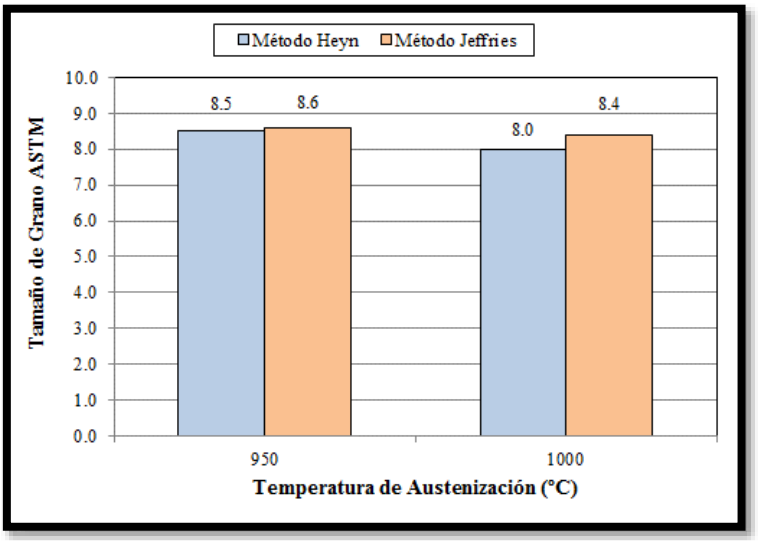

Figura Nro. 4.2. Tamaño de grano austenítico en función de la temperatura de Austenización. / Tiempo de Austenización 3 horas.

Fuente: Elaboración propia

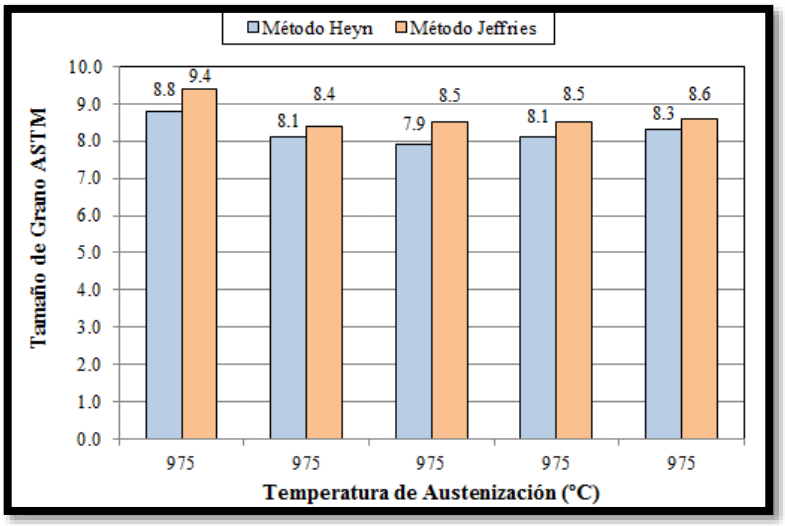

Figura Nro. 4.3. Tamaño de grano austenítico en función de la temperatura. de Austenización. / Tiempo de Austenización 2.5 horas.

Fuente: Elaboración propia.

4.1.2 Efecto del Tiempo de calentamiento intercrítico

Las Figuras Nro. 4.4, y Nro. 4.5, se muestra el efecto del tiempo de austenización en el tamaño de grano austenítico para muestras tratadas a temperaturas de Austenización de 950, 975 y 1000°C.

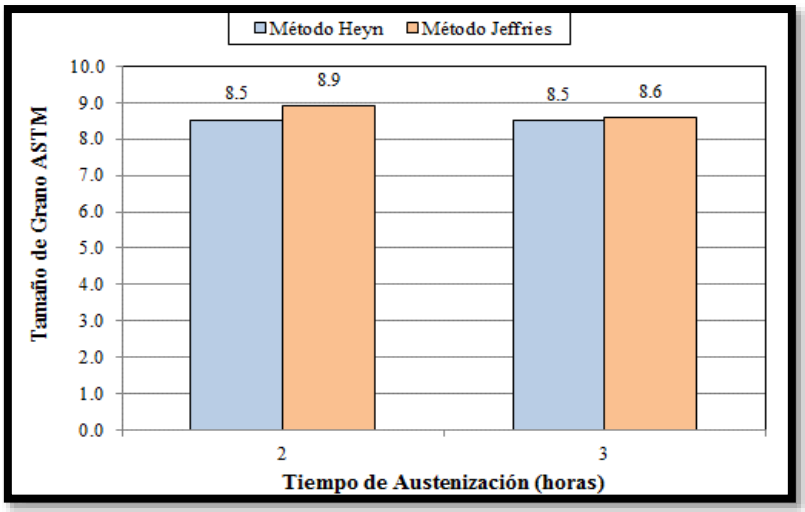

Figura Nro. 4.4. Tamaño de grano austenítico en función del tiempo de Austenización. / Temperatura de Austenización 950ºC.

Fuente: Elaboración propia.

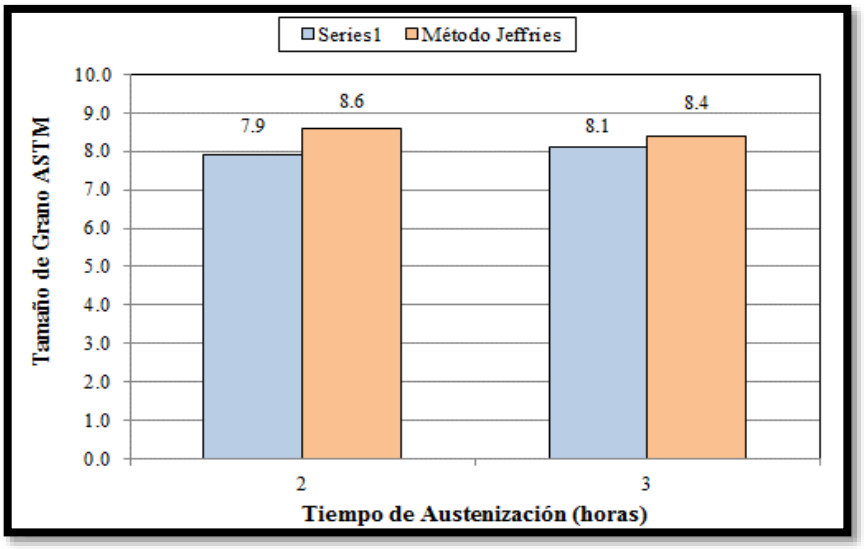

Figura Nro. 4.5. Tamaño de grano austenítico en función del tiempo de Austenización. / Temperatura de Austenización 1000ºC

Fuente: Elaboración propia

La Figura Nro. 4.6. Presenta el tamaño de grano mostrado por muestras ensayadas a diferentes condiciones de tratamiento térmico según la matriz de pruebas.

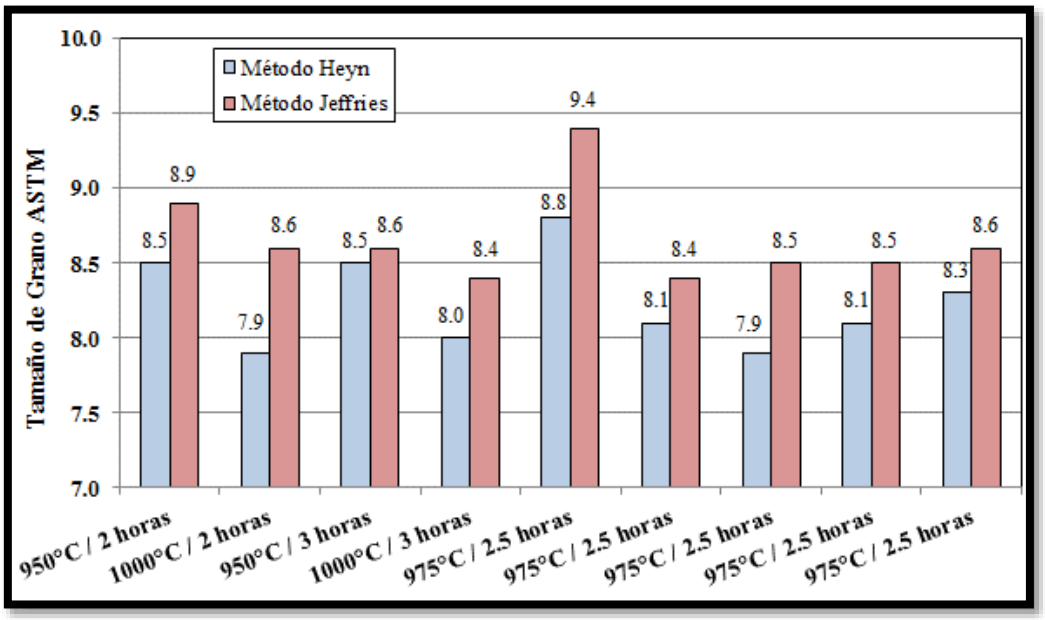

Figura Nro. 4.6 Tamaño de grano austenítico para diferentes condiciones de prueba.

Fuente: Elaboración propia

4.2 Evaluación de la Dureza obtenida

En las Tablas Nro. 4.3 y Nro. 4.4, se muestran los valores de dureza para muestras tratadas a temperaturas de austenización de 950, 975 y 1000ºC, para tiempos de Austenización de 2, 2.5 y 3 horas; y comparadas con la dureza de la muestra sin tratamiento.

Tabla Nro. 4.3

Dureza de muestras tratadas térmicamente

Muestra	Temperatura de Austenización (°C)	Tiempo de austenización (horas)	Dureza (HRc)
1	950	2	**45.0**
2	1000	2	**41.0**
3	950	3	**46.0**
4	1000	3	**45.6**
Muestra sin tratamiento			**29.1**

Fuente: Elaboración propia

Tabla Nro. 4.4

Dureza de muestras tratadas térmicamente

Muestra	Temperatura de Austenización (°C)	Tiempo de austenización (horas)	Dureza (HRc)
5	975	2.5	**44.3**
6	975	2.5	**47.2**
7	975	2.5	**45.7**
8	975	2.5	**46.8**
9	975	2.5	**44.0**
Muestra sin tratamiento			**29.1**

Fuente: elaboración propia

4.2.1 Efecto de la Temperatura de Austenización

Las Figuras Nro. 4.7, Nro. 4.8 y Nro. 4.9, muestran el efecto del tiempo de austenización sobre la Dureza para pruebas considerando tiempos de Austenización de 2, 2.5 y 3 horas.

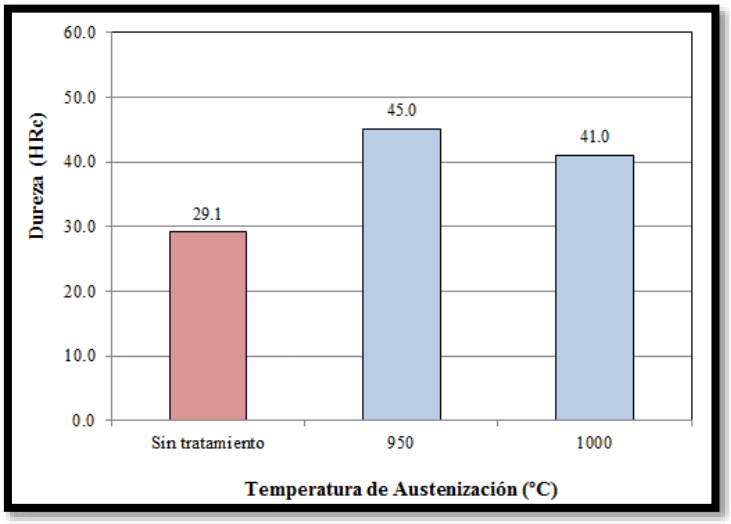

Figura Nro. 4.7. Dureza en función de la temperatura de austenización Tiempo de Austenización 2 horas.

Fuente: Elaboración propia

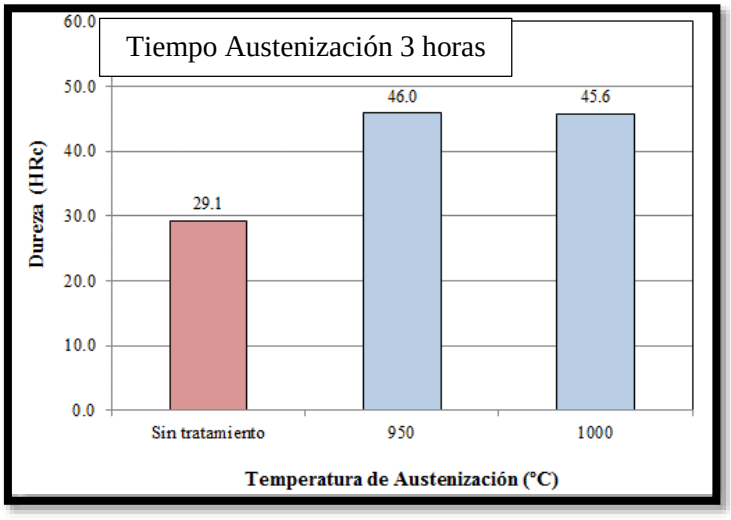

Figura Nro. 4.8 Dureza en función de la temperatura de austenización. Tiempo de Austenización 3 horas.

Fuente: Elaboración propia

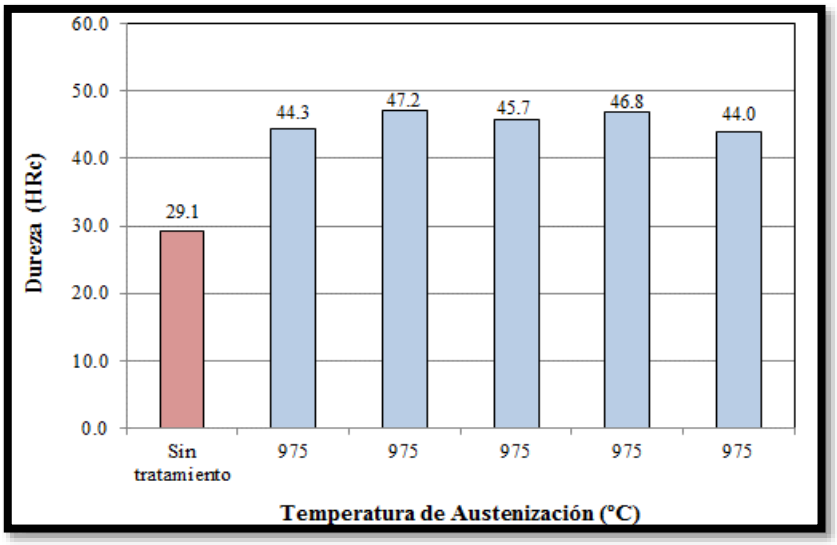

Figura Nro. 4.9. Dureza en función de la temperatura de austenización. Tiempo de Austenización 2.5 horas.

Fuente: Elaboración propia

4.2.2 Efecto del Tiempo de Austenización

Las Figuras Nro. 4.10, y Nro. 4.11, muestran el efecto del tiempo de austenización sobre la dureza para muestras sometidas a temperaturas de austenización de 950, 975 y 1000°C.

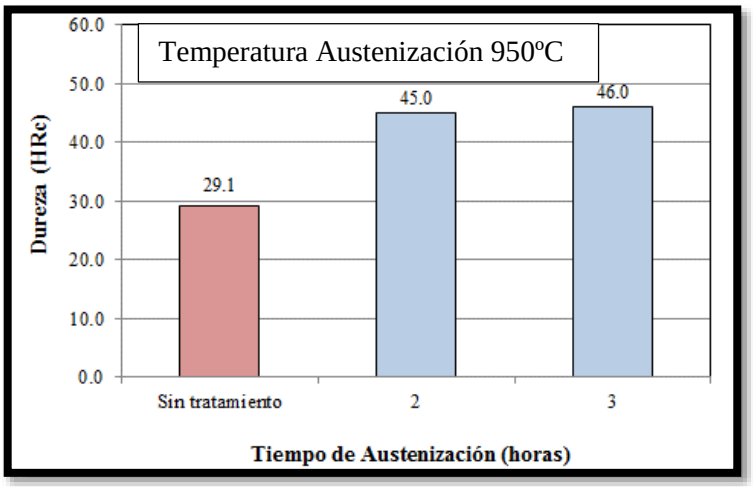

Figura Nro. 4.10 Dureza en función del tiempo de austenización. Temperatura de Austenización 950ºC.

Fuente: Elaboración propia

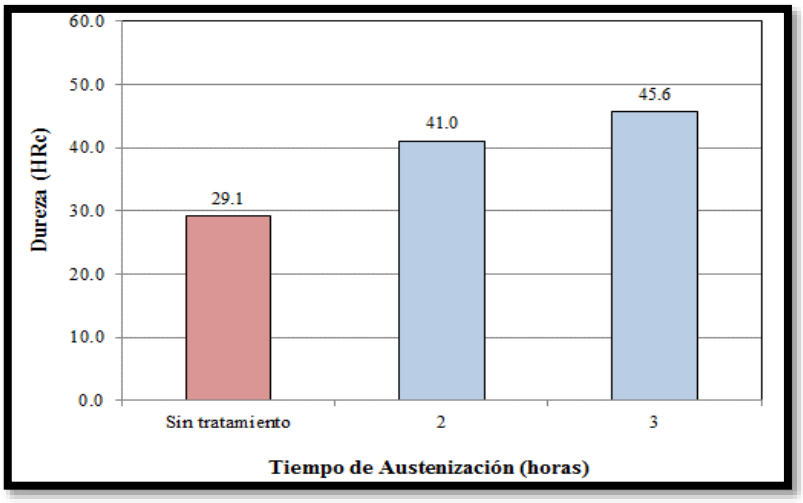

Figura Nro. 4.11 Dureza en función del tiempo de austenización. Temperatura de Austenización 1000ºC.
Fuente: Elaboración propia.

La Figura Nro. 4.12, presenta las durezas alcanzadas por muestras ensayadas a diferentes condiciones de prueba y la comparación con la dureza de la muestra sin tratamiento.

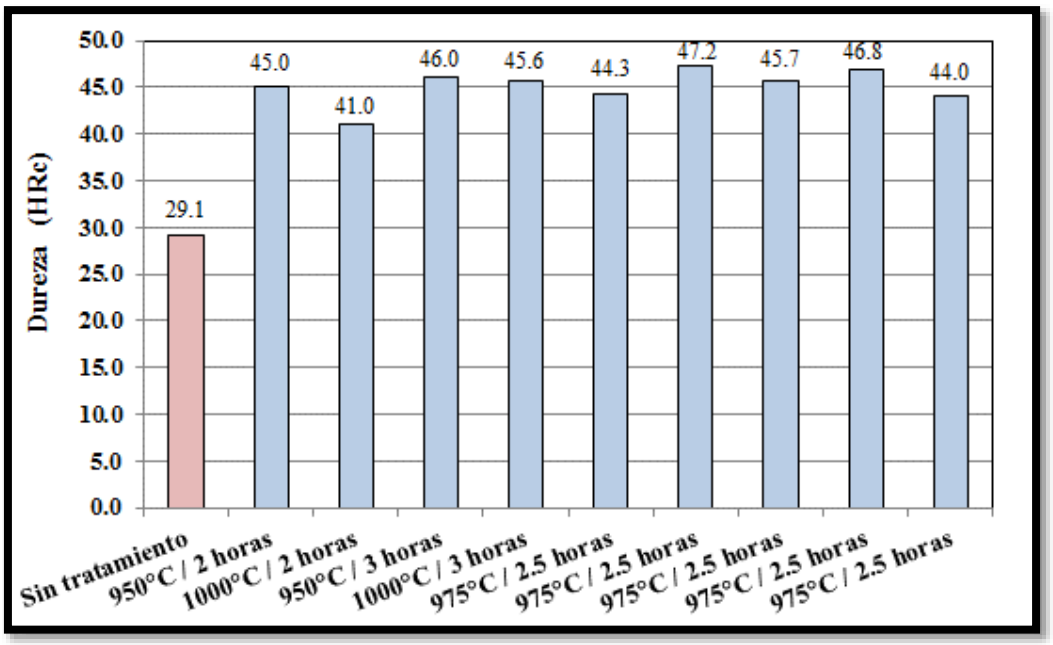

Figura Nro. 4.12. Dureza después del Tratamiento térmico
Fuente: Elaboración propia

4.3 Diseño Experimental para el Tamaño de Grano Austenítico

Se utilizó un diseño experimental factorial 2^2, con cinco réplicas en el centro del modelo y considerando como variables: Temperatura y Tiempo de austenización. Las Tablas Nro. 4.5 y Nro. 4.6, muestran las variables a considerar y la matriz del diseño factorial.

Tabla Nro. 4.5

Variables y niveles del diseño factorial

Variable	Nivel (-)	Nivel (+)
Z_1: Temperatura de austenización (°C)	950	1000
Z_2: Tiempo de austenización (horas)	2	3

Fuente: Elaboración propia

Se considera importante medir el tamaño de grano austenítico presentado por las muestras después de ser sometidas a tratamiento térmico.

Tabla Nro. 4.6

Matriz del diseño factorial

Prueba	Z_1	Z_2	X_1	X_2
1	950	2	-1	-1
2	1000	2	+1	-1
3	950	3	-1	+1
4	1000	3	+1	+1
5	975	2.5	0	0
6	975	2.5	0	0
7	975	2.5	0	0
8	975	2.5	0	0
9	975	2.5	0	0

Fuente: Elaboración propia

4.3.1 Análisis de la variación del Tamaño de Grano Austenítico

La Tabla Nro. 4.7, muestra la matriz del diseño con valores codificados para el tamaño de grano austenítico obtenidos a diferentes condiciones de prueba.

Tabla Nro. 4.7

Matriz del diseño con factores codificados para el tamaño de grano austenitico.

Prueba	X_1	X_2	Tamaño de Grano ASTM
1	-1	-1	**8.5**
2	+1	-1	**7.9**
3	-1	+1	**8.5**
4	+1	+1	**8.1**
5	0	0	**8.8**
6	0	0	**8.1**
7	0	0	**7.9**
8	0	0	**8.1**
9	0	0	**8.3**

Fuente: Elaboracion propia

4.3.2 Análisis de la Varianza

Para el análisis de la Varianza se utiliza la siguiente expresión matemática, que representa a la variabilidad total de los datos en sus partes componentes:

$$SS_{total} = SS_{efectos} + SS_{error}$$

Donde:

SS_{total} = suma total de cuadrados

$SS_{efectos}$ = suma de cuadrados debida a los tratamientos

SS_{error} = suma de cuadrados debida al error

Para el análisis de la varianza de un diseño factorial

$$SStotal = \sum_{i=1}^{2}\sum_{j=1}^{2}\sum_{k=1}^{r} Y_{ijk}^2 - \frac{Y^2}{Nr}$$

Donde:

N = número de pruebas experimentales

r = número de réplicas en el diseño

O sea, SS_{total} es igual a la suma de cada una de las respuestas elevadas al cuadrado, menos la suma de todas respuestas elevada al cuadrado dividida por el número total de experimentos por el número de réplicas efectuadas.

La suma de cuadrados de los efectos e interacciones se da por la siguiente relación*:*

$$\left(\frac{\sum_{i=1}^{N} X_{ij\,Y_j}}{Nr}\right)^2$$

A través del cálculo del efecto puede determinarse si las variables tienen incidencia importante en el proceso. La manera precisa y estadística de medir la importancia de esta variable es por el teorema de Cochran, que se resumen en la siguiente expresión:

$$F_o = \frac{MSEfectos}{MsError}$$

Donde:

MS Efectos = $SS_{Efectos}$/glT

MS Error = SS_{Error}/glE

glT = grados de libertad de los efectos. Igual a 1 en los diseños factoriales a dos niveles (2-1 = 1).

glE = grados de libertad de la suma de cuadrados del error igual a:

$$\sum_{i=1}^{Nr} Nrj - 1$$

Esto es, la sumatoria del número de réplicas menos 1. La Tabla Nro. 4.8, muestra el análisis de error para los factores del diseño experimental formulado.

ANOVA; Var, TG; R-sqr= 0.36377; Adj: 0.0; 2** (2-0) design: MS Residual = 0.944444

DV: TG

Tabla Nro. 4.8

Análisis de error para el Tamaño de Grano Austenitico

Factor	SS	df	MS	Fo	p
(1) TEMPAUST	0.250000	1	0.250000	2.647059	0.164670
(2) TIEMAUS	0.010000	1	0.010000	0.105882	0.758057
1 by 2	0.010000	1	0.010000	0.105882	0.758057
Error	0.472222	5	0.094444		
Total SS	0.742222	8			

Fuente: Elaboración Statgraphics.

Para un nivel de significación de α = 0.25; glT = 1; gle = 5 se tiene F (0.25; 1; 5) = 1.69. La condición de Fo > F (α; glt; gle) se cumple para la variable X1. Por consiguiente, el modelo matemático será:

$$\hat{Y} = 8.2444 - 0.25*X1 + 0.05*X2 + 0.05*X1*X2 + 0$$

Las Figuras Nros. 4.13 y Nro. 4.14, muestran el diagrama de superficie y de Pareto para el Tamaño de grano austenitico.

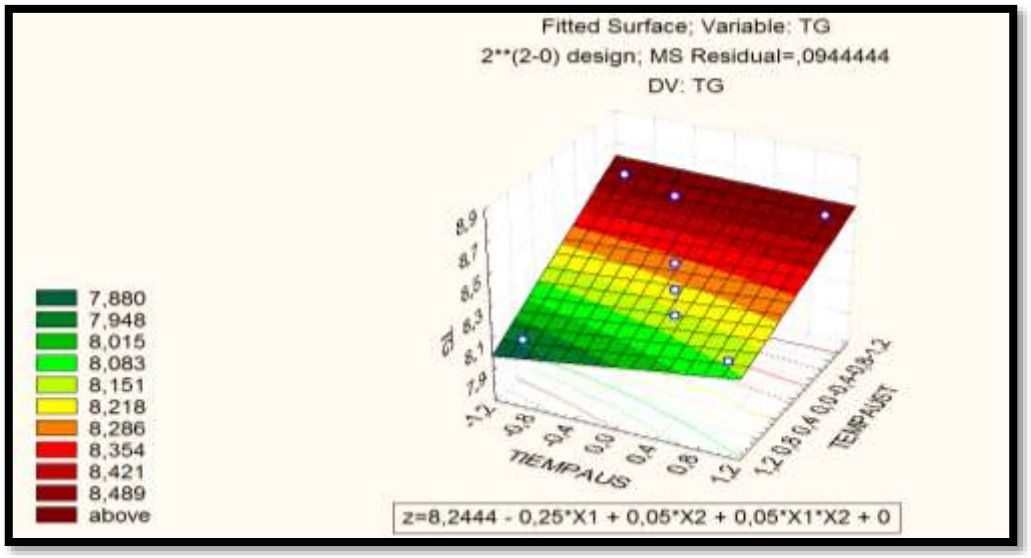

Figura Nro. 4.13 Diagrama de superficie para el Tamaño de grano austenítico
Fuente: Elaboración Statgraphics

El diagrama de Pareto, evidencia con claridad la fuerte incidencia de la temperatura de austenizacion en el proceso experimental estudiado. En la Figura Nro. 4.15, se presenta el ajuste de los valores observados con los estimados para el tamaño de grano austenítico.

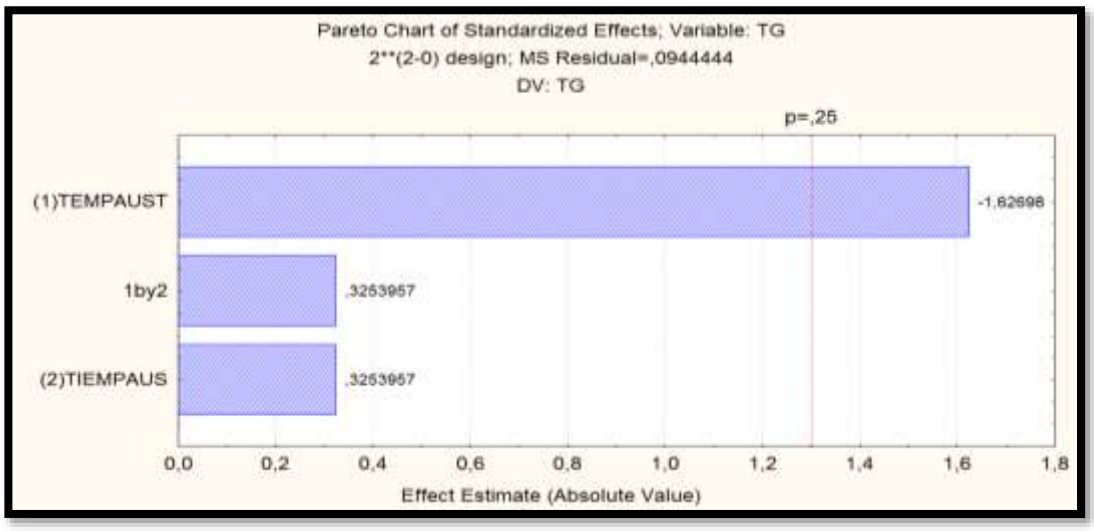

Figura Nro. 4.14 Diagrama de Pareto para el Tamaño de Grano Austenítico
Fuente: Elaboración Statgraphics

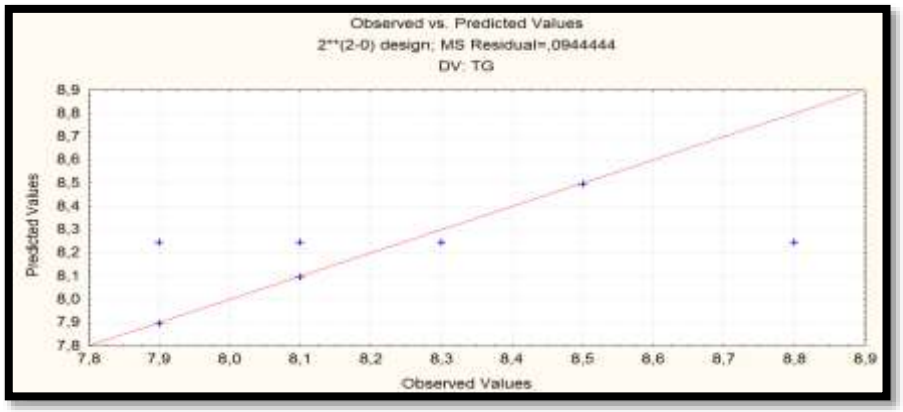

Figura Nro. 4.15 Valores observados Vs Valores estimados para el Tamaño de Grano Austenítico

Fuente: Elaboración Statgraphics.

En la gráfica de valores observados vs estimados se observa que describen una recta y un ajuste para tres puntos experimentales, confirmando el coeficiente de correlaciòn R^2 = 0.36377.

4.3.3 Análisis de Residuos para el Tamaño de Grano

Para el análisis de residuos se utliza las siguientes expresiones matemáticas:

$$SSMR = \sum_{i=1}^{N} \frac{\left(Y - \hat{Y}\right)^2}{Nr - l}$$

Donde:

$\hat{Y}$ = Y estimado o respuesta según modelo

Yr = Y observado o respuesta experimental

Nr = Nùmero total de experimentos

l = Nùmero de paràmetros del modelo matemático

Nr-l = grados de libertad del residuo = glR

$$Fo = \frac{\text{SSMR}}{MSerror}$$

El análisis de residuos, permite evaluar cuan distanciados se encuentran los valores estimados por el modelo matemàtico en relación a los valores experimentales. La Tabla Nro. 4.9, muestra la diferencia entre los valores experimentales y estimados para el tamaño de grano austenítico.

Tabla Nro. 4.9
Diferencia entre valores experimentales y estimados para el Tamaño de Grano Austenítico

Nro. Prueba	X1	X2	Yr	Ŷ	R=(Yr – Ŷ)
1	-1	-1	**8.5**	8.5	0.0
2	+1	-1	**7.9**	7.9	0.0
3	-1	+1	**8.5**	8.5	0.0
4	+1	+1	**8.1**	8.1	0.0
5	0	0	**8.8**	8.2	0.6
6	0	0	**8.1**	8.2	-0.1
7	0	0	**7.9**	8.2	-0.3
8	0	0	**8.1**	8.2	-0.1
9	0	0	**8.3**	8.2	0.1

Fuente: Elaboración propia.

$SSM_R = 0.48 / 7 = 0.0686$

Se determina estadísticamente si el modelo matemático hallado representa adecuadamente a los datos experimentales realizando el càlculo de: Fo = 0.0686 / 0.094444 = 0.7261

El modelo es adecuado si se cumple que **Fo < F** (α; glr; gle) ò F (0.25; 7; 5) = 1.89

Estadísticamente el modelo se ajusta adecuadamente a los resultados experimentales. El modelo decodificado queda de la siguiente manera:

Tamaño de Grano (ASTM) = 27.49444 – 0.0200 (Temperatura de austenización) – 3.8000 (Tiempo de austenización) + 0. 00400 (Temperatura de austenización)*(Tiempo de austenización)

Con ésta expresión matemática es posible construír un gráfico que permite predecir el tamaño de grano en función de la temperatura de austenización.

La Figura Nro. 4.16, presenta el tamaño de grano austenítico estimados con el modelo experimental obtenido con el programa STATISTICA.

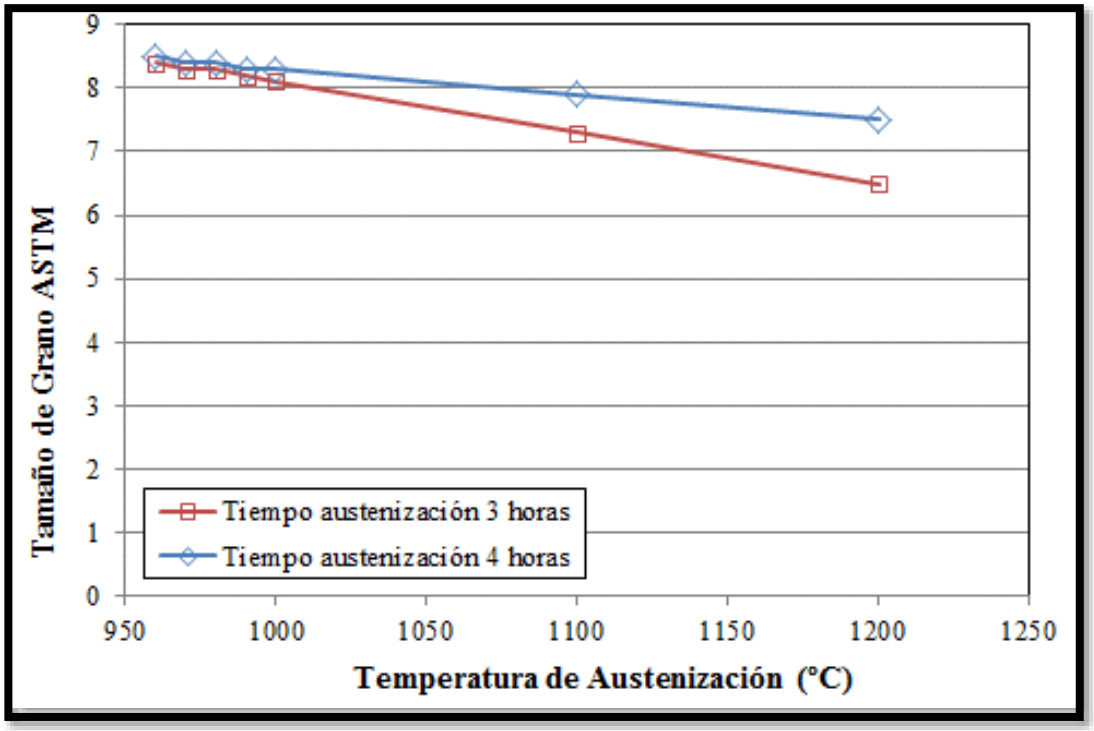

Figura Nro. 4.16. Estimación del tamaño de Grano austenítico en función de la Temperatura de austenización usando el modelo matemático experimental.

Fuente: Elaboración propia.

4.3.4 Efecto Individual de las Variables

Las Figuras Nro. 4.17 y Nro. 4.18, muestran el efecto promedio individual para las variables Temperatura de austenización y Tiempo de austenización sobre el tamaño de grano austenítico.

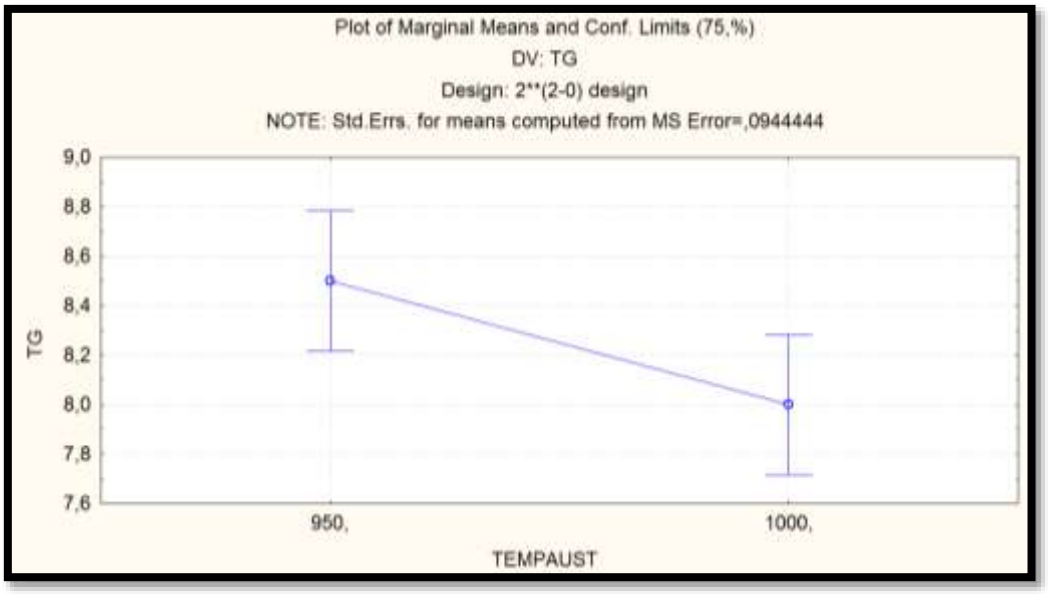

Figura Nro. 4.17. Efecto de la Temperatura de austenización sobre el Tamaño de grano

Fuente: Elaboración propia.

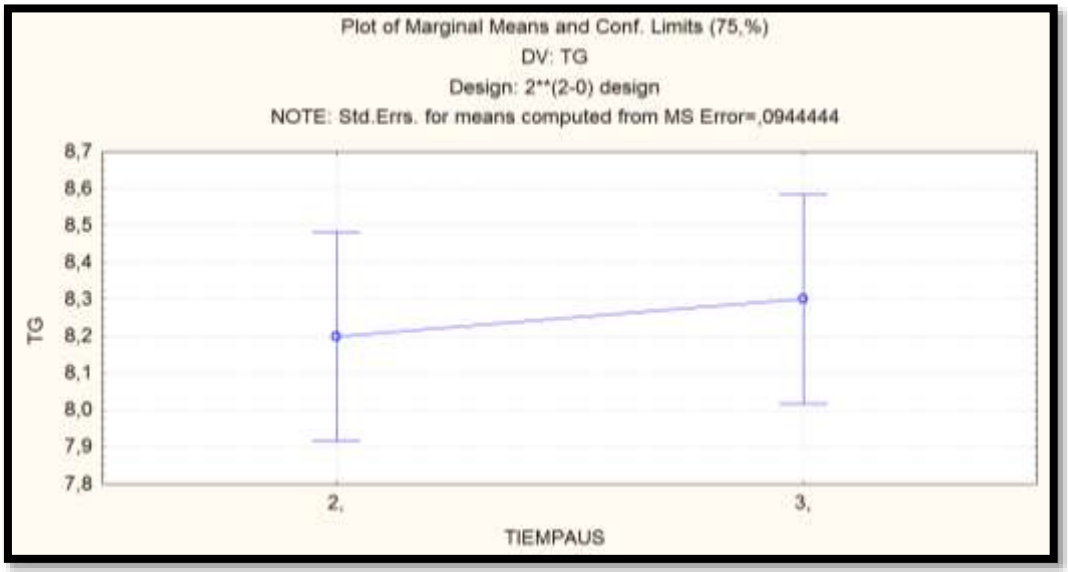

Figura Nro. 4.18. Efecto del Tiempo de austenización sobre el Tamaño de grano austenítico.

Fuente: Elaboración propia

4.3.5 Efecto de las Interacciones entre dos Variables

La Figura Nro. 4.19, muestra el efecto promedio de las interacciones entre las variables estudiadas sobre el tamaño de grano austenítico.

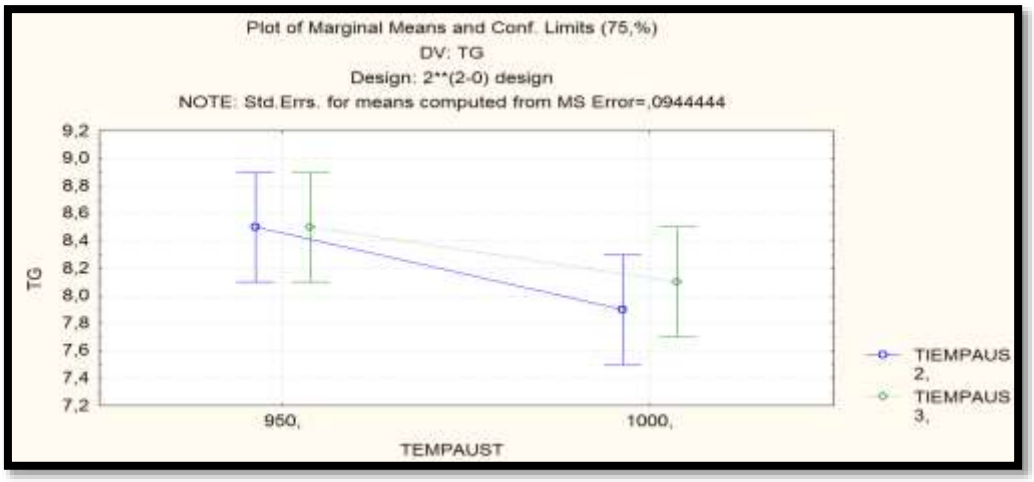

Figura Nro. 4.19. Efecto de la interacción entre la temperatura y el tiempo austenítico sobre el tamaño de grano austenítico.

Fuente: Elaboración propia

4.3.6 Grado de Interacción

La Figura Nro. 4.20, muestra el efecto promedio de las interacciones entre las dos variables estudiadas sobre el tamaño de grano austenítico.

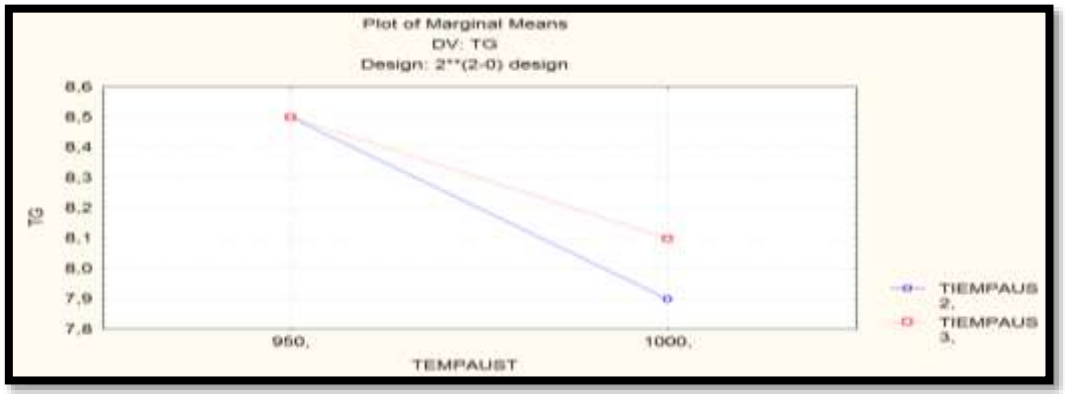

Figura Nro. 4.20 Grado de interacción entre la temperatura y el tiempo de austenización sobre el tamaño de grano austenítico.

Fuente: Elaboración propia

4.3.7 Diagramas de Contorno

La Figura Nro. 4.21, muestra el diagrama de contorno de máxima respuesta para el tamaño de grano austenítico.

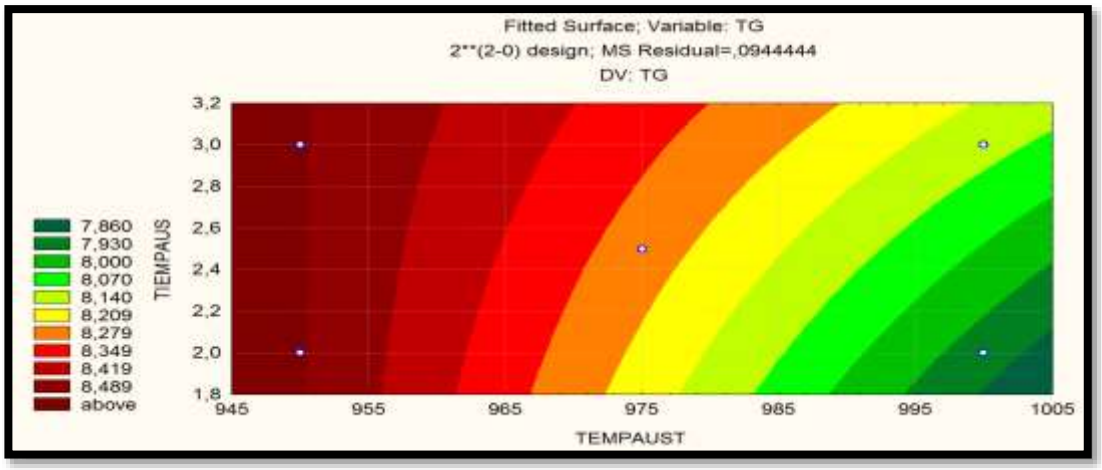

Figura Nro. 4.21 Diagrama de contorno entre la temperatura y el tiempo de austenización sobre el tamaño de grano austenítico.

Fuente: Elaboración propia

4.4 Diseño Experimental Dureza

Se utilizó un diseño experimental factorial 2^2, con cinco réplicas en el centro del modelo y considerando como variables: Temperatura y el Tiempo de austenización. Las Tablas Nro. 4.10 y Nro. 4.11, muestran las variables a considerar y la matriz del diseño factorial.

Tabla Nro. 4.10
Variables y niveles del diseño factorial

Variable	Nivel (-)	Nivel (+)
Z_1: Temperatura de austenización (°C)	950	1000
Z_2: Tiempo de austenización (horas)	2	3

Fuente: Elaboración propia

Se considera importante medir la dureza presentada por las muestras tratadas térmicamente a diferentes condiciones de prueba.

Tabla Nro. 4.11
Matriz del diseño factorial

Prueba	Z_1	Z_2	X_1	X_2
1	950	2	-1	-1
2	1000	2	+1	-1
3	950	3	-1	+1
4	1000	3	+1	+1
5	975	2.5	0	0
6	975	2.5	0	0
7	975	2.5	0	0
8	975	2.5	0	0
9	975	2.5	0	0

Fuente: Elaboración propia

4.4.1 Análisis de la variación de la Dureza

La Tabla Nro. 4.12, muestra la matriz del diseño con valores codificados para la Dureza obtenida a diferentes condiciones de prueba.

Tabla Nro. 4.12
Matriz del diseño con factores codificados para la Dureza.

Prueba	X_1	X_2	Dureza (HRc)
1	-1	-1	**45.0**
2	+1	-1	**41.0**
3	-1	+1	**46.0**
4	+1	+1	**45.6**
5	0	0	**44.3**
6	0	0	**47.2**
7	0	0	**45.7**
8	0	0	**46.8**
9	0	0	**44.0**

Fuente: Elaboración propia

4.4.2 Análisis de la Varianza

Para el análisis de la Varianza se utiliza la siguiente expresión matemática, que representa a la variabilidad total de los datos en sus partes componentes:

$$SS_{total} = SS_{efectos} + SS_{error}$$

Donde:

SS_{total} = suma total de cuadrados

$SS_{efectos\ =\ suma}$ de cuadrados debida a los tratamientos

SS_{error} = suma de cuadrados debida al error

Para el análisis de la varianza de un diseño factorial

$$SStotal = \sum_{i=1}^{2} \sum_{j=1}^{2} \sum_{k=1}^{r} Y_{ijk}^2 - \frac{Y^2}{Nr}$$

Donde:

N = número de pruebas experimentales

r = número de réplicas en el diseño

O sea, SS_{total} es igual a la suma de cada una de las respuestas elevadas al cuadrado, menos la suma de todas respuestas elevada al cuadrado dividida por el número total de experimentos por el número de réplicas efectuadas.

La suma de cuadrados de los efectos e interacciones se da por la siguiente relación*:*

$$\left(\frac{\sum_{i=1}^{N} X_{ij\,Y_j}}{Nr} \right)^2$$

A través del cálculo del efecto puede determinarse si las variables tienen incidencia importante en el proceso. La manera precisa y estadística de medir la importancia

de esta variable es por el teorema de Cochran, que se resumen en la siguiente expresión:

$$F_o = \frac{MSEfectos}{MsError}$$

Donde:

MS Efectos = $SS_{Efectos}$/glT

MS Error = SS_{Error}/glE

glT = grados de libertad de los efectos. Igual a 1 en los diseños factoriales a dos niveles (2-1 = 1).

glE = grados de libertad de la suma de cuadrados del error igual a:

$$\sum_{i=1}^{Nr} Nrj - 1$$

Esto es, la sumatoria del número de réplicas menos 1. La Tabla Nro. 4.13, muestra el análisis de error para los factores del diseño experimental formulado.

ANOVA; Var, DUREZA; R-sqr=0.58145; Adj: 0.33031; 2** (2-0) desing: MS Residual = 2.292

DV: HRC

Tabla Nro. 4.13
Análisis de error para la Dureza

Factor	SS	df	MS	Fo	p
(1) TEMPAUST	4.84000	1	4.840000	2.111693	0.205911
(2) TIEMAUST	7.84000	1	7.840000	3.420593	0.123631
1 by 2	3.24000	1	3.240000	1.413613	0.287840
Error	11.46000	5	2.292000		
Total SS	27.38000	8			

Fuente: Elaboración propia

Para un nivel de significación de α = 0.25; glT = 1; gle = 5 se tiene F (0.25; 1; 5) = 1.61. La condición de Fo > F (α; glt; gle) se cumple para la variable X1 y X2. Por consiguiente, el modelo matemático será:

$$\hat{Y} = 45.0666 - 1.1*X1 + 1.4*X2 + 0.9*X1*X2 + 0$$

Las Figuras Nro. 4.22 y Nro 4.23, muestran el diagrama de superficie y de Pareto para la Dureza.

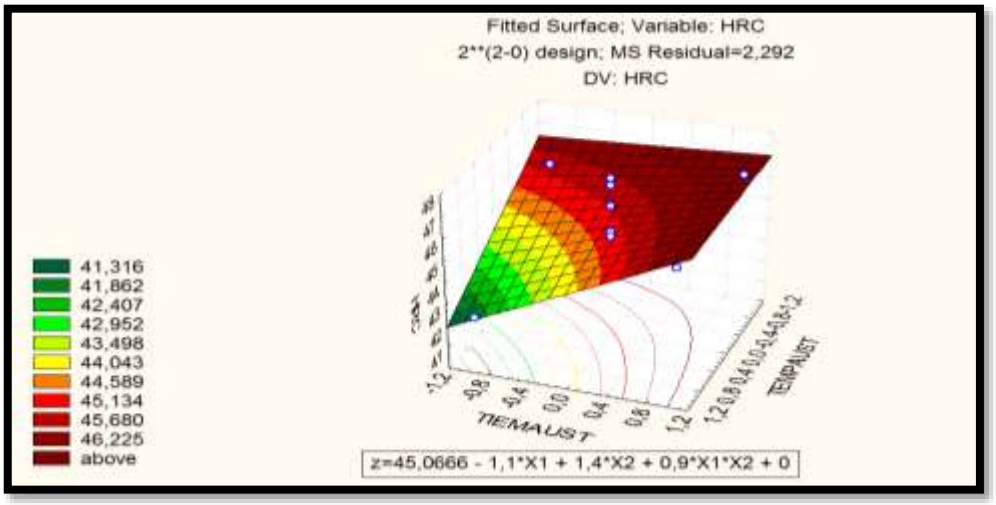

Figura Nro. 4.22 Diagrama de superficie para la Dureza
Fuente: Elaboración propia

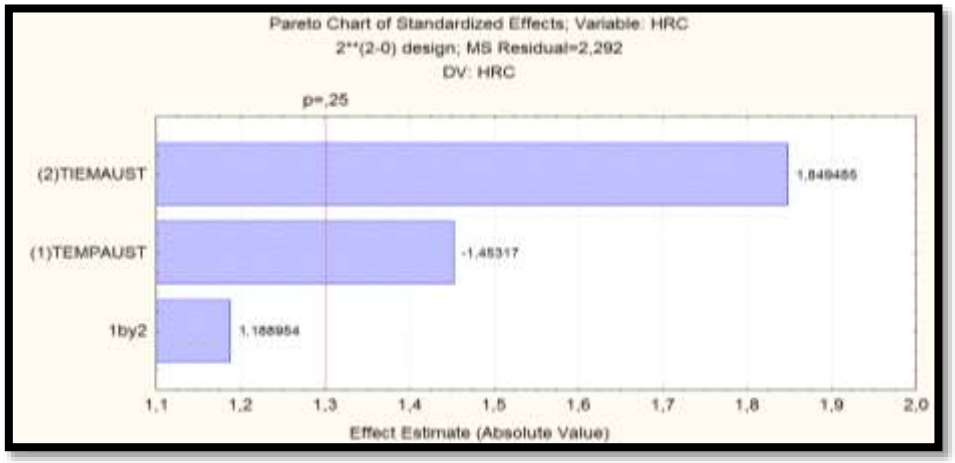

Figura Nro. 4.23. Diagrama de Pareto para la Dureza
Fuente: Elaboración propia

El diagrama de Pareto, evidencia con claridad la fuerte incidencia de la temperatura y el tiempo de austenización en el proceso experimental estudiado. En la Figura Nro. 4.24, se presenta el ajuste de los valores observados con los estimados para la Dureza.

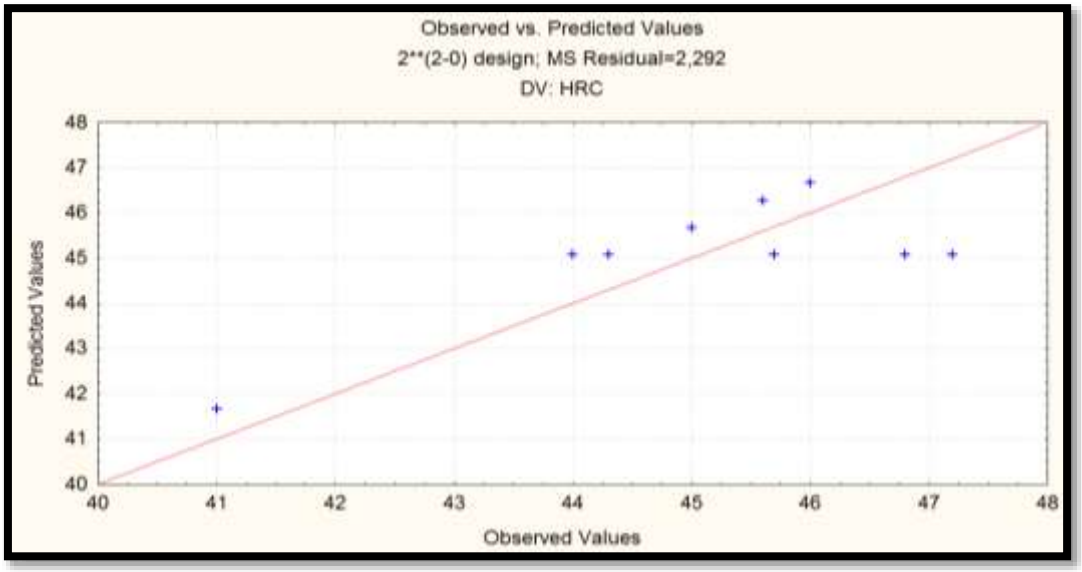

Figura Nro. 4.24 Valores observados VS Valores estimados para la Dureza
Fuente: Elaboración propia

En la gráfica de valores observados vs estimados se observa que describen una recta y su ajuste, confirmando el coeficiente de correlación R^2 = 0.58145.

4.4.3 Análisis de Residuos para la Dureza

Para el análisis de residuos se utliza las siguientes expresiones matemáticas:

$$SSMR = \sum_{i=1}^{N} \frac{\left(Y - \hat{Y}\right)^2}{Nr - l}$$

Donde:

$\hat{Y}$ = Y estimado o respuesta según modelo

Yr = Y observado o respuesta experimental

Nr = Número total de experimentos

l = Número de paràmetros del modelo matemático

Nr-l = grados de libertad del residuo = glR

$$Fo = \frac{\text{SSMR}}{MSerror}$$

El análisis de residuos, permite evaluar cuan distanciados se encuentran los valores estimados por el modelo matemático en relaciòn a los valores experimentales. La Tabla Nro. 4.14, muestra la diferencia entre los valores experimentales y estimados para la Dureza.

Tabla Nro. 4.14

Diferencia entre valores experimentales y estimados para la Dureza

Nro. Prueba	X1	X2	Yr	Ŷ	R=(Yr – Ŷ)
1	-1	-1	**45.0**	45.7	0.7
2	+1	-1	**41.0**	41.7	0.7
3	-1	+1	**46.0**	46.7	0.7
4	+1	+1	**45.6**	46.3	-0.7
5	0	0	**44.3**	45.1	-0.8
6	0	0	**47.2**	45.1	2.1
7	0	0	**45.7**	45.1	0.6
8	0	0	**46.8**	45.1	1.7
9	0	0	**44.0**	45.1	-1.1

Fuente: Elaboración propia

SSM_R = 7.5433 / 7 = 1.0776

Se determina estadìsticamente si el modelo matemàtico hallado representa adecuadamente a los datos experimentales realizando el cálculo de: Fo = 1.0776 / 2.292000 = 0.4702

El modelo es adecuado si se cumple que **Fo < F** (α; glr; gle) ò F (0.25; 7; 5) = 1.81

Estadísticamente el modelo se ajusta adecuadamente a los resultados experimentales. El modelo decodificado queda de la siguiente manera:

Dureza (HRC) = 256.4666 – 0.2240 (Temperatura Austenización) - 67.4000 (Tiempo Austenización) + 0.07200 (Temperatura Austenización)*(Tiempo Austenización) + 0

Con ésta expresión matemática es posible construír un gráfico que permite predecir la Dureza en función de la temperatura de austenización.

La Figura Nro. 4.25, presenta los valores de dureza estimadas con el modelo experimental obtenido con el programa STATISTICA.

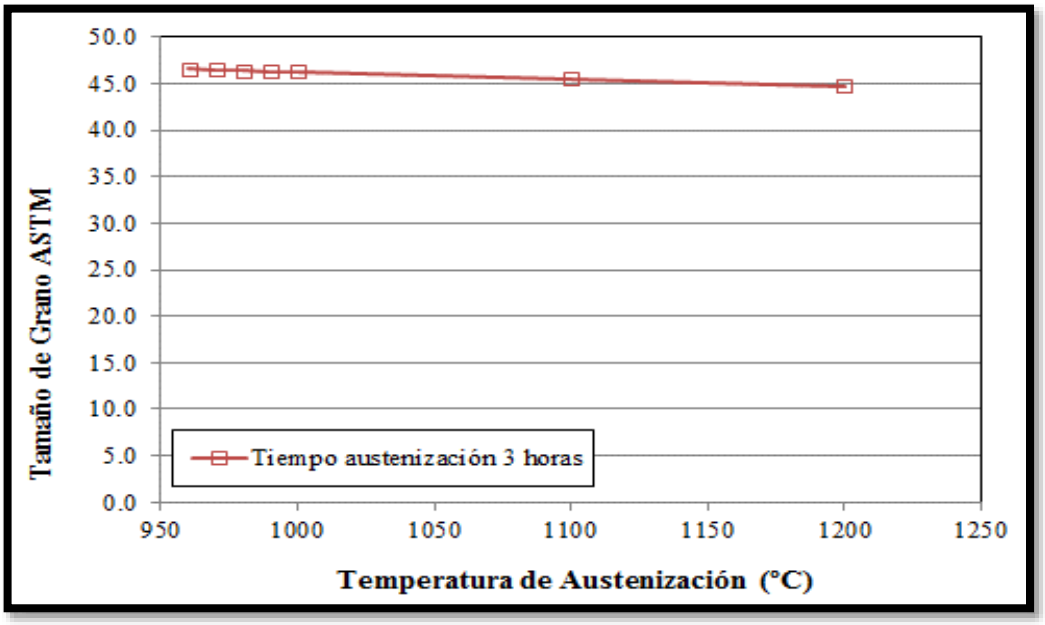

Figura Nro. 4.25. Estimación de Durezas en función de la Temperatura de austenización usando el modelo matemático experimental.

Fuente: Elaboración propia

4.4.4 Efecto Individual de las Variables

Las Figuras Nro. 4.26 y Nro. 4.27, muestran el efecto promedio individual para las variables temperatura y tiempo de austenización sobre la dureza

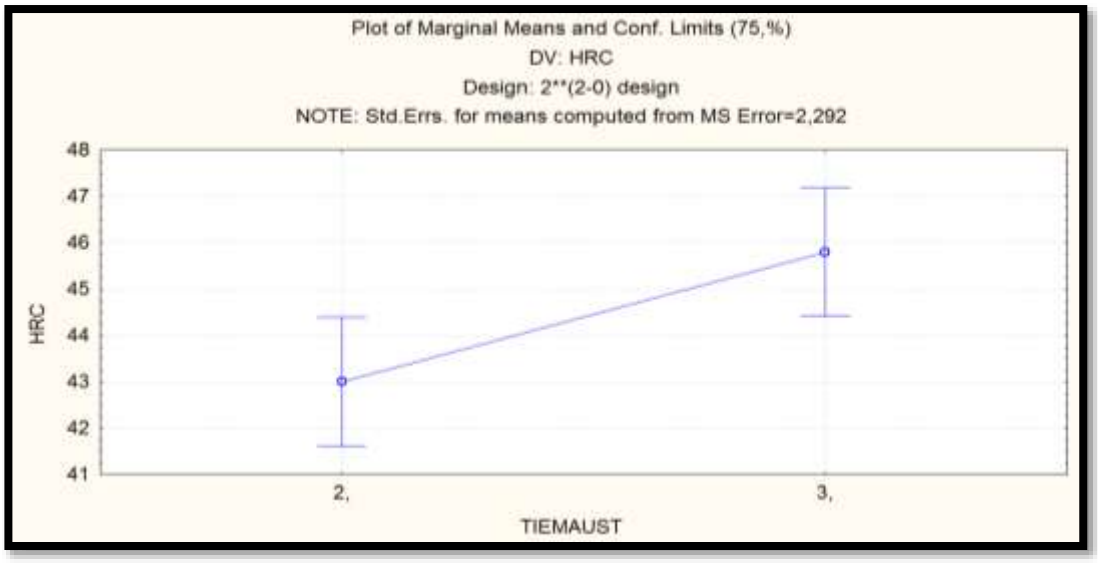

Figura Nro. 4.26. Efecto de la Temperatura de austenización sobre la dureza
Fuente: Elaboración propia

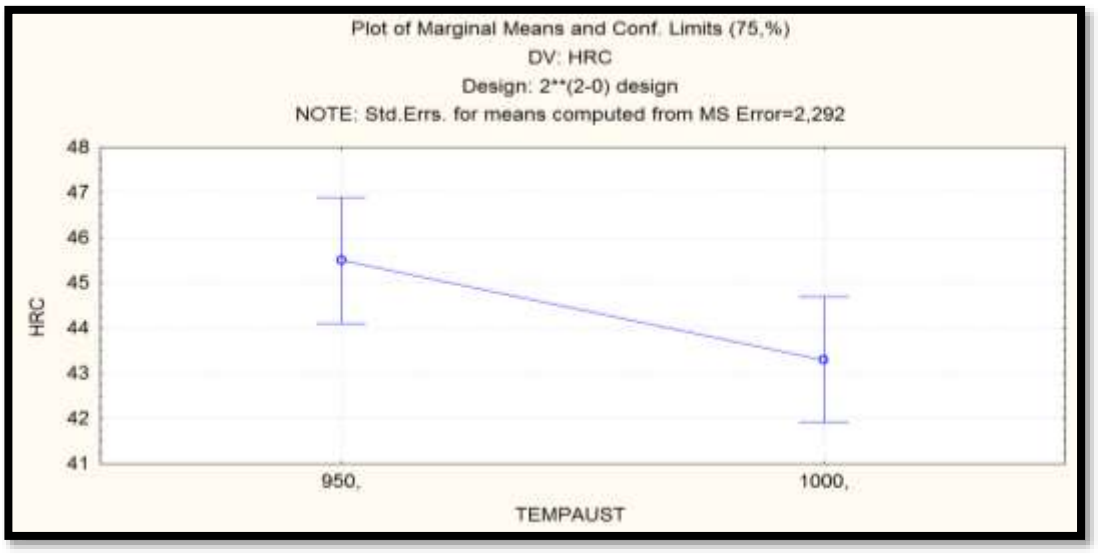

Figura Nro. 4.27 Efecto del Tiempo de austenización sobre la dureza
Fuente: Elaboración propia

4.4.5 Efecto de las Interacciones entre dos Variables

La Figura Nro. 4.28, muestra el efecto promedio de las interacciones entre las variables estudiadas sobre la dureza.

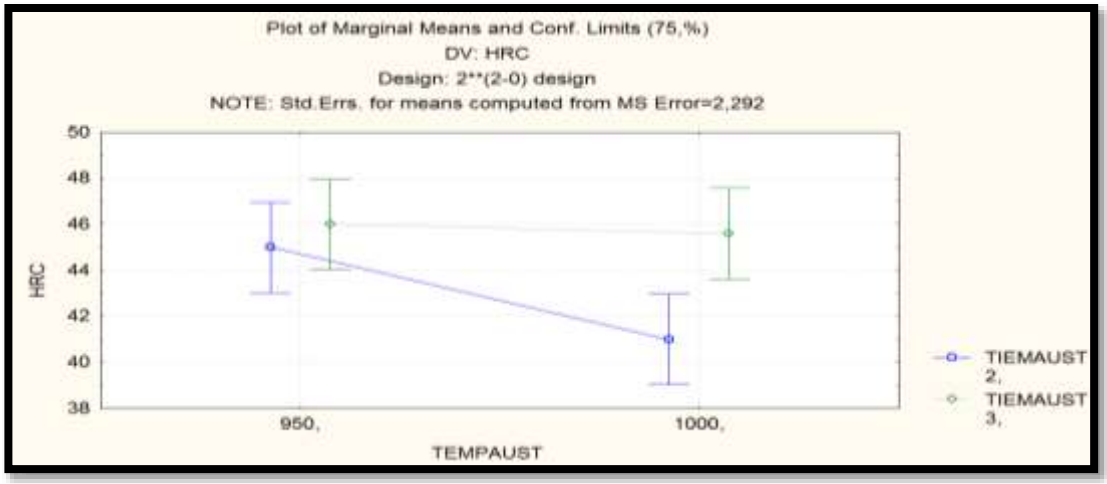

Figura Nro. 4.28. Efecto de la interacción entre la temperatura y el Tiempo de austenización sobre la dureza.

Fuente: Elaboración propia

4.4.6 Grado de Interacción

La Figura Nro. 4.29, muestra el efecto promedio de las interacciones entre las dos variables estudiadas sobre la dureza.

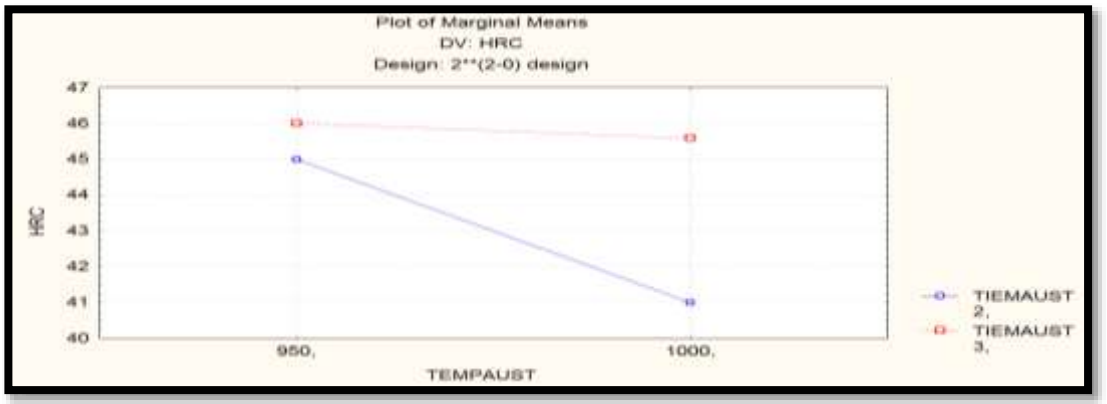

Figura Nro. 4.29. Grado de interacción entre la temperatura y el tiempo de austenización sobre la dureza.

Fuente: Elaboración propia

4.4.7 Diagramas de Contorno

La Figura Nro 4.30 muestra el diagrama de contorno máxima para la dureza.

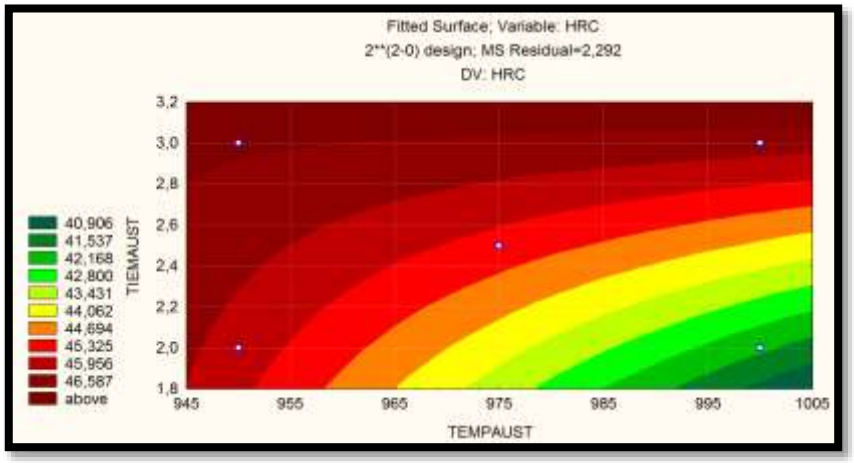

Figura Nro. 4.30. Diagrama de contorno entre la temperatura y el tiempo de austenización sobre la dureza.

Fuente: Elaboración propia

4.5 Metalografía

4.5.1 Microestructuras Formadas

Las Microfotografías Nro. 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 y 10; muestran las microestructuras formadas en muestras templadas en agua.

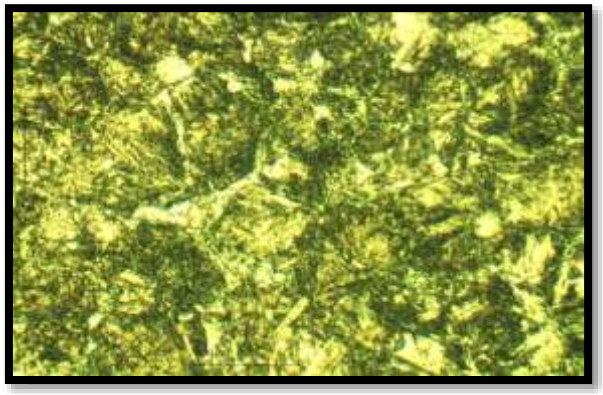

Figura Nro. 4.31 Microfotografía Nro. 2. Muestra 1. Martensita y austenita residual. Prueba 950°C/2 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

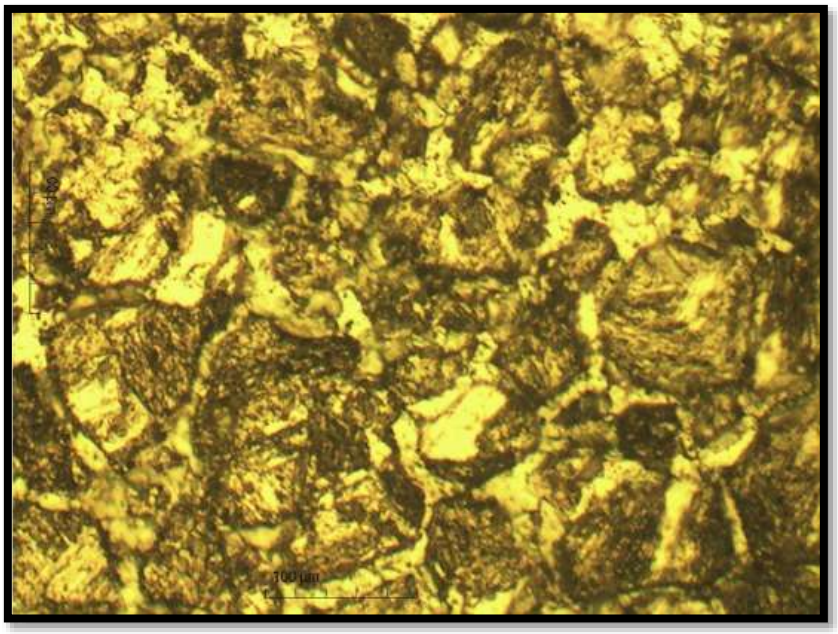

Figura Nro. 4.32 Microfotografía Nro. 3. Muestra 2. Martensita y cementita en borde de grano. Prueba 1000°C/2 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

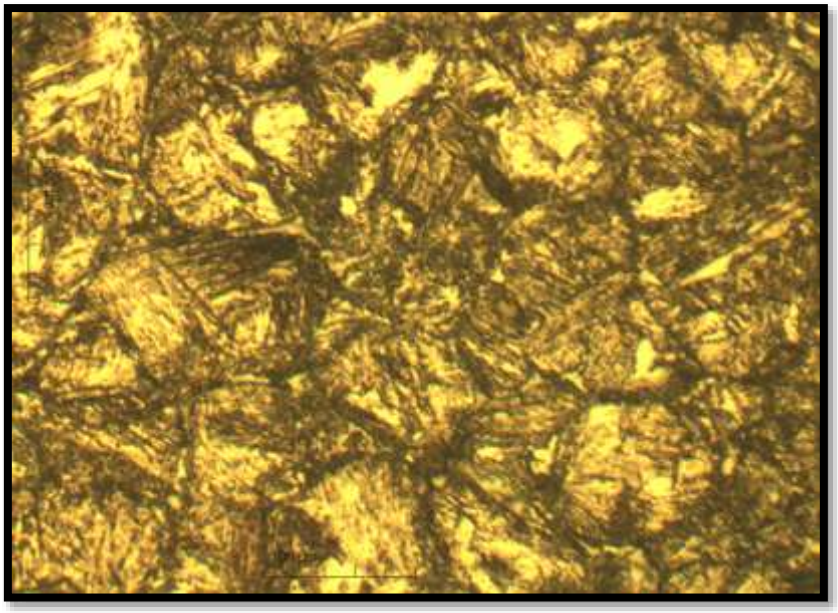

Figura Nro. 4.33 Microfotografía Nro. 4. Muestra 3. Martensita y austenita residual. Prueba 950°C/3 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

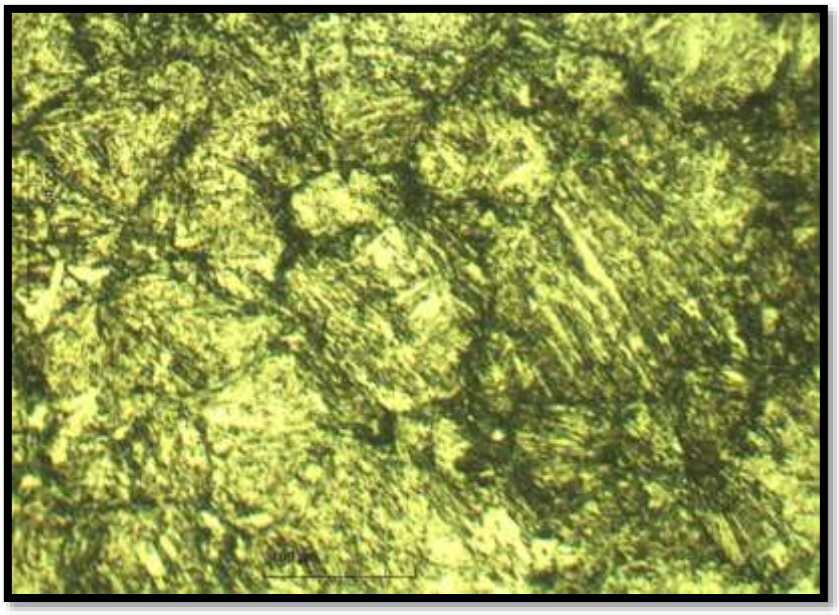

Figura Nro 4.34 Microfotografía Nro. 5. Muestra 4. Martensita. Prueba 1000°C/3 horas. / Aumento 1000x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

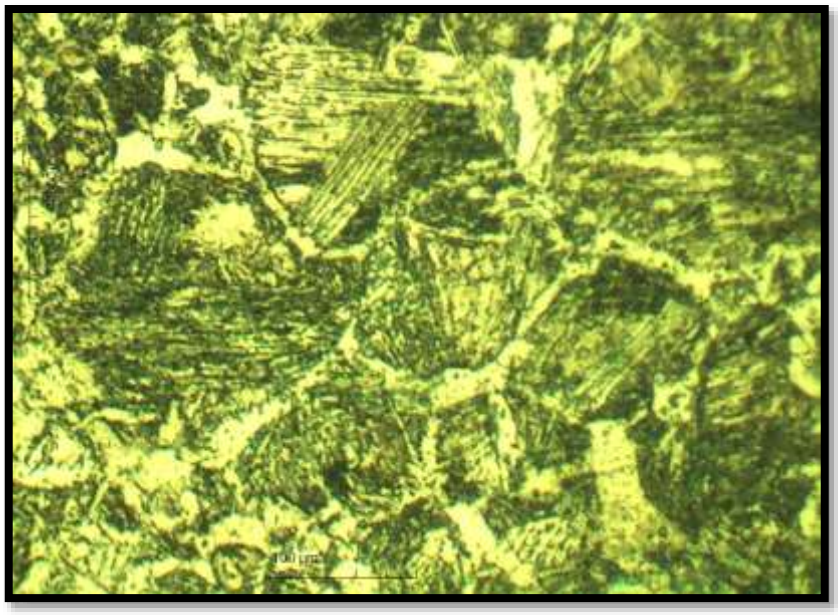

Figura Nro. 4.35 Microfotografía Nro. 6. Muestra 5. Martensita y cementita en borde de grano. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

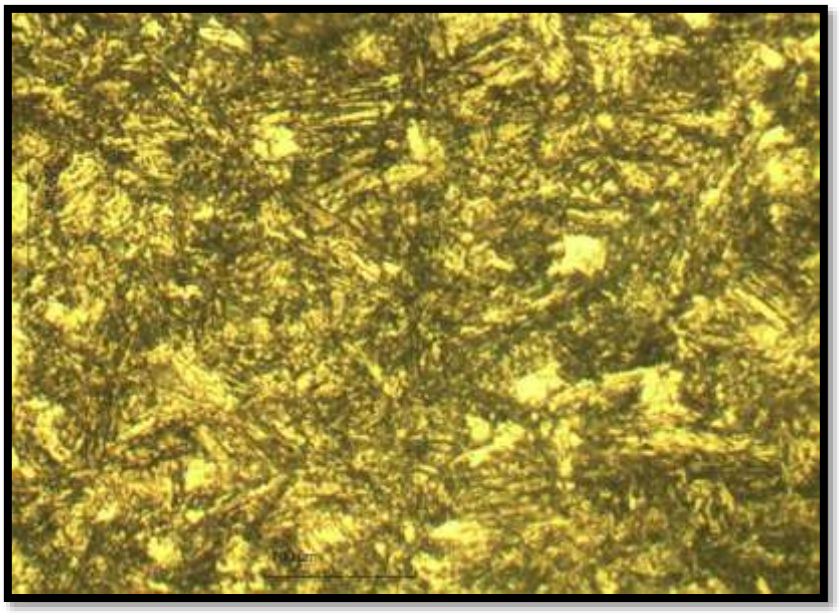

Figura Nro 4.36 Microfotografía Nro. 7. Muestra 6. Martensita y Austenita en borde de grano. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

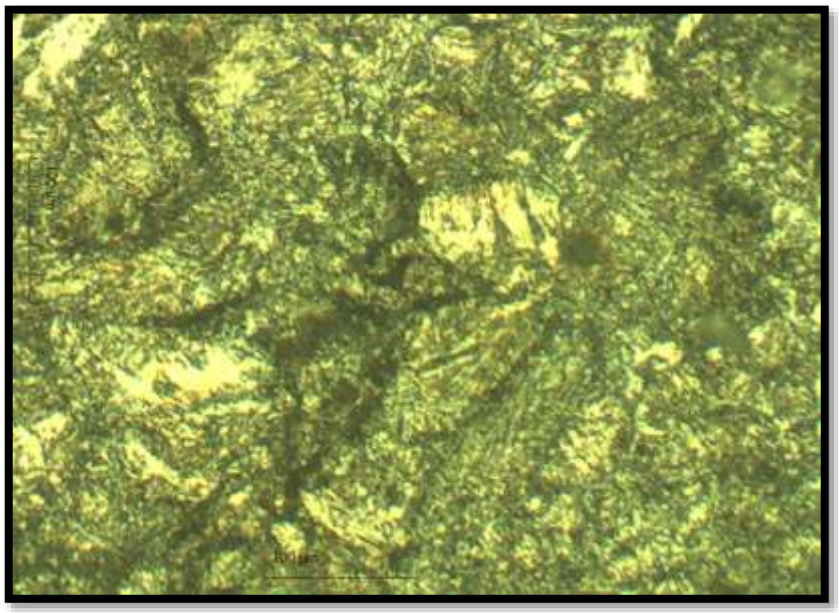

Figura Nro 4.37 Microfotografía Nro. 8. Muestra 7. Martensita y Austenita residual. / Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

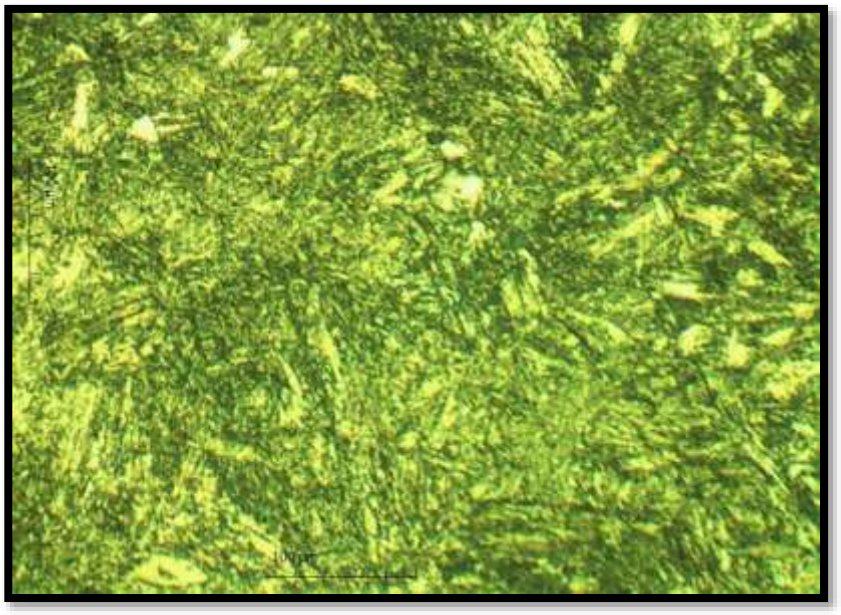

Figura Nro 4.38 Microfotografía Nro. 9. Muestra 8. Martensita y Austenita residual. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

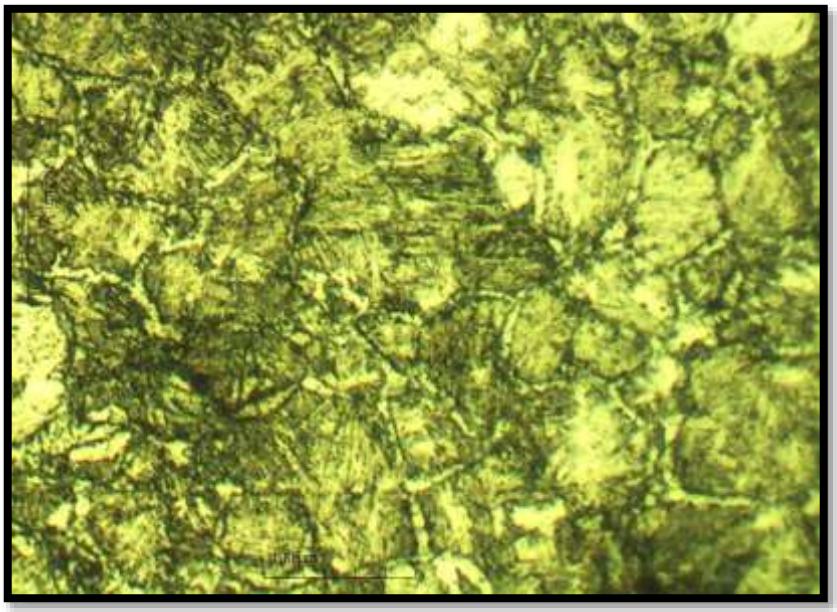

Figura Nro 4.39 Microfotografía Nro. 10. Muestra 9. Martensita y Ferrita en borde de grano. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 1000x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia.

4.6 Revelado del Tamaño de Grano Austenítico

Las Microfotografías Nro. 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18 y 19, muestran los granos austeníticos con bordes bien definidos.

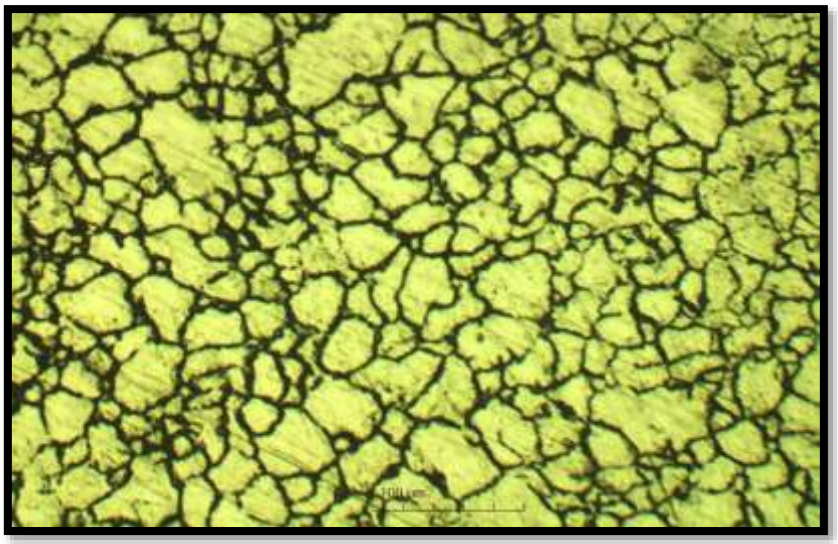

Figura Nro 4.40 Microfotografía Nro. 11. Muestra 1. Granos de austenita. Prueba 950°C/2 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

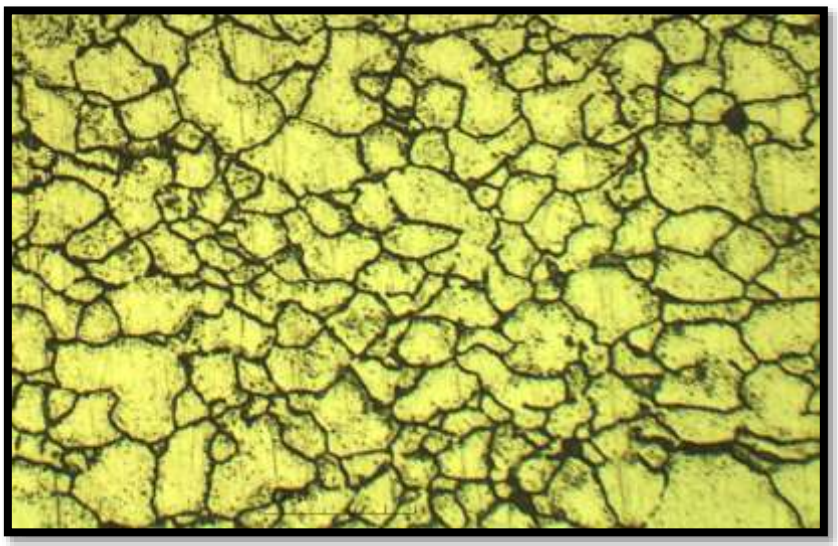

Figura Nro 4.41 Microfotografía Nro. 12. Muestra 2. Granos de austenita Prueba 1000°C/2 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

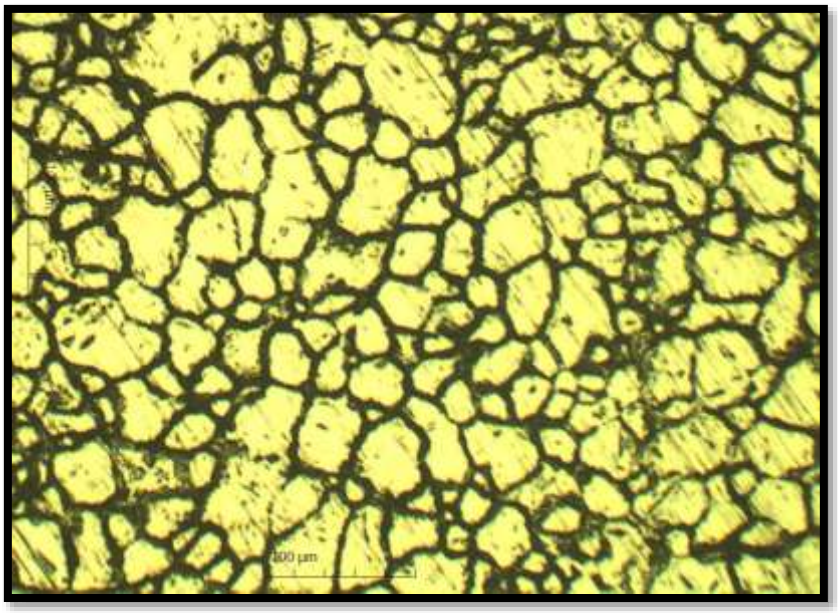

Figura Nro 4.42 Microfotografía Nro. 13. Muestra 3. Granos de austenita. Prueba 950°C/3 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

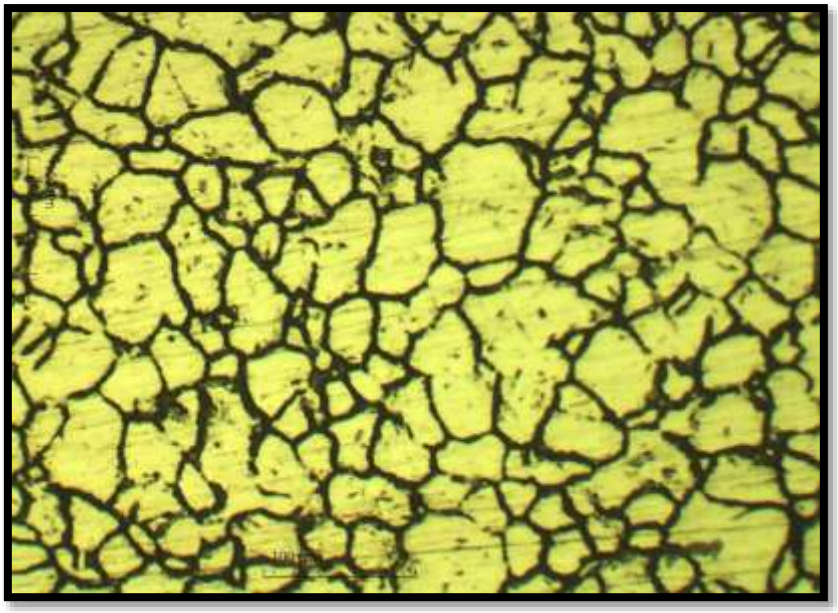

Figura Nro 4.43 Microfotografía Nro. 14. Muestra 4. Granos de austenita. Prueba 1000°C/3 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

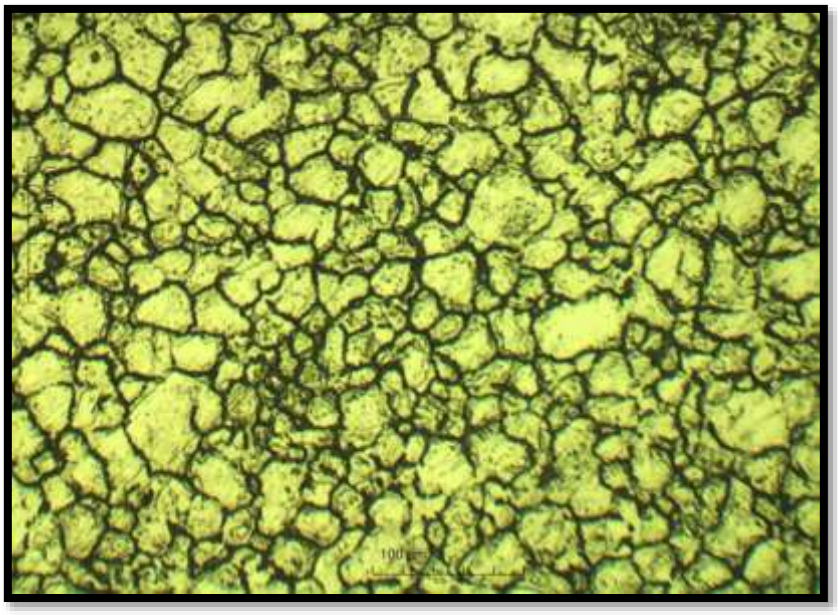

Figura Nro 4.44 Microfotografía Nro. 15. Muestra 5. Granos de austenita. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

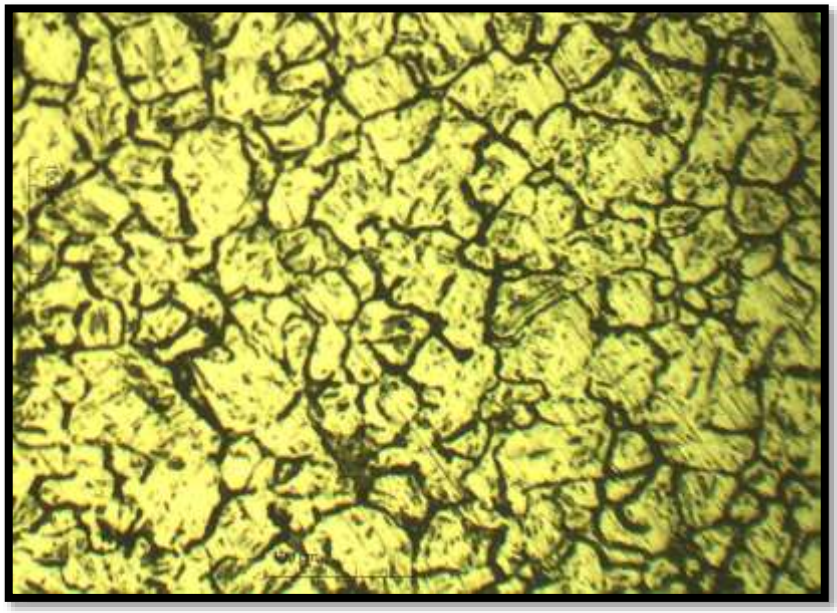

Figura Nro 4.45 Microfotografía Nro. 16, Muestra 6 Granos de austenita. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

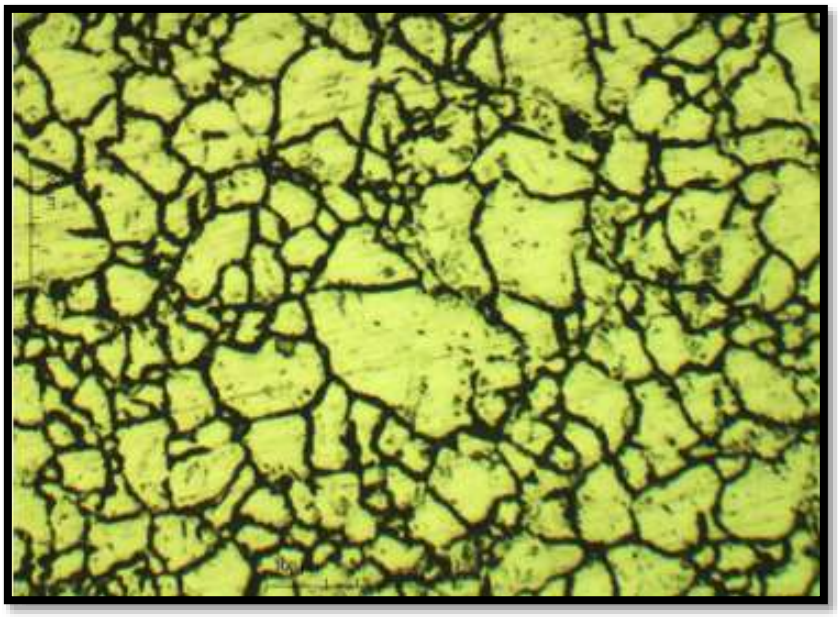

Figura Nro 4.46 Microfotografía Nro. 17. Muestra 7 Granos de austenita. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

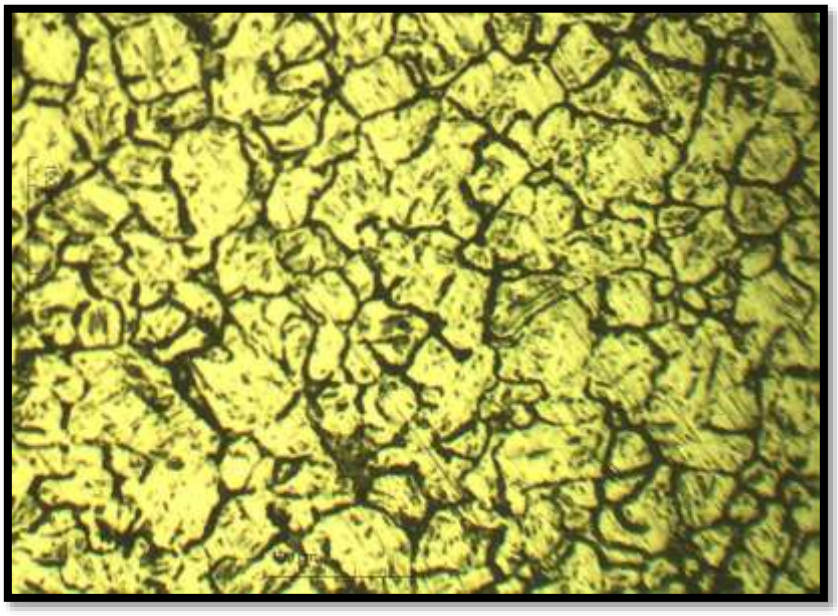

Figura Nro 4.47 Microfotografía Nro. 18. Muestra 8. Granos de austenita. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

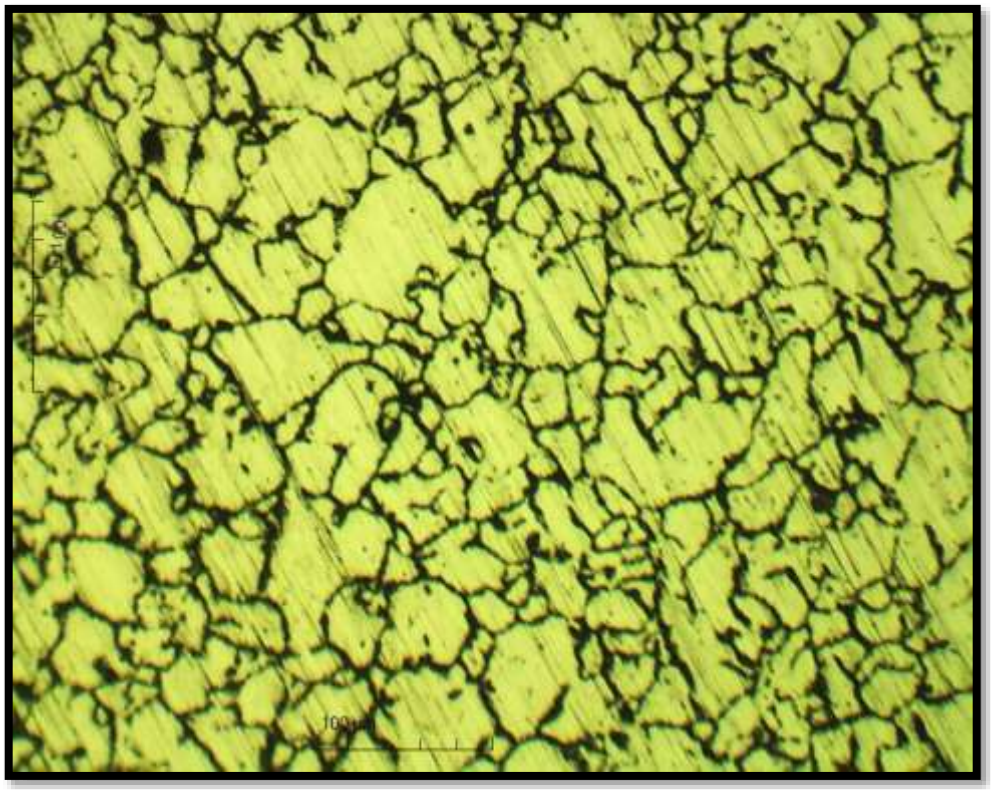

Figura Nro 4.48 Microfotografía Nro. 19. Muestra 9. Granos de austenita. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia.

4.7 Medición del Tamaño de Grano Austenítico

Las Microfotografías Nro. 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36 y 37, muestran la medición del tamaño de grano austenítico por los métodos de Heyn y Jeffries.

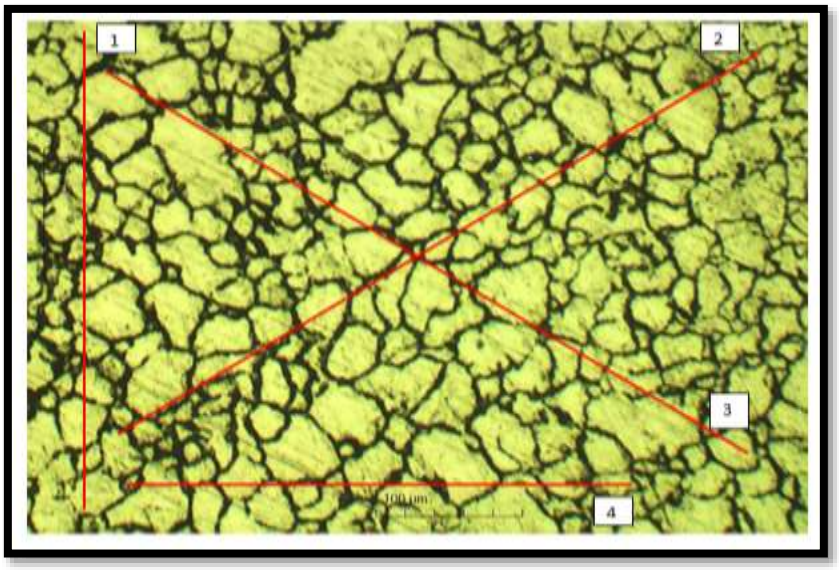

Figura Nro 4.49 Microfotografía Nro. 20. Muestra 1. Método de Heyn. Prueba 950°C/2 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.
Fuente: Elaboración propia

Línea	***Nro. granos intersecados***
1	11.5
2	19.5
3	16.5
4	13.0
TOTAL	***60.5***

NL = NI / L / M

NL: número de intercepto por unidad de longitud de la línea de ensayo

NI: número de granos intersecados

L: longitud de la línea de ensayo (mm)

M: Aumento

NL = 60.5 /((500)/ (500)) = 60.5 /1 = 60.5

G = (6.643856 Log (60.5) – 3.288)

G = 8.549

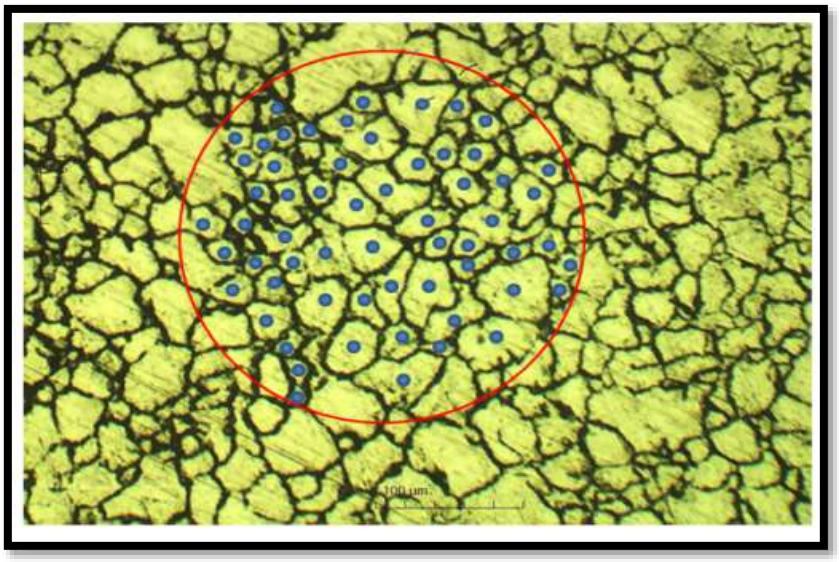

Figura Nro. 4.50 Microfotografía Nro. 21. Muestra 1. Método de Jeffries. Prueba 950°C/2 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

$$\textit{Nº de granos/mm}^2 \quad \textit{(NA)} = (n_1 + n_2/2) \times (f)$$

$$f = M^2/5000$$

NA: Nro. de granos/mm^2

n_1 : número de granos dentro del círculo

n_2: número de granos intersecados por el círculo

f: Múltiplo de Jeffries

M = Aumento

CONTEO:

n_1 = 60.0

$n_2/2$ = 13.5

De tablas: f para un aumento de 500X f = 50

$$NA = (60+13.5) \times (50) = 3675$$

$$G = 3.322 \ Log \ (3675) - 2.95$$

$$G = = 8.89$$

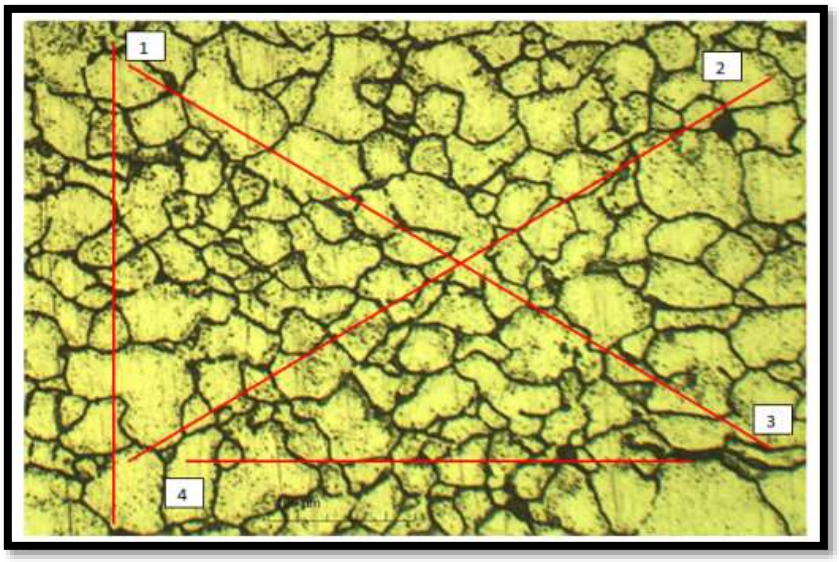

Figura Nro 4.51 Microfotografía Nro. 22. Muestra 2. Método de Heyn. Prueba 1000°C/2 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.
Fuente: Elaboración propia

Línea	***Nro. granos intersecados***
1	11.0
2	15.5
3	11.5
4	12.0
TOTAL	***50.0***

$$NL = NI / L / M$$

NL: número de interceptos por unidad de longitud de la línea de ensayo

NI: número de granos intersecados

L: longitud de la línea de ensayo (mm)

M: Aumento

$$NL = 60.5 /((500)/ (500)) = 50.0 /1 = 50.0$$

$$G = (6.643856 \, Log \, (50.0) – 3.288)$$

$$G = 7.9997$$

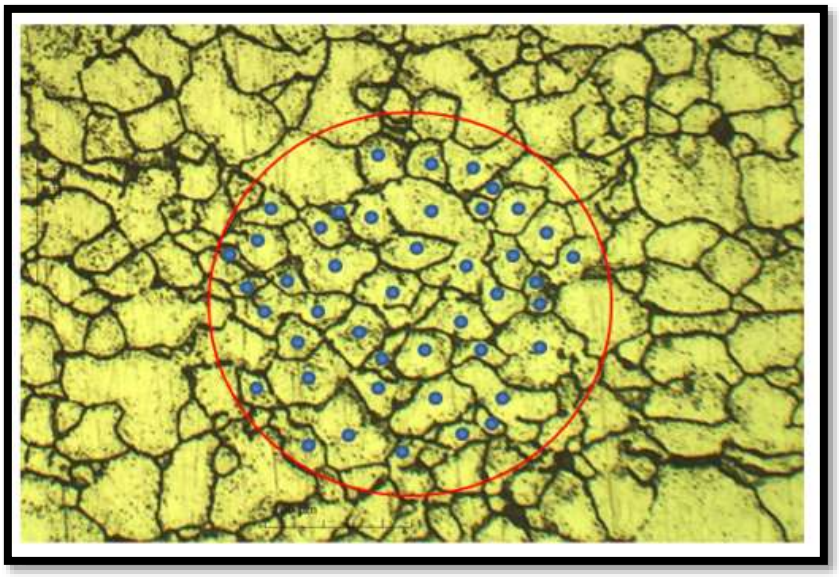

Figura Nro 4.52 Microfotografía Nro. 23. Muestra 2. Método de Jeffries. Prueba 1000°C/2 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

$$\textit{Nº de granos/mm}^2 \ \textit{(NA)} = (n_1 + n_2/2) \times (f)$$

$$f = M^2/5000$$

NA: Nro. de granos/mm^2

n_1 : número de granos dentro del círculo

n_2: número de granos intersecados por el círculo

f: Múltiplo de Jeffries

M = Aumento

CONTEO:

n_1 = 45.0

$n_2/2$ = 13.0

De tablas: f para un aumento de 500X f = 50

$$NA = (45.0+13.0) \times (50) = 2900$$

$$G = 3.322 \ Log \ (2900) - 2.95$$

$$G = 8.552$$

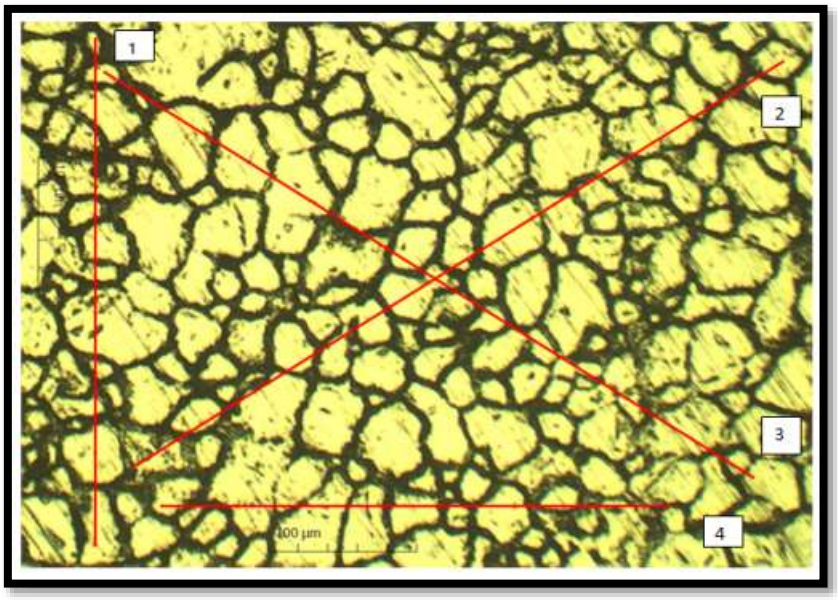

Figura Nro 4.53 Microfotografía Nro. 24. Muestra 3 Método de Heyn. Prueba 950°C/ 3 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.
Fuente: Elaboración propia

Línea	***Nro. granos intersecados***
1	13.0
2	18.0
3	17.5
4	11.0
TOTAL	***59.5***

NL = NI / L / M

NL: número de interceptos por unidad de longitud de la línea de ensayo

NI: número de granos intersecados

L: longitud de la línea de ensayo (mm)

M: Aumento

NL = 59.5 /((500)/ (500)) = 59.5 /1 = 59.1

G = (6.643856 Log (59.5) – 3.288)

G = 8.501

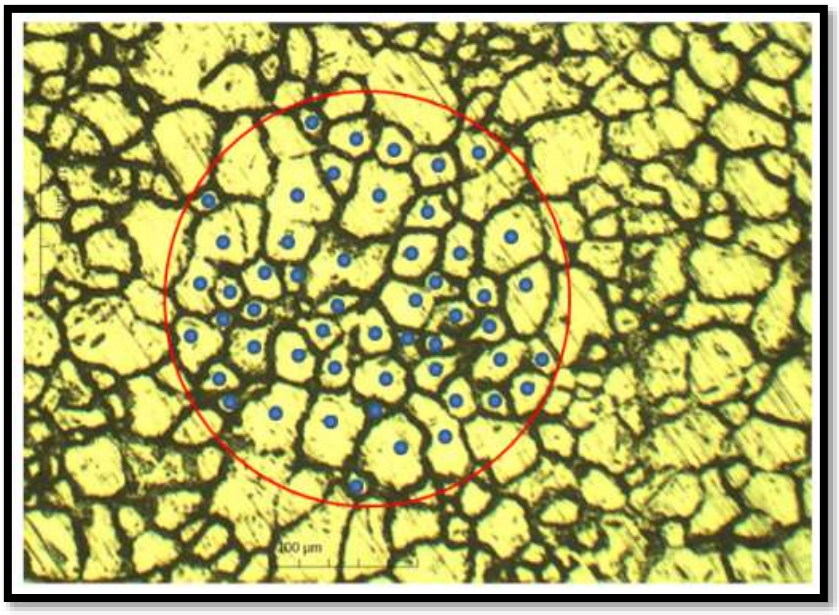

Figura Nro 4.54 Microfotografía Nro. 25. Muestra 3. Método de Jeffries. Prueba 950°C/3 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.
Fuente: Elaboración propia

$$\textit{Nº de granos/mm}^2 \ \ (NA) = (n_1 + n_2/2) \times (f)$$

$$f = M^2/5000$$

NA: Nro. de granos/mm^2

n_1 : número de granos dentro del círculo

n_2: número de granos intersecados por el círculo

f: Múltiplo de Jeffries

M = Aumento

CONTEO:

n_1 = 45.0

$n_2/2$ = 13.0

De tablas: f para un aumento de 500X f = 50

$$NA = (45.0+13.0) \times (50) = 2900$$

$$G = 3.322 \ Log \ (2900) - 2.95$$

$$G = 8.552$$

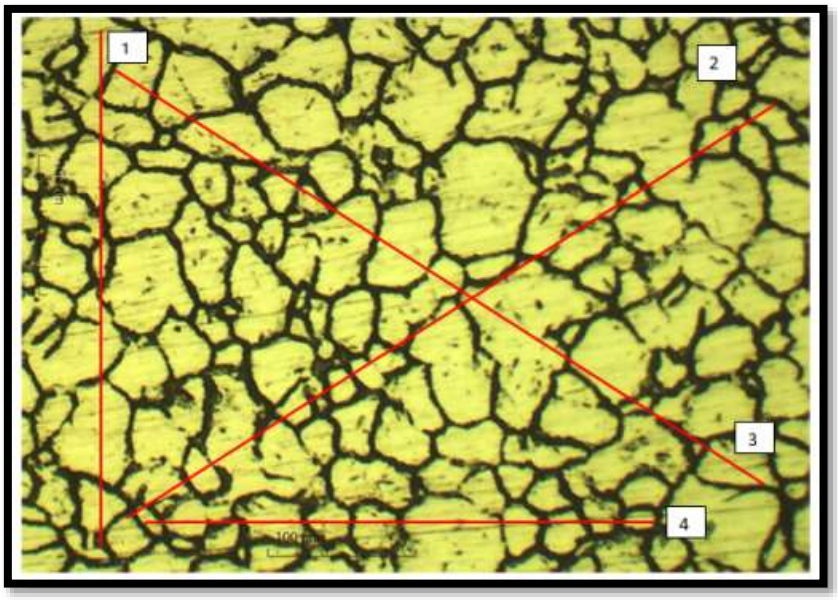

Figura Nro 4.55 Microfotografía Nro. 26. Muestra 4. Método de Heyn. Prueba 1000°C/ 3 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

Línea	***Nro. granos intersecados***
1	9.0
2	18.5
3	13.0
4	11.0
TOTAL	***51.5***

$$NL = NI / L / M$$

NL: número de interceptos por unidad de longitud de la línea de ensayo

NI : número de granos intersecados

L: longitud de la línea de ensayo (mm)

M: Aumento

$$NL = 51.5 /((500)/ (500)) = 51.5 /1 = 51.1$$

$$G = (6.643856 \, Log \, (51.5) – 3.288)$$

$$G = 8.085$$

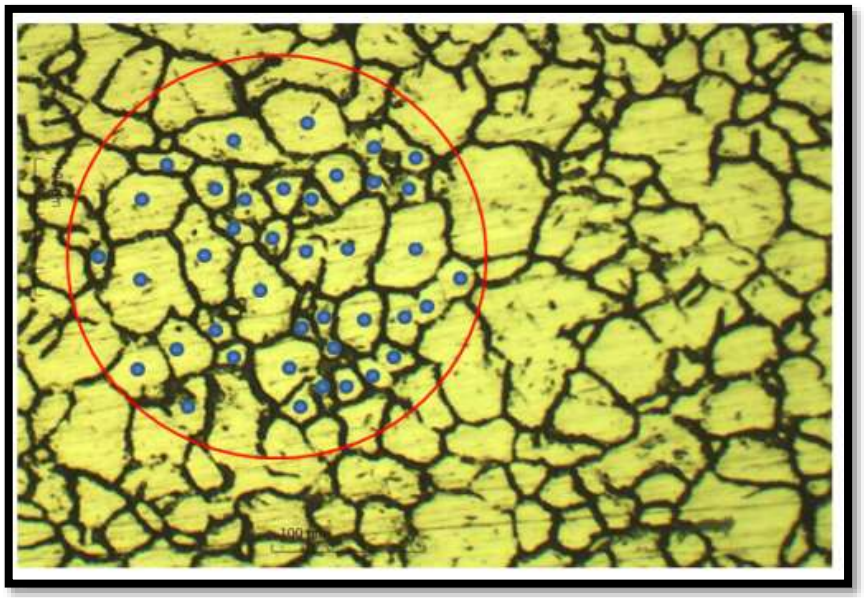

Figura Nro 4.56 Microfotografía Nro. 27. Muestra 4. Método de Jeffries. Prueba 1000°C/3 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

$$\textit{Nº de granos/mm}^2 \ \ (NA) = (n_1 + n_2/2) \times (f)$$

$$f = M^2/5000$$

NA: Nro. de granos/mm^2

n_1 : número de granos dentro del círculo

n_2: número de granos intersecados por el círculo

f: Múltiplo de Jeffries

M = Aumento

CONTEO:

$n_1 = 40.0$

$n_2/2 = 11.5$

De tablas: f para un aumento de 500X f = 50

$$NA = (40.0+11.5) \times (50) = 2575$$

$$G= 3.322 \ Log \ (2575) – 2.95$$

$$G= 8.380$$

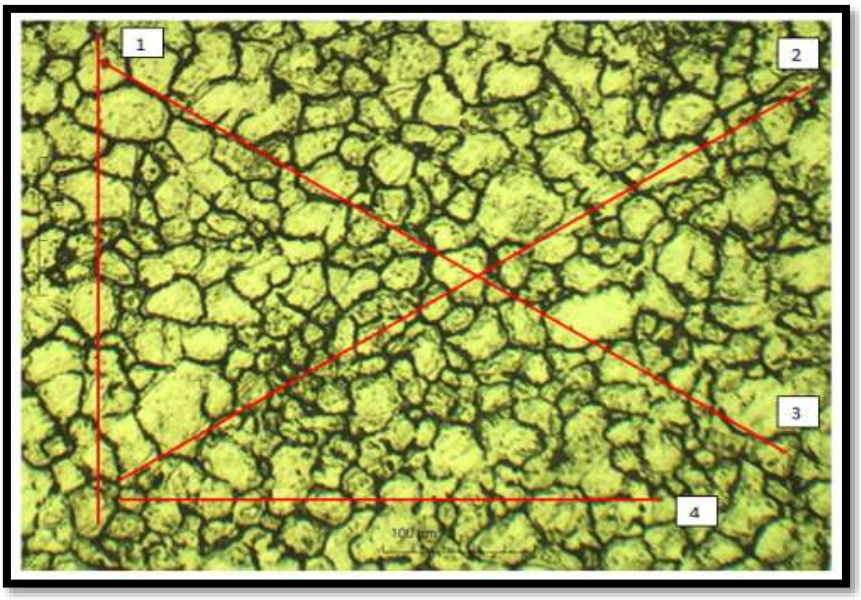

Figura Nro 4.57 Microfotografía Nro. 28. Muestra 5 Método de Heyn. Prueba 975°C/ 2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.
Fuente: Elaboración propia

Línea	***Nro. granos intersecados***
1	11.0
2	20.5
3	18.5
4	15.5
TOTAL	***65.5***

$$NL = NI / L / M$$

NL: número de interceptos por unidad de longitud de la línea de ensayo

NI: número de granos intersecados

L: longitud de la línea de ensayo (mm)

M: Aumento

NL = 65.5 /((500)/ (500)) = 65.5 /1 = 65.5

$$G = (6.643856 \text{ Log } (65.5) – 3.288)$$

$$G = 8.778$$

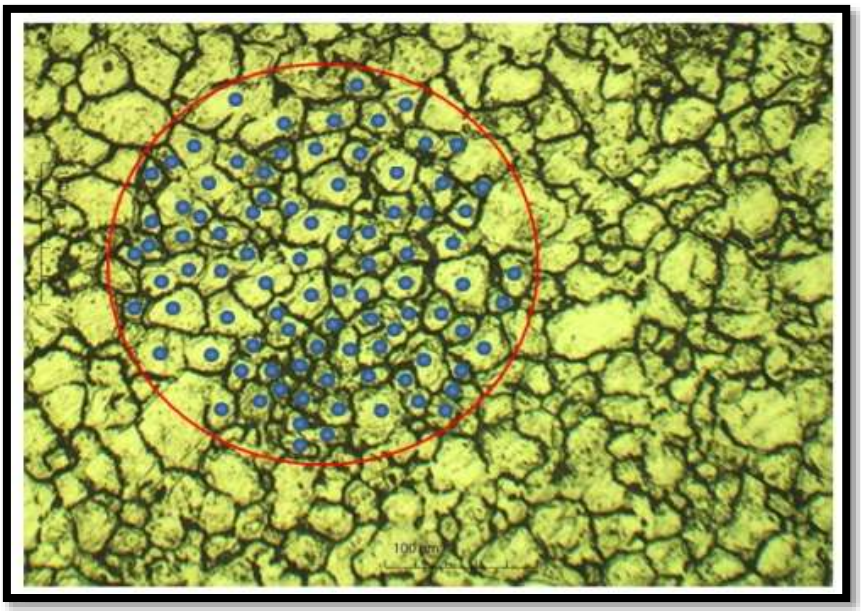

Figura Nro 4.58 Microfotografía Nro. 29. Muestra 5. Método de Jeffries. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.
Fuente: Elaboración propia

$$\textit{Nº de granos/mm}^2 \ \ (NA) = (n_1 + n_2/2) \times (f)$$

$$f = M^2/5000$$

NA: Nro. de granos/mm^2

n_1 : número de granos dentro del círculo

n_2: número de granos intersecados por el círculo

f: Múltiplo de Jeffries

M = Aumento

CONTEO:

n_1 = 91.0

$n_2/2$ = 14.5

De tablas: f para un aumento de 500X f = 50

$$NA = (91.0+14.5) \times (50) = 5275$$

$$G= 3.322 \ Log \ (5275) – 2.95$$

$$G= 9.415$$

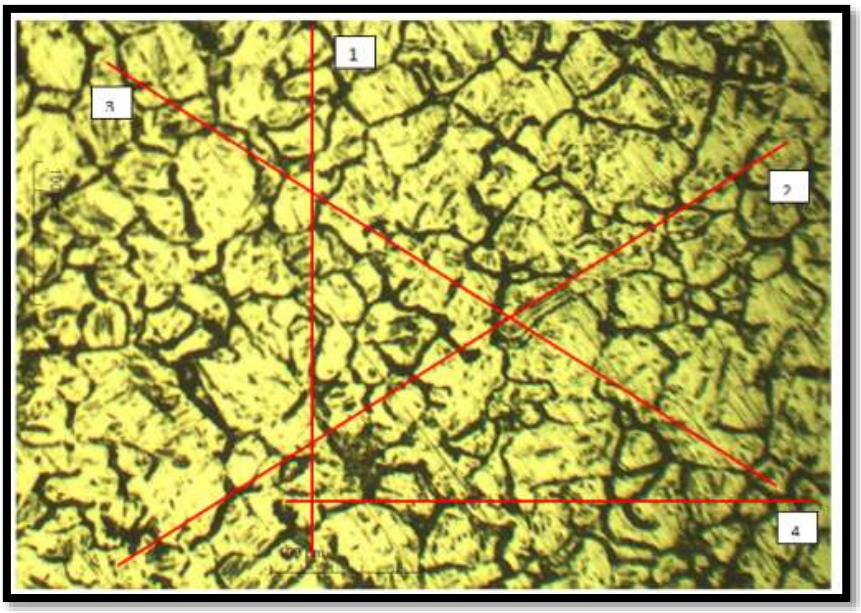

Figura Nro 4.59 Microfotografía Nro. 30. Muestra 6. Método de Heyn. Prueba 975°C/ 2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.
Fuente: Elaboración propia

Línea	*Nro. granos intersecados*
1	12.0
2	14.5
3	15.5
4	10.0
TOTAL	***52.0***

$$NL = NI / L / M$$

NL: número de interceptos por unidad de longitud de la línea de ensayo

NI: número de granos intersecados

L: longitud de la línea de ensayo (mm)

M: Aumento

NL = 52.0 /((500)/ (500)) = 52.0 /1 = 52.0

$$G = (6.643856 \text{ Log } (52.0) – 3.288)$$

$$G = 8.112$$

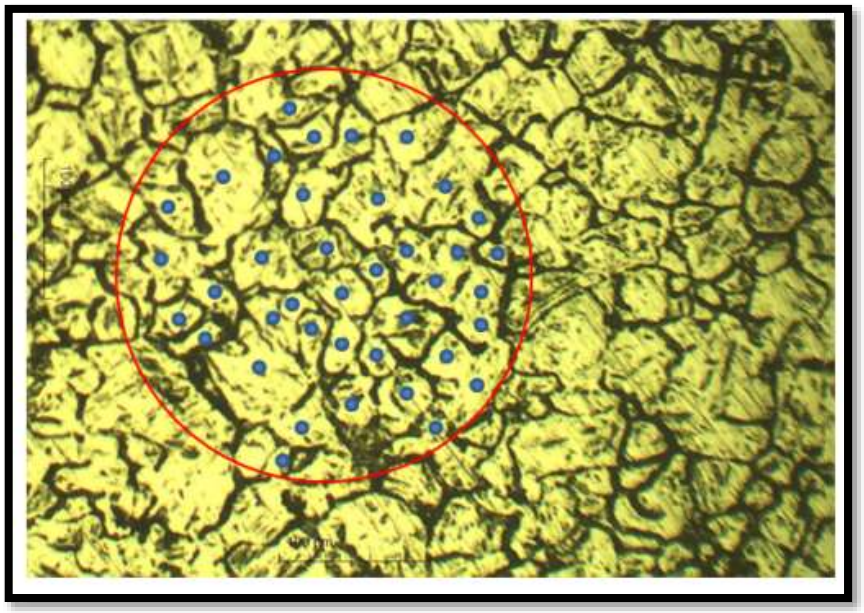

Figura Nro 4.60 Microfotografía Nro. 31. Muestra 6. Método de Jeffries. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.
Fuente: Elaboración propia

$$\textit{Nº de granos/mm}^2 \ \ (NA) = (n_1 + n_2/2) \times (f)$$

$$f = M^2/5000$$

NA: Nro. De granos/mm^2

n_1 : número de granos dentro del círculo

n_2: número de granos intersecados por el círculo

f: Múltiplo de Jeffries

M = Aumento

CONTEO:

n_1 = 39.0

$n_2/2$ = 11.5

De tablas: f para un aumento de 500X f = 50

$$NA = (39.0+11.5) \times (50) = 2525$$

$$G = 3.322 \ Log \ (2525) - 2.95$$

$$G = 8.352$$

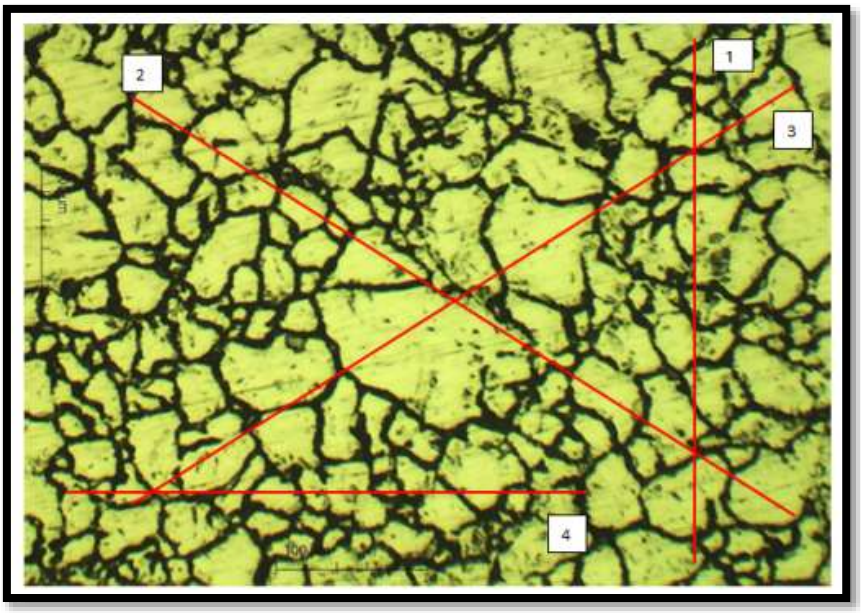

Figura Nro 4.61 Microfotografía Nro. 32. Muestra 7. Método de Heyn. Prueba 975°C/ 2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.
Fuente: Elaboración propia

Línea	***Nro. granos intersecados***
1	12.0
2	13.0
3	11.0
4	14.0
TOTAL	***50.0***

$$NL = NI / L / M$$

NL: número de interceptos por unidad de longitud de la línea de ensayo

NI: número de granos intersecados

L: longitud de la línea de ensayo (mm)

M: Aumento

NL = 50.0 /((500)/ (500)) = 50.0 /1 = 50.0

$$G = (6.643856 \text{ Log } (50.0) – 3.288)$$

$$G = 7.999$$

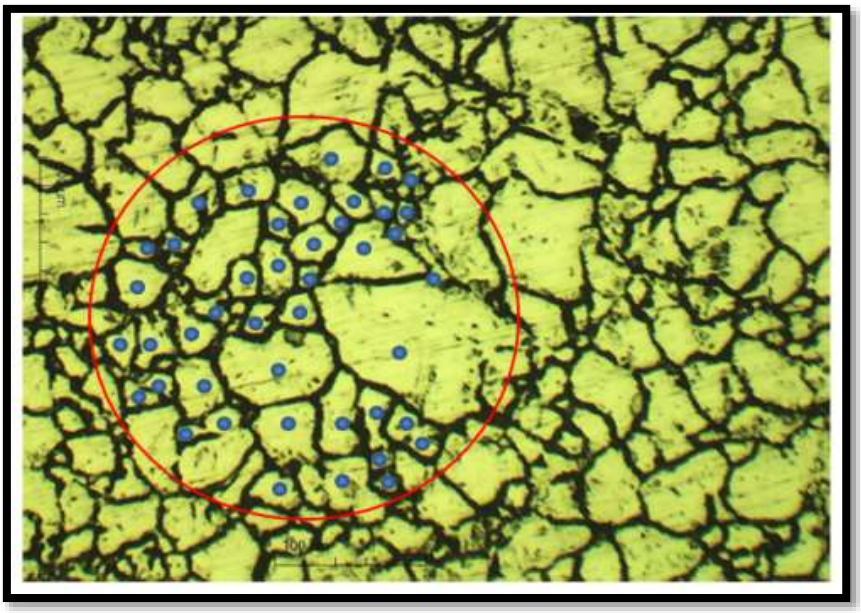

Figura Nro 4.62 Microfotografía Nro. 33. Muestra 7. Método de Jeffries. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

$$\textit{Nº de granos/mm}^2 \ \ (NA) = (n_1 + n_2/2) \times (f)$$

$$f = M^2/5000$$

NA: Nro. de granos/mm^2

n_1 : número de granos dentro del círculo

n_2: número de granos intersecados por el círculo

f: Múltiplo de Jeffries

M = Aumento

CONTEO:

$n_1 = 43.0$

$n_2/2 = 12.5$

De tablas: f para un aumento de 500X f = 50

$$NA = (43.0+12.5) \times (50) = 2775$$

$$G= 3.322 \ Log \ (2775) – 2.95$$

$$G= 8.488$$

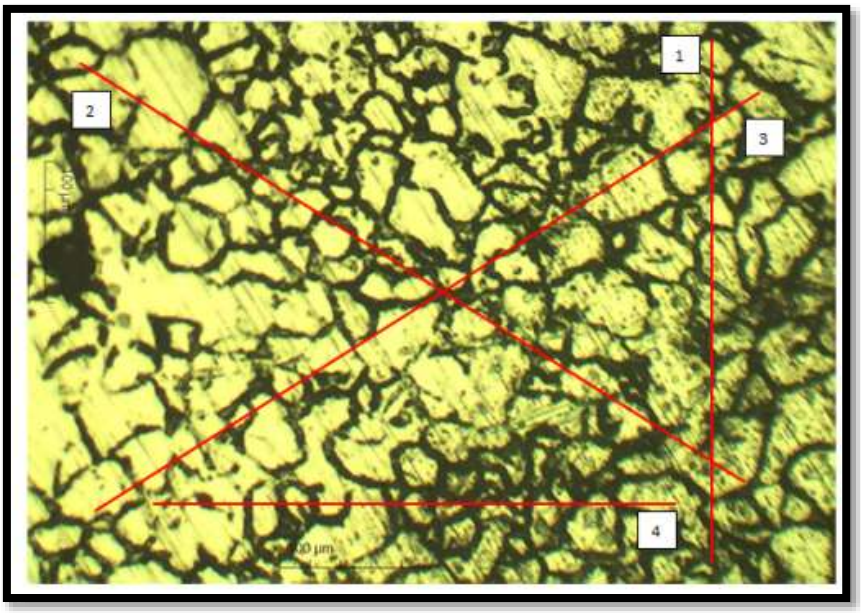

Figura Nro 4.63 Microfotografía Nro. 34. Muestra 8. Método de Heyn. Prueba 975°C/ 2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.
Fuente: Elaboración propia

Línea	***Nro. granos intersecados***
1	9.0
2	14.5
3	17.0
4	11.5
TOTAL	***52.0***

$$NL = NI / L / M$$

NL: número de interceptos por unidad de longitud de la línea de ensayo

NI: número de granos intersecados

L: longitud de la línea de ensayo (mm)

M: Aumento

NL = 52.0 /((500)/ (500)) = 52.0 /1 = 52.0

$$G = (6.643856 \, Log \, (52.0) – 3.288)$$

$$G = 8.1128$$

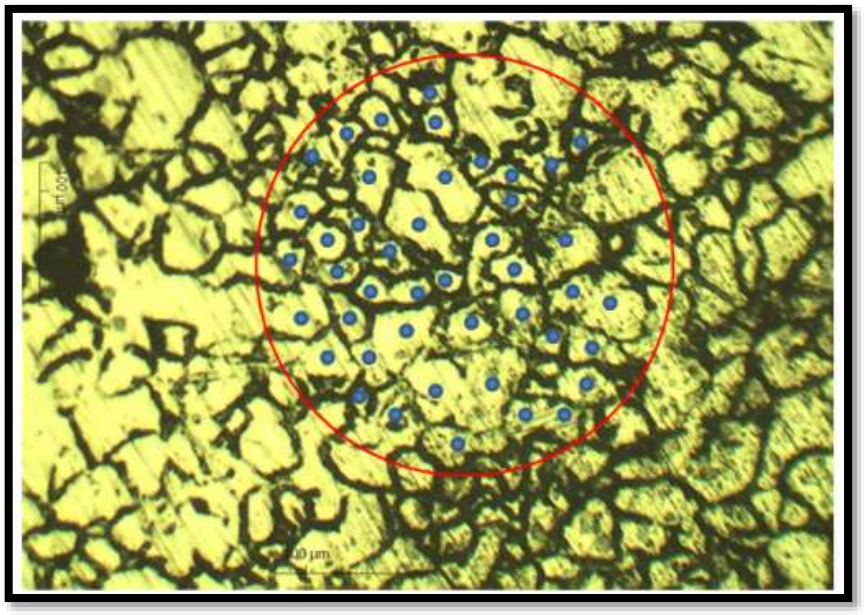

Figura Nro 4.64 Microfotografía Nro. 35. Muestra 8. Método de Jeffries. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.

Fuente: Elaboración propia

$$\textit{Nº de granos/mm}^2 \ \ \textit{(NA)} = (n_1 + n_2/2) \times (f)$$

$$f = M^2/5000$$

NA: Nro. de granos/mm^2

n_1 : número de granos dentro del círculo

n_2: número de granos intersecados por el círculo

f: Múltiplo de Jeffries

M = Aumento

CONTEO:

n_1 = 45.0

$n_2/2$ = 12.0

De tablas: f para un aumento de 500X f = 50

$$NA = (45.0+12.0) \times (50) = 2850$$

$$G = 3.322 \ Log \ (2850) - 2.95$$

$$G = 8.526$$

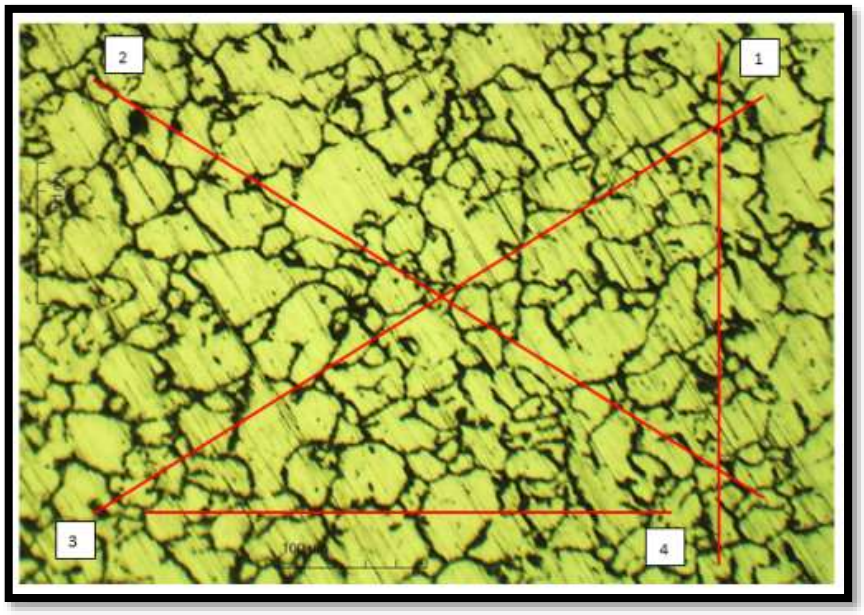

Figura Nro 4.65 Microfotografía Nro. 36. Muestra 9. Método de Heyn. Prueba 975°C/ 2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.
Fuente: Elaboración propia

Línea	***Nro. granos intersecados***
1	13.0
2	16.5
3	16.5
4	9.5
TOTAL	***55.5***

$$NL = NI / L / M$$

NL: número de interceptos por unidad de longitud de la línea de ensayo

NI: número de granos intersecados

L: longitud de la línea de ensayo (mm)

M: Aumento

$$NL = 55.5 /((500)/ (500)) = 55.5 /1 = 55.5$$

$$G = (6.643856 \text{ Log } (55.5) – 3.288)$$

$$G = 8.300$$

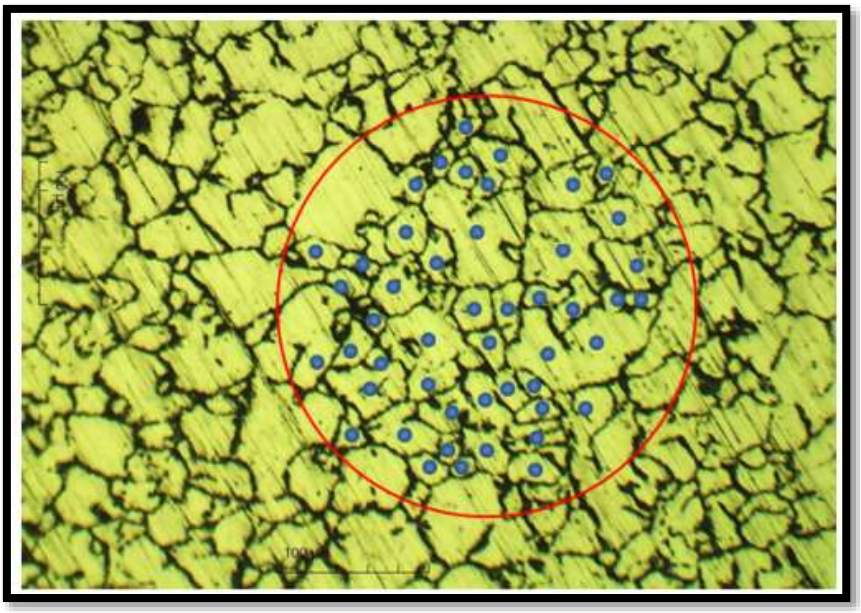

Figura Nro. 4.66 Microfotografía Nro. 37. Muestra 9. Método de Jeffries. Prueba 975°C/2.5 horas. Aumento 500x. Reactivo Nital.
Fuente: Elaboración propia

$$\textit{Nº de granos/mm}^2 \ \textit{(NA)} = (n_1 + n_2/2) \times (f)$$

$$f = M^2/5000$$

NA: Nro. de granos/mm^2

n_1 : número de granos dentro del círculo

n_2: número de granos intersecados por el círculo

f: Múltiplo de Jeffries

M = Aumento

CONTEO:

n_1 = 48.0

$n_2/2$ = 11.0

De tablas: f para un aumento de 500X f = 50

$$NA = (48.0+11.0) \times (50) = 2950$$

$$G= 3.322 \ Log \ (2950) – 2.95$$

$$G= 8.576$$

CAPITULO V

DISCUSION DE RESULTADOS EXPERIMENTALES

5.1 Análisis del Tamaño de Grano Austenítico

5.1.1 Efecto de la Temperatura de Austenización

- ***Pruebas para un Tiempo de Austenización de 2 horas.***

El tamaño de grano austenítico ASTM disminuye de 8.5 a 7.9 para el método de Heyn y de 8.9 a 8.6 para el método de Jeffries cuando la temperatura de austenización pasa de 950 a 1000ºC para un tiempo de Austenización de 2 horas. (Figura Nro. 4.1).

- ***Pruebas para un Tiempo de Austenización de 3 horas.***

El tamaño de grano austenítico ASTM disminuye de 8.5 a 8.0 para el método de Heyn y de 8.6 a 8.4 para el método de Jeffries cuando la temperatura de austenización pasa de 950 a 1000ºC para un tiempo de Austenización de 3 horas. (Figura Nro. 4.2).

- ***Pruebas para un Tiempo de Austenización de 2.5 horas.***

El tamaño de grano austenítico ASTM oscila en un rango de 7.9 a 8.8 para el método de Heyn y de 8.5 a 9.4 para el método de Jeffries cuando se emplea una temperatura de austenización pasa de 975 ºC para un tiempo de Austenización de 2.5 horas. (Figura Nro. 4.3). *A altas temperaturas el tamaño de grano crece considerablemente. Este crecimiento es debido a que la fuerza impulsora para el crecimiento del grano es la energía superficial de los límites del grano. A medida que el crecimiento ocurre a temperaturas elevadas, el número total de granos disminuye a medida que los granos*

más grandes consumen granos más pequeños. A medida que algunos granos comienzan a contraerse, su área disminuye y la energía total de la superficie disminuye. [1] En general, se ha reconocido que la disminución de la energía superficial como resultado del crecimiento del grano es la fuerza impulsora para el crecimiento del grano. [2] A medida que los granos crecen y disminuyen continuamente con el tiempo, el tamaño medio de los granos aumenta.

5.1.2 Efecto del Tiempo de Austenización

- ***Pruebas para una Temperatura de Austenización de 950ºC.***

El tamaño de grano austenítico ASTM no varía y se mantiene en 8.5 para el método de Heyn y varía de 8.9 a 8.6 para el método de Jeffries, cuando el tiempo de austenización pasa de 2 a 3 horas. (Figura Nro. 4.4).

- ***Pruebas para una Temperatura de Austenización de 1000ºC.***

El tamaño de grano austenítico ASTM aumenta de 7.9 a 8.1 para el método de Heyn y disminuye de 8.6 a 8.4 para el método de Jeffries, cuando el tiempo de austenización pasa de 2 a 3 horas. (Figura Nro. 4.5).

Se debe tener en cuenta que cuando la temperatura de calentamiento aumenta, el tamaño de los granos que se forman se incrementa, esto se debe al aumento del tiempo de sostenimiento y la temperatura de calentamiento que aumentará la energía de activación de crecimiento la cual anulará las dislocaciones que existen en los límites de grano, así que el crecimiento de los límites de grano no se ve obstaculizado por la dislocaciones [3].

5.2 Análisis de la Dureza

5.2.1 Efecto de la Temperatura de Austenización

- ***Pruebas para un Tiempo de Austenización de 2 horas.***

La dureza disminuye en 4.0 HRc de 45.0 a 41.0 HRc cuando la temperatura de austenización pasa de 950 a 1000ºC para un tiempo de Austenización de 2 horas. Comparado con la dureza del acero en estado de suministro se aprecia un incrementa de 15.9 y 11.9 HRc al variar la temperatura de Austenización. (Figura Nro. 4.8).

- ***Pruebas para un Tiempo de Austenización de 3 horas.***

La dureza disminuye ligeramente en 0.4 HRc de 46.0 a 45.4 HRc cuando la temperatura de austenización pasa de 950 a 1000ºC para un tiempo de austenización de 3 horas. Comparado con la dureza del acero en estado de suministro se aprecia un incrementa de 16.9 y 16.5 HRc al variar la temperatura de Austenización. (Figura Nro. 4.9).

5.2.2 Efecto del Tiempo de Austenización

- ***Pruebas para una Temperatura de Austenización de 950ºC.***

La dureza aumenta ligeramente en 1.0 HRc de 45.0 a 46.0 HRc cuando el tiempo de austenización pasa de 2 a 3 horas para una temperatura de tratamiento de 950ºC. Comparado con la dureza del acero en estado de suministro se aprecia un incrementa de 15.9 y 16.9 HRc al variar el tiempo de austenización. (Figura Nro. 4.11).

- ***Pruebas para una Temperatura de Austenización de 1000ºC.***

La dureza aumenta en 4.6 HRc de 41.0 a 45.6 HRc cuando el tiempo de austenización pasa de 2 a 3 horas para una temperatura de tratamiento de 1000ºC. Comparado con

la dureza del acero en estado de suministro se aprecia un incrementa de 11.9 y 16.5 HRc al variar el tiempo de austenización. (Figura Nro. 4.12).

5.3 Diseño Experimental

5.3.1 Análisis del Tamaño de Grano Austenítico

El análisis estadístico de los resultados experimentales para el Tamaño de grano austenítico, evidencia la linealidad del modelo matemático. Tabla Nro. 4.8 y Figura Nro. 4.14.

El modelo matemático que expresa el efecto de las variables y sus interacciones en el proceso experimental, es el siguiente:

Tamaño de Grano (ASTM) = 27.49444 – 0.0200 (Temperatura de austenización) – 3.8000 (Tiempo de austenización) + 0. 00400 (Temperatura de austenización)*(Tiempo de austenización)

- El análisis individual de las variables estudiadas indica que la variable Temperatura de Austenización disminuye el tamaño de grano. (Figura Nro. 4.18).
- El análisis de interacción entre dos variables, evidencian que la interacción de la temperatura y tiempo de austenización disminuyen el tamaño de grano. (Figura Nro. 4.20).
- El grado de interacción entre las variables temperatura y tiempo de austenización; influyen negativamente en el tamaño de grano en pruebas empleando alta temperatura. (Figura Nro. 4.21).

- El diagrama de contorno indica que las regiones de menor tamaño de grano, se presenta siempre que las variables estudiadas sean a altas temperaturas y tiempos relativamente cortos (entre 2 y 3 horas. (Figura Nro. 4.22).

5.3.2 Análisis de la Dureza

El análisis estadístico de los resultados experimentales para la dureza, puso en evidencia que las variables que tienen mayor incidencia en el proceso experimental son la temperatura y tiempo de austenización. (Tabla Nro. 4.15).

El modelo matemático que expresa el efecto de las variables y sus interacciones en el proceso experimental, es el siguiente:

Dureza (HRC) = 256.4666 – 0.2240 (Temperatura Austenización) - 67.4000 (Tiempo Austenización) + 0.07200 (Temperatura Austenización)*(Tiempo Austenización)

- El análisis individual de las variables estudiadas indica que la variable temperatura de Austenización reduce la dureza cuando se consideran valores altos. (Figura Nro. 4.28).
- El análisis de interacción entre dos variables, evidencian que la temperatura y el tiempo de austenización producen un descenso considerable de la dureza cuando se emplean valores altos. (Figura Nro. 4.29).
- El grado de interacción entre las variables temperatura de calentamiento intercrítico - tiempo intercrítico, manifiestan un efecto positivo sobre la dureza a alta temperatura de austenización. (Figura Nro. 4.30).

- El diagrama de contorno indica que las regiones de valores altos de dureza se encuentran a bajas temperaturas y tiempos altos de austenización. (Figura Nro. 4.31).

De acuerdo a los resultados obtenidos es posible afirmar:

El método propuesto para revelar el tamaño de grano austenítico en un acero AISI 4140, consiste en la carburación que permite la delineación de los límites de grano de austenita por la precipitación de una red de cementita proeutectoide, tal como también es reportado por otros autores (4).

Empleando altas temperaturas y tiempos de Austenización, se consigue un crecimiento del tamaño de grano austenítico, así como también la disminución de la dureza, coincidentemente reportado en otros trabajos de investigación (5).

El objetivo principal del proceso de austenización es eliminar el inhomogeneidad en la estructura y formar una aleación uniforme. La influencia del proceso de austenización depende en gran medida de los parámetros de tratamiento térmico, incluyendo: Velocidad de calentamiento, temperatura de austenización, tiempo de sostenimiento y velocidad de enfriamiento.

5.4 Análisis Microestructural

El análisis Metalográfico reveló que la muestra sin tratamiento, presenta una microestructura inicial correspondiente a martensita revenida. (Microfotografía Nro.1). Las microestructuras obtenidas después del tratamiento térmico, manifiestan claramente la formación de mezclas constituidas por martensita, cementita proeutectoide y austenita residual. (Microfotografías Nro. 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22 y 23).

Prueba 950°C/2 horas

Presenta mezcla de martensita y austenita residual. [5]. (Microfotografía Nro. 2).

Prueba 1000°C/2 horas

Presenta mezcla de martensita y cementita en borde de grano. [5]. (Microfotografía Nro. 3).

Prueba 950°C/3 horas

Presenta mezcla martensita y austenita residual. [5]. (Microfotografía Nro. 4).

Prueba 1000°C/3 horas

Presenta microestructura de martensita. [5]. (Microfotografía Nro. 5).

Prueba 975°C/2.5 horas

Presenta mezcla de martensita y cementita en borde grano. [5]. (Microfotografía Nro. 6).

Prueba 975°C/2.5 horas

Presenta mezcla martensita y austenita residual. [5]. (Microfotografía Nro. 7).

Prueba 975°C/2.5 horas

Presenta mezcla martensita y austenita residual. [5]. (Microfotografía Nro. 8).

Prueba 975°C/2.5 horas

Presenta mezcla martensita y austenita residual. [5]. (Microfotografía Nro. 9).

CAPITULO VI

6.1 CONCLUSIONES

1. Se logró determinar un nuevo método para revelar el tamaño de grano austenítico en el acero AISI 4140, mediante la aplicación de un tratamiento térmico a altas temperaturas en una atmosfera rica en carbono. Este método consiste en someter a las muestras a temperaturas de austenización entre 950 y 1000ºC por un periodo de tiempo entre 2 a 3 horas y seguidamente enfriar drásticamente en agua. Desde que las muestras son protegidas con carbón mineral de diferente granulometría, se autogenera una atmósfera de carbono por la existencia de gases de CO y CO_2.

2. El método propuesto reduce grandemente el tiempo de austenización comparado con otros métodos existentes. Por otro lado, el reactivo químico para revelar el tamaño del grano austenítico está constituido por una mezcla de ácido nítrico y alcohol etílico; que resulta ser menos contaminante que otros reactivos empleados para tal propósito.

3. Al aplicar los métodos normados para evaluar cuantitativamente el tamaño de grano austenítico, como el de Heyn y Jeffries; se pudo evidenciar tamaños de grano ASTM que van de 7.9 a 8.8 y de 8.4 a 9.4.

4. Se demostró experimentalmente que es posible revelar el tamaño de grano austenítico en el acero bonificado AISI 4140. La interacción entre la temperatura y tiempo de austenización promueven el crecimiento del grano austenítico, pero al mismo tiempo motivan la disminución de la dureza por la formación de austenita residual.

6.2 RECOMENDACIONES

1. Se recomienda que durante el pulido químico y ataque de las probetas, éstas no esten sobreexpuestas al reactivo ya que podría provocar un quemado en la capa superior, haciendo que se opaque y sea difícil apreciar la estructura en el microscopio.

2. Profundizar en el conocimiento de la propiedad Dureza en los aceros bonificados y determinar posibles condiciones de variación en relación a las características de grano obtenido, al ser sometido al tratamiento térmico de temple y su comprobación práctica con un análisis fractográfico de microscopía electrónica de barrido.

3. Se propone realizar a las futuras investigaciones, revisar distintas variaciones en las curvas de templado, tiempos de austenización y reportar alguna mejora para ampliar el alcance de este método.

4. Es recomendable comprobar en todo momento que las condiciones a las cuales se realizan los trabajos estén estandarizados y permitan una explicación coherente ante una situación atípica durante el proceso.

6.3 BIBLIOGRAFIA

[1] Reza Abbaschian, Lara Abbaschian, and Robert E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*. Stamford, CT: Cengage Learning, 2009.

[2] Chongxiang Yue, Liwen Zhang, Shulun Liao, and Huiju Gao, "Kinetic Analysis of the Austenite Grain Growth in GCr15 Steel," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 19, no. 1, pp. 112-115, February 2009

[3] Influence of heating rate and temperature on austenite grain size during reheating steel to cite this article: Richard A.M. Napitupulu 2017 *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.* **237.**

[4] Underwood E.E., Vander Voort GF. Metallography: principles and practice. New York: McGraw-Hill Book, 1984. pp. 219–23

[5] Rui Zhang and Richard D. Sisson, Jr., “The influence of temperature on the Austenite grain size and microstructure of 4140 steel”. Center for Heat Treating Excellence, Worcester Polytechnic Institute, Worcester, Massachusetts, 01609, U.S.A, 2015.

[6] Lin Wang, Dongsheng Qian, Jun Guo, and Yan Pan. Austenite Grain Growth Behavior of AISI 4140 Alloy Steel. Wuhan. China, 2013.

[7] C. Yue, L. Zhang, S. Liao, and H. Gao, “Kinetic analysis of the austenite grain growth in GCr15 steel,” Journal of Materials Engineering and Performance, vol. 19, no. 1, pp. 112–115, 2010.

[8] S. S. Zhang, M.Q. Li, Y. G. Liu, J. Luo, and T.Q. Liu, “The growth behavior of austenite grain in the heating process of 300M steel, “Materials Science and Engineering A, vol. 528, no. 15, pp. 4967–4972, 2011.

[9] W. Li and K. Xia, “Kinetics of the α grain growth in a binary Ti-44Al alloy and a ternary Ti-44Al-0.15Gd alloy,” Materials Science and Engineering A, vol. 329-331, pp. 430–434, 2002.

[10] L.-N. Duan, J.-M. Wang, Q.-Y. Liu, X.-J. Sun, and J.-C. Cao, “Austenite grain growth behavior of X80 pipeline steel in heating process, “Journal of Iron and Steel Research International vol. 17, no. 3, pp. 62–66, 2010.

[11] CHANG, P. H.; Preban, A. G. The effect of ferrite grain size and martensite volume fraction on tensile properties of dual phase steel. Vol. 33. Acta Metal. 1985. pg. 897 – 903.

[12] C. M. Sellars and J. A. Whiteman, “Recrystallization and grain growth in hot rolling,” *Metal Science*, vol. 13, no. 3-4, pp. 187–194, 1978.

[13] W. M. Mao and X. B. Zhao, Recrystallization and Grain Growth of Metal, Metallurgical Industry Press, Beijing, China, 2nd edition, 1994.

[14] Z. C. Liu, H. P. Ren, and H. Y. Wang, Austenite Formation and Pearlite transformation, Metallurgical Industry Press, Beijing, China, 4th edition, 2010.

[15] D. San Martin, P.E.J. Rivera Diaz del Castillo, E. Peekstok2 and S. van der Zwaag,” A New Etching Route for Revealing the Austenite Grain Boundaries in an 11.4% Cr Precipitation Hardening Semi-Austenitic Stainless Steel”. National Centre for Metallurgical Research, CENIM-CSIC, Madrid, Spain 2010.

[16] C. García de Andrés*, M.J. Bartolome´, C. Capdevila, D. San Martín, F.G. Caballero, V. López.” Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in medium-carbon microalloyed steels”, Department of Physical Metallurgy, Centro Nacional de Investigaciones Metalúrgicas (CENIM), Madrid, España 2001.

[17] Zhang L, Guo DC. A general etchant for revealing prior-austenite grain boundaries in steels. Mater Charact 1993; 30:299– 305.

[18] Baldinger P, Posch G, Kneisslaas A. Revealing austenitic grains in microalloyed steels by picric acid etching. Pract Metallogr 1994; 31:252–61.

[19] Ohtani H, Terasaki F, Kunitake T. (1972) Trans. I.S.I Japan 12,118.

[20] Modin H, Modin S, Metallurgical Microscopy, July 1974, vol. 101

[21] Be´chet S, Beaujard L. New reagent for the micrographical demonstration of the austenite grain of hardened or hardened-tempered steels. Rev.Met. 1955 52, 830-836.

6.4 ANEXOS

- Standard guide for preparation of metallographic specimens.
- Standard test methods for Rockwell hardness and Rockwell superficial hardness of metallic materials.
- Standard test methods for determining average grain size
- Hoja técnica AISI 4140

Bach. Lissette Cristina Chambi Cari