



**UNIVERSIDAD
DE ANTIOQUIA**

**INFLUENCIA DE LA CAPA ENDURECIDA MEDIANTE
CEMENTACIÓN GASEOSA EN LA RESPUESTA DEL RUIDO
MAGNÉTICO DE BARKHAUSEN**

Autor(es)

Rufino Medina Aguas

Universidad de Antioquia

Facultad de Ingeniería, Departamento de Ingeniería de
Materiales
Medellin, Colombia

Universidade de São Paulo

Escola Politécnica, Departamento de Engenharia
Mecânica
São Paulo, Brasil

2019



Influencia de la capa endurecida mediante cementación gaseosa en la respuesta del
Ruido Magnético de Barkhausen

Rufino Medina Aguas

Tesis doctoral presentada como requisito para optar al título de:

Doctor en Ingeniería de Materiales
Universidad de Antioquia

Doutor em Ciências, no programa Engenharia Mecânica, área de concentração
Engenharia de Controle e Automação Mecânica
Universidade de São Paulo

Directores

PhD. Claudia Patricia Serna Giraldo
Universidad de Antioquia

PhD. Linilson Rodrigues Padovese
Universidade de São Paulo

Universidad de Antioquia
Facultad de Ingeniería
Medellín

Universidade de São Paulo
Escola Politécnica
São Paulo

2019

ACTA DE LA DEFENSA DE LA TESIS DE DOCTORADO

Estudiante:
RUFINO MEDINA AGUAS

Título en español:
INFLUENCIA DE LA CAPA ENDURECIDA MEDIANTE CEMENTACIÓN
GASEOSA EN LA RESPUESTA DEL RUIDO MAGNÉTICO DE BARKHAUSEN

Título em português
INFLUÊNCIA DA CAMADA HARDIDA PELA CEMENTAÇÃO GASOSA NA
RESPOSTA DO RUIDO MAGNÉTICO DE BARKHAUSEN

English title:
INFLUENCE OF THE HARDENED LAYER THROUGH GASEOUS
CEMENTATION IN THE MAGNETIC BARKHAUSEN NOISE'S RESPONSE

MIEMBROS DE LA BANCA EVALUADORA

Ph.D Claudia Patricia Ossa Orozco

Ph.D. Fredy Armando Franco Grijalba

Ph.D Juan Manuel Pardal

Acta N°: 116

Fecha: 5 de Abril de 2019

Resultado: Aprobada

**Dedicada a mis padres,
Narciso Medina Caraballo y Elia Rosa Aguas Serpa**

En medio del camino de la vida,
errante me encontré por selva oscura,
en que la recta vía era perdida.
¡Ay, qué decir lo que era, es cosa dura,
esta selva salvaje, áspera y fuerte,
que en la mente renueva la pavora!

Dante Alighieri

AGRADECIMIENTOS

Al señor de los controles por permitirme llegar hasta aquí.

A mis orientadores PhDs Linilson Padovese y Claudia Patricia Serna Giraldo.

Al Grupo de Investigaciones Pirometalúrgicas y de Materiales –GIPIMME-

Al Comité del Desarrollo para la Investigación (CODI) de la Universidad de Antioquia por el apoyo financiero a través del programa de estrategia sostenibilidad y del proyecto PRG14-1-07,

A mis compañeros del laboratorio de dinámica e instrumentación –LADIN- de la Universidad de Sao Paulo, Brasil.

A mis colegas del Laboratorio de Fundición de la Universidad de Antioquia, Medellín, Colombia.

A la Empresa TEMPLAMOS S.A. por los tratamientos superficiales con cementante líquidos.

Al joven investigador Colciencias el Ing. Oscar Eduardo Ríos Diez, a la Ing. María Camila Lasso Delgado, a mi tía Elsa Helena Peña Páez, Andres Santacruz, Alonzo Ariza y a Luisa Fernanda Erazo Muñoz por su ayuda incondicional.

TABLA DE CONTENIDO

| | |
|--|----|
| RESUMEN | 1 |
| RESUMO..... | 2 |
| ABSTRACT | 3 |
| 1. INTRODUCCIÓN | 5 |
| 2. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA | 6 |
| 2.1 TRATAMIENTOS TÉRMICOS SUPERFICIALES | 6 |
| 2.1.1 Cementación | 6 |
| 2.1.2 Cementación Gaseosa | 9 |
| 2.1.3 Reactores Termoquímicos | 14 |
| 2.1.4 Tratamientos posteriores a la carburización | 19 |
| 2.1.5 Microestructuras y Propiedades de Aceros cementados..... | 22 |
| 2.2 RUIDO MAGNÉTICO DE BARKHAUSEN..... | 29 |
| 2.2.1 Ruido Magnético de Barkhausen – Del fenómeno físico | 29 |
| 2.2.2 Ruido Magnético de Barkhausen – Del ensayo no destructivo | 31 |
| 2.2.3 Aplicaciones del Ruido Magnético de Barkhausen | 36 |
| 2.3 RMB EN CAPAS CEMENTADAS..... | 39 |
| 3. OBJETIVOS | 43 |
| 3.1 GENERAL | 43 |
| 3.2 ESPECÍFICOS | 43 |
| 4. DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN SISTEMA PROTOTIPO PARA CEMENTACIÓN GASEOSA..... | 44 |
| 4.1 DISEÑO DEL SISTEMA DE CEMENTACIÓN GASEOSO..... | 44 |
| 4.2 RESULTADOS PARA EL DISEÑO DEL HORNO DE CEMENTACIÓN..... | 46 |
| 4.3 MODOS DE FUNCIONAMIENTO DEL HORNO DE CEMENTACIÓN..... | 49 |
| 4.4 MODELAMIENTO DE LAS REACCIONES EN EL SISTEMA DE CEMENTACIÓN GASEOSA..... | 50 |
| 4.5 RESULTADOS DEL MODELAMIENTO MATEMÁTICO | 52 |
| 5. METODOLOGÍA | 57 |
| 5.1 CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES SIN TRATAMIENTOS | 57 |
| 5.2 TRATAMIENTOS TÉRMICOS CON CEMENTANTES SÓLIDOS | 58 |
| 5.3 TRATAMIENTOS TÉRMICOS CON CEMENTANTES LÍQUIDOS | 60 |
| 5.4 TRATAMIENTOS TÉRMICOS CON CEMENTANTES GASEOSOS..... | 61 |
| 5.5 CARACTERIZACIÓN DE ACEROS CEMENTADOS | 63 |
| 5.5.1 Caracterización microestructural | 63 |
| 5.5.2 Caracterización mediante RMB..... | 65 |

| | | |
|--------|--|-----|
| 6. | RESULTADOS Y ANÁLISIS | 68 |
| 6.1 | CARACTERIZACIÓN EN CONDICIÓN SIN TRATAMIENTO | 68 |
| 6.2 | RESULTADOS Y ANÁLISIS PARA CEMENTANTES SÓLIDOS | 70 |
| 6.2.1 | Caracterización Microestructural..... | 71 |
| 6.2.2 | Caracterización Mediante Ruido Magnético De Barkhausen | 76 |
| 6.3 | RESULTADOS Y ANÁLISIS PARA CEMENTANTES LÍQUIDOS | 91 |
| 6.3.1 | Caracterización microestructural para los cementantes líquidos | 91 |
| 6.3.2 | Caracterización mediante ruido magnético de Barkhausen | 95 |
| 6.3.3 | Análisis estadístico de los resultados | 108 |
| 6.4 | RESULTADOS Y ANÁLISIS PARA CEMENTANTES GASEOSOS.... | 113 |
| 6.4.1 | Caracterización microestructural | 113 |
| 6.4.2 | Resultados y análisis de la caracterización mediante RMB..... | 124 |
| 6.4.3 | Análisis de resultados de los valores <i>rms</i> de las señales de RMB..... | 136 |
| 6.4.4 | Análisis de las envolventes de las señales de RMB..... | 139 |
| 6.4.5 | Análisis para cada uno de los factores | 141 |
| 6.4.6 | Análisis para el efecto de la frecuencia de excitación | 150 |
| 6.4.7 | Análisis para los tratamientos con temperatura de 930 °C | 153 |
| 6.4.8 | Análisis estadístico de los resultados de <i>rms</i> en el AISI/SAE 8620 ... | 157 |
| 6.4.9 | Análisis de los resultados para el acero AISI/SAE 1020 | 158 |
| 6.4.10 | Análisis general de los resultados | 163 |
| 7. | CONCLUSIONES | 167 |
| 8. | TRABAJOS FUTUROS | 170 |
| | REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 171 |

Lista de tablas

| | |
|---|-----|
| Tabla 1. Parámetros de entrada..... | 52 |
| Tabla 2. Resultados de balances para cada reacción | 53 |
| Tabla 3. Constantes de equilibrio para las reacciones principales a 900 °C y 930 °C ... | 54 |
| Tabla 4. Valores de cambio en la entalpia, entropía y la energía libre de Gibbs para cada reacción a 900 °C y 930 °C | 55 |
| Tabla 5. Flujos de los gases para cada composición deseada..... | 56 |
| Tabla 6. Porcentajes de gases insertados | 56 |
| Tabla 7. Factores vs Experimentos para cementación sólida | 58 |
| Tabla 8. Factores vs Experimentos para cementación en medio líquido..... | 61 |
| Tabla 9. Factores y niveles para la cementación gaseosa..... | 62 |
| Tabla 10. Factores vs Experimentos para 900 °C..... | 62 |
| Tabla 11. Condiciones para el temple y el revenido con cementantes gaseosos..... | 63 |
| Tabla 12. Parámetros de medición del RMB para la frecuencia de 10 Hz..... | 66 |
| Tabla 13. Resultados de espectrometría de emisión óptica de los aceros en condición de entrega | 68 |
| Tabla 14. Profundidad de capa y dureza superficial en el acero 8620 con cementantes sólidos..... | 74 |
| Tabla 15. Tamaño de grano austenítico previo..... | 75 |
| Tabla 16. Valores <i>rms</i> de las señales para cada tratamiento del AISI/SAE 8620 en condición de entrega, carburizado y templado con cementantes sólidos | 82 |
| Tabla 17. Valores <i>rms</i> de las señales para cada tratamiento en condición cementado... | 82 |
| Tabla 18. Resultados ANOVA para los valores <i>rms</i> de las señales de RMB a 10 Hz en las muestras con cementantes sólidos..... | 89 |
| Tabla 19. Valores <i>rms</i> de las señales de RMB para las frecuencias de excitación de 40 Hz..... | 90 |
| Tabla 20. Resultados ANOVA para los valores <i>rms</i> de las señales de RMB a 40 Hz en las muestras con cementantes sólidos..... | 90 |
| Tabla 21. Profundidad de capa endurecida para cada tratamiento con cementantes líquidos | 92 |
| Tabla 22. Valores <i>rms</i> de las señales de RMB para muestras con cementantes líquidos | 100 |
| Tabla 23. Resultados cálculo de los estadísticos t y t_0 en las parejas de niveles del SAE 1020 | 110 |
| Tabla 24. ANOVA para los niveles bajo, medio y alto del SAE 1020 cementado | 110 |
| Tabla 25. Resultados del cálculo de los estadísticos t y t_0 de las parejas de niveles del SAE 8620..... | 111 |
| Tabla 26. ANOVA para los niveles bajo, medio y alto del SAE 8620 cementado | 111 |

| | |
|--|-----|
| Tabla 27. Fases y tamaño de grano austenítico presentes para cada tratamiento en condición carburizado del acero AISI/SAE 8620..... | 116 |
| Tabla 28. Porcentaje de carbono en la superficie por EEO | 119 |
| Tabla 29. Profundidad de capa endurecida y dureza superficial de todos los niveles de tratamientos | 123 |
| Tabla 30. Valores <i>rms</i> de las señales a 10 Hz en las tres condiciones a 900 °C y 930 °C del SAE 8620..... | 131 |
| Tabla 31. Resultados ANOVA para los valores <i>rms</i> de las señales de RMB a 10 Hz en la muestras con cementantes gaseosos con temperatura de 900 °C y 930 °C en el AISI/SAE 8620..... | 157 |
| Tabla 32. Principales características de las capas endurecidas en el AISI/SAE 1020 en condición cementado | 160 |
| Tabla 33. Resultados ANOVA para los valores <i>rms</i> de las señales de RMB a 10 Hz en la muestras con cementantes gaseosos con temperatura de 930 °C en el AISI/SAE 1020 | 163 |

Lista de figuras

| | |
|--|----|
| Figura 1. Profundidad de capa cementada Vs tiempo de cementación para temperaturas seleccionadas(ASM Handbook Committee, 1991) | 8 |
| Figura 2. Porcentajes de CO/CO ₂ en equilibrio con varias concentraciones de carbono a 845 °C, 870 °C, 900 °C y 930 °C (Tecnológica Nacional, 2014) | 11 |
| Figura 3. Esquema reactor tubular (Flogler, 1999) | 16 |
| Figura 4. Variables de entrada y salida en el reactor tubular de flujo pistón | 17 |
| Figura 5. Esquema de los gases de entrada, las reacciones dentro del reactor y los gases de salida | 19 |
| Figura 6. Perfil de dureza transversal de un acero 8620 cementado a 925 °C (ASM Handbook Committee, 1991) | 21 |
| Figura 7. Perfil de composición de carbono a través de la sección transversal de un AISI/SAE 8620 cementado a 925 °C (ASM Handbook Committee, 1991)..... | 22 |
| Figura 8. Micrografías ópticas de varios tipos de martensitas em aleaciones férricas (a) Laminas, (b) mariposa, (c) tipo placas, (d) Lenticular, (e) placa delgada, (f) Martensita ε (Maki, 1990). | 27 |
| Figura 9. Rango de formación de los tipos de martensita α' en función de la temperatura de inicio de transformación martensítica y el contenido de carbono (Maki, 2012). | 28 |
| Figura 10. Lazo de histéresis de un material ferromagnético con esquematización de las paredes de dominio y los dominios magnéticos (Serna Giraldo, 2007). | 30 |
| Figura 11. Señal de ruido magnético de Barkhausen (Serna-giraldo, 2007)..... | 32 |
| Figura 12. Esquema generación del campo magnético y adquisición de la señal de Barkhausen | 33 |
| Figura 13. Esquematización de la caracterización por RMB | 33 |
| Figura 14. Superior; señal de Barkhausen obtenida. Inferior; FFT de la señal (Alessandra Drehmer, Gunther J. L. Gerhardt, 2013) | 41 |
| Figura 15. Diseño del sistema para cementación gaseosa (fuente propia) | 45 |
| Figura 16. Horno para cementación gaseosa fabricado para la Universidad de Antioquia | 46 |
| Figura 17. Elementos que conforman el reactor | 47 |
| Figura 18. Recámara del reactor termoquímico (a) dimensiones de la recámara. (b) perfil de temperaturas dentro de la recámara..... | 48 |
| Figura 19. Esquema sonda de circonio (SSI) (Supersystems, 2009)..... | 49 |
| Figura 20. Formato de piezas cementadas, (a) discos para mediciones de RMB y (b) sectores circulares para caracterización microestructural y de dureza | 53 |
| Figura 21. Equipo para las mediciones de RMB | 65 |
| Figura 22. Mediciones de RMB | 67 |
| Figura 23. Microestructura de la sección transversal atacada con Nital 2 % para el (a) AISI/SAE 1020 y (b) AISI/SAE 8620..... | 68 |

| | |
|--|----|
| Figura 24. Señal de RMB del acero AISI/SAE 1020 en la condición sin tratamiento ... | 69 |
| Figura 25. Envolvente promedio de las señales de RMB para ambos materiales en condición de entrega | 70 |
| Figura 26. Micrografías ópticas del acero SAE 8620 en condición carburizado con cementantes sólidos (a) 900 °C durante 1 hora, (b) 900 °C – 3 horas, (c) 950 °C – 1 hora y (d) 950 °C - 3 horas | 71 |
| Figura 27. Micrografías ópticas del acero SAE 8620 en la condición templado, (a) en la superficie y (b) en el núcleo | 72 |
| Figura 28. Micrografías ópticas de acero SAE 8620 en la condición cementado, (a) en la superficie y (b) en el núcleo | 73 |
| Figura 29. Pequeña capa descarburada en algunas réplicas, (a) sin descarburación, (b) descarburada | 74 |
| Figura 30. Señales de RMB obtenidas a 10 Hz para cada nivel de tratamiento térmico superficial con cementantes sólidos en condición cementada (a) 900 °C, 1 hora, (b) 900 °C, 3 horas, (c) 950 °C, 1 hora, (d) 950 °C, 3 horas | 76 |
| Figura 31. Valores <i>rms</i> versus frecuencias de excitación para los tratamientos (a) 900 °C, 1 hora, (b) 900 °C, 3 horas, (c) 950 °C, 1 hora y (d) 950 °C, 3 horas | 78 |
| Figura 32. Comparación de los valores <i>rms</i> vs la frecuencia de excitación para cada uno de los niveles de tratamientos del AISI/SAE 8620 en las condiciones, (a) sin tratamiento y (b) cementado | 80 |
| Figura 33. Valores <i>rms</i> de las señales de RMB de cada tratamiento en cada condición | 83 |
| Figura 34. Relación entre la profundidad de capa cementada y los valores <i>rms</i> del RMB a 10 Hz para el AISI/SAE 8620..... | 84 |
| Figura 35. Diagrama de caja y bigotes para los valores <i>rms</i> a 10 Hz del acero AISI 8620 en la condición cementado en medio sólido | 85 |
| Figura 36. Envolventes de las señales de RMB del acero 8620 austenizado a 900 °C durante 3 horas en medio sólido | 86 |
| Figura 37. Envolvente de las señales de RMB de los cuatro tratamientos en las condiciones (a) sin tratamiento, (b) templado y (c) templado más revenido | 88 |
| Figura 38. Perfil de composición para los tres niveles del acero 8620 | 91 |
| Figura 39. Microestructura muestra carburizada durante 8h. SAE 1020, Revelada con Nital 2 %..... | 92 |
| Figura 40. Imágenes MEB del AISI/SAE 1020 Cementado con tratamientos a 900 °C durante (a) 3 horas, y (b) 8 horas..... | 93 |
| Figura 41. Imagen MEB de la muestra de acero SAE 1020, carburizada 8 horas en condición cementada, atacada con Nital 2 % | 94 |
| Figura 42. Imágenes MEB - SAE 8620 – Superficie condición cementado, durante 4,5 horas..... | 94 |
| Figura 43. Valores promedios del <i>rms</i> para todas frecuencias - SAE 1020, en las tres condiciones después de carburizado durante (a) 3 horas –Nivel bajo y (b) 8 horas – Nivel alto | 96 |

| | |
|---|-----|
| Figura 44. Señales del RMB vs el tiempo del acero AISI/SAE 1020 carburizado durante 3 hora (a) en condición carburizado y (b) en condición cementado..... | 98 |
| Figura 45. Señales del RMB Vs el tiempo del acero AISI/SAE 8620 carburizado durante 3 hora (a) en condición carburizado y (b) en condición cementado..... | 99 |
| Figura 46. Diagrama de caja y bigotes comparativo entre todos los niveles de tratamientos en condición carburizado y cementado de los aceros (a) AISI 1020 y (b) AISI 8620 | 101 |
| Figura 47. Envolvente de la señal de RMB en las condiciones, sin tratamiento, carburizado y cementado carburizado durante 3 horas de los aceros (a) AISI/SAE 1020 y (b) AISI/SAE 8620 | 103 |
| Figura 48. Comparativo de las envolventes entre las condiciones sin tratamiento y cementado carburizado durante 3 horas, de los aceros (a) AISI/SAE 1020 (b) AISI/SAE 8620, | 104 |
| Figura 49. Valores <i>rms</i> promedio de cada nivel de tratamiento (3, 4,5 y 8 horas) en condición cementado para los aceros (a) AISI 1020 y (b) AISI 8620..... | 106 |
| Figura 50. Promedio de las envolventes para los tres niveles de tratamiento en condición cementado (a) AISI/SAE 1020 y (b) AISI/SAE 8620 | 107 |
| Figura 51. Gráfico de probabilidad normal acumulada para el nivel bajo cementada del SAE 8620..... | 109 |
| Figura 52. Gráfico de cajas y bigote para los valores <i>rms</i> de las señales de RMB para los tres tiempos en condición cementado del AISI/SAE (a) 1020 y (b) 8620. | 112 |
| Figura 53. Micrografías ópticas del SAE 8620 carburizado a 900 °C y atacado con Nital 2 %, de los tratamientos (a) 111, (b) 112, (c) 121 y (d) 122 | 115 |
| Figura 54. Micrografía óptica del AISI 8620 en condición carburizado con tratamientos (a) 212 y (b) 122, revelada con Nital al 2 %..... | 115 |
| Figura 55. Microestructura del SAE 8620, en el tratamiento 111 a 3000 μm de la superficie, (a) MEB y (b) MO. Nital 2 % | 117 |
| Figura 56. Micrografías cerca de la superficie en el AISI/SAE 8620 de los tratamientos (a) 112 y (b) 122 en condición cementadas, reveladas con Nital al 2 % | 118 |
| Figura 57. Micrografías cerca al núcleo del tratamiento 121 en condición templada y revenida, Nital 2 %, (a) MO y (b) MEB. | 119 |
| Figura 58. Perfil de microdureza de todos los tratamientos del acero SAE 8620 a 900 °C | 120 |
| Figura 59. Perfil de microdureza para el acero 8620 cementado en todos los tratamientos, a temperatura de 930 °C..... | 121 |
| Figura 60. Perfil de composición y de microdureza para la muestra de acero 8620 cementada con tratamiento 222 | 122 |
| Figura 61. Relación entre la cantidad de martensita, la dureza y el porcentaje de carbono (Ortiz Cárdenas & López, 2012) | 124 |
| Figura 62. Valores <i>rms</i> para cada frecuencia de excitación en condición de entrega para los todos los tratamientos del acero SAE 8620 | 125 |

| | |
|--|-----|
| Figura 63. Valores <i>rms</i> para cada frecuencia de excitación en condición carburizado a la temperatura de 900 °C, para los todos los tratamientos del acero SAE 8620. | 126 |
| Figura 64. Valores <i>rms</i> para cada frecuencia de excitación en condición cementado para todos los tratamientos del acero SAE 8620 | 127 |
| Figura 65. Gráfico de las señales de RMB en las condiciones sin tratamiento, carburizado y cementado para todas las combinaciones de los niveles a 900 °C. (a) 111, (b) 112, (c) 121 y (d) 122 | 129 |
| Figura 66. Gráfico de las señales de RMB en las condiciones sin tratamiento, carburizado y cementado para todas las combinaciones de los niveles a 930 °C. (a) 211, (b) 212, (c) 221 y (d) 222 | 130 |
| Figura 67. Envoltente de las señales de RMB de los tratamientos 111, 112, 121 y 122 del acero 8620 en condición (a) Sin tratamiento, (b) carburizada y (c) cementada a 10 Hz..... | 133 |
| Figura 68. Tratamiento 121, (a) réplicas tres y (b) réplica dos, ambas en condición cementada. | 135 |
| Figura 69. Envoltente de las señales de RMB de todas las réplicas del tratamiento 121 en el acero 8620 en condición cementado | 135 |
| Figura 70. Valores <i>rms</i> de las señales de RMB para las condiciones sin tratamiento, carburizado y cementado de todos los niveles de tratamiento en el AISI/SAE 8620 a (a) 900 °C y (b) 930 °C. | 136 |
| Figura 71. Valores <i>rms</i> del RMB a 900 y 930 °C para todos los tratamientos en condición cementado | 138 |
| Figura 72. Diagrama de cajas y bigotes para la condición cementada del acero 8620 a (a) 900 y (b) 930 °C..... | 139 |
| Figura 73. Envoltente promedio de las señales de RMB de todos los tratamientos del acero 8620 en condición cementado con cementación gaseosa | 140 |
| Figura 74. Envoltentes comparativas al aumentar el potencial de carbono de 0,8 % a 1,2 % del AISI/SAE 8620 a 900 °C y 30 minutos de sostenimiento en condición cementado. | 141 |
| Figura 75. Valores <i>rms</i> de las señales de RMB comparativos al aumentar el potencial de carbono de 0,8 % a 1,2 % en AISI/SAE 8620, durante 30 minutos a 900 °C, condición cementada. | 142 |
| Figura 76. Comparación entre las imágenes MEB de los tratamientos a la izquierda con 0,8 % de carbono y 1,2 % a la derecha en la (a) superficie, (b) a 50 μm y (c) a 900 μm de la superficie..... | 143 |
| Figura 77. Comparativo entre las envoltentes a 10 Hz de los tratamientos 121 y 122 con dos potenciales de 0,8 % y 1,2 % de carbono en la atmósfera cementante del AISI/SAE 8620, con sostenimiento de 60 minutos a 900 °C, en condición cementada..... | 145 |
| Figura 78. . Valores <i>rms</i> de las señales de RMB comparativos entre los tratamientos 121 y 122 del AISI/SAE 8620, carburizado durante 60 minutos a 900 °C..... | 146 |
| Figura 79. Comparativo entre las envoltentes de los tratamientos 111 y 121 con dos tiempos de sostenimiento de 30 minutos (línea azul) y 60 minutos (línea roja) con temperatura constantes y el menor potencial de carbono..... | 147 |

| | |
|---|-----|
| Figura 80. Comparativos entre valores <i>rms</i> los tratamientos con tiempos de sostenimiento de 30 y 60 minutos en el AISI/SAE 8620 para los potencial de carbono (a) 0,8 % y (b) 1,2 % . | 148 |
| Figura 81. Comparativo entre las envolventes del AISI/SAE 8620 en condición cementada al aumentar ambos factores (tratamientos 111 y 122) | 149 |
| Figura 82. Comparación entre los valores <i>rms</i> del AISI 8620 en condición cementada al evaluar ambos factores (tratamientos 111 y 122) | 150 |
| Figura 83. Efecto de la frecuencia de excitación de campo externo en las tres condiciones sobre cada nivel de tratamiento (a) 30 min – 0,8 % C, (b) 30 min – 1,2 % C, (c) 60 min – 0,8 % C y (d) 60 min – 1,2 % C | 151 |
| Figura 84. Efecto del potencial de carbono con dos tiempos de sostenimiento durante la carburización a 930 °C del AISI 8620 en condición cementada. | 153 |
| Figura 85. Efecto del tiempo de permanencia con dos potenciales de carbono a 930 °C del AISI 8620 en condición cementado | 154 |
| Figura 86. Envolventes de todos los niveles de tratamientos con cementantes gaseosos a (a) 900 °C y (b) 930 °C para el AISI 8620 en condición cementado | 156 |
| Figura 87. Microestructuras del AISI 1020 en condición carburizado a 900 °C, durante 30 minutos y 1,2 % de carbono (a) en la superficie y (b) a una profundidad mayor a 1000 µm. | 159 |
| Figura 88. Microestructuras del acero AISI 1020 en condición cementado, (a) en la superficie, y (b) a 900 µm de la superficie | 159 |
| Figura 89. Envolventes de las señales de RMB en las condiciones sin tratamiento, carburizada y cementada del AISI/SAE 1020 con tratamiento a | 160 |
| Figura 90. Valores <i>rms</i> de las señales de RMB para las condiciones sin tratamiento, carburizado y cementado de todos los niveles de tratamiento en el AISI/SAE 1020 a 930 °C | 161 |
| Figura 91. Efecto de la frecuencia de excitación sobre diferentes tratamientos térmicos superficiales de cementación | 164 |

RESUMEN

La caracterización a nivel industrial de las capas endurecidas mediante cementación en los aceros ha sido un problema, debido al alto consumo de tiempo y dinero que implica la utilización de técnicas destructivas y no destructivas. Por lo tanto, se planteó utilizar el Ruido Magnético de Barkhausen (RMB) como una técnica de ensayo no destructivo complementaria en la caracterización de capas endurecidas en aceros, dado que el RMB es sensible a los cambios microestructurales y de dureza provocados en materiales ferromagnéticos. Es así como en este trabajo se evaluó la influencia de capas cementadas en los aceros AISI-SAE 1020 y 8620 en la respuesta de las señales de RMB. Los tratamientos térmicos superficiales de cementación consistieron en una etapa de carburización con cementantes líquidos, sólidos, y gaseosos, seguida de un tratamiento térmico de temple único con posterior revenido. Se realizó caracterización microestructural y por RMB de las capas en las condiciones sin tratamiento, carburizado y cementado. Las muestras en condición cementada se caracterizaron microestructuralmente para determinar las fases presentes, la composición, morfología y tipo de microestructuras obtenidas así como los perfiles de composición y de dureza alcanzadas. Mientras que en la caracterización por RMB se definieron los parámetros de adquisición, se realizaron las mediciones y los análisis en el dominio del tiempo con el valor cuadrático medio (*rms*) y las envolventes de las señales de RMB. También se comparó el efecto de la frecuencia de excitación de campo magnético con la microestructura y con la profundidad de donde las señales fueron adquiridas, aplicando la ecuación del *skin depth*. Finalmente, se relacionaron los resultados de RMB con las capas cementadas obtenidas, analizando la influencia de estas en las señales y estableciendo la correlación entre ellas. Se obtuvo en la superficie de las muestras en condición cementadas, microestructuras de martensita acicular en forma de listones con presencia de austenita retenida en algunas muestras, y en el núcleo una estructura de ferrita alotriomorfa, ferrita widmännstatten y bainita coalescida con poca martensita. Estas microestructuras modificaron las señales afectando la rotación y el crecimiento de los dominios magnéticos y revelaron que al aumentar el potencial de carbono, la temperatura o el tiempo de permanencia, individualmente o combinando dos de ellos, durante la carburización de los aceros AISI/SAE 1020 y 8620 disminuyen los valores *rms* y las envolventes de las señales de RMB, además, que el *rms* reducen en un orden de magnitud en la condición cementada respecto a la condición sin tratamiento. Se

encontró también que el RMB no solo es sensible a la profundidad de capa endurecida sino no a la cantidad, morfologías y tipos de microestructuras obtenidas. Por lo que se concluye que los parámetros en el dominio del tiempo de las señales de RMB pueden ser utilizados como técnica de inspección no destructiva durante el control de calidad de productos en la producción de piezas cementadas, después de seleccionar las condiciones de operación para cada cliente y proceso.

Palabras claves: Ruido Magnético de Barkhausen, cementación de aceros, tratamientos térmicos superficiales.

RESUMO

A caracterização, a nível industrial, das camadas endurecidas de aços cementados, tem sido um problema por sua grande demanda de tempo e dinheiro resultantes da utilização de ensaios destrutivos e não destrutivos (END). Para diminuir essa demanda, se propõe utilizar o ruído magnético de Barkhausen (RMB) no domínio do tempo como uma técnica de END que consiga complementar a caracterização das camadas endurecidas, devido à sensibilidade do RMB a alterações microestruturais e na dureza de materiais ferromagnéticos. É através dessa técnica que, no presente trabalho, foi avaliada a influência das camadas endurecidas nos aços AISI-SAE 1020 e 8620 nos sinais de RMB. O tratamento térmico superficial conhecido como cementação consiste em uma primeira etapa denominada carburização, que foi feita em meio líquido, sólido, e gasosa, uma etapa final chamada têmpera e revenimento. Foi feita a caracterização microestrutural através das respostas de RMB de três condições, sem tratamento, apenas com a carburização e em peças cementadas. As amostras cementadas foram microestruturalmente caracterizadas para determinar as fases presentes, a composição, morfologia e tipos de microestruturas obtidas, assim como os perfis de composição e dureza obtidos. Para a caracterização via RMB foram definidos os parâmetros de aquisição de sinais, as medições e análises foram feitas no domínio do tempo, utilizando a raiz quadrática média (valor RMS), e as envolventes dos sinais. Também foram analisados os efeitos resultantes da mudança na frequência de excitação do campo magnético nas respostas do RMB para as diferentes microestruturas e a profundidades alcançadas, conforme a equação da *skin depth*. Por fim, estabeleceu-se a relação entre os sinais do RMB e os tratamentos térmicos, através da análise dos sinais para as amostras

com camadas diferentes. As microestruturas superficiais obtida nas amostras na condição cementada foram de placas de martensita acicular, com algumas amostras apresentando austenita retida, e no núcleo foram obtidas estruturas de ferrita alotriomorfa, ferrita widmännstatten e bainita coalescida com pouca martensita. Essas microestruturas afetam a rotação e o crescimento dos domínios magnéticos, modificando a resposta de RMB. Os resultados revelaram que, ao aumentar a concentração de carbono, a temperatura e tempo de austenização, individualmente ou de forma combinada no processo de carburização dos aços AISI/SAE 1020 e 8620, diminuem os valores RMS e das envolventes dos sinais de RMB, sendo que a diminuição nos valores RMS é de uma ordem de grandeza ao compararmos as respostas das amostras cementadas e das sem tratamento. Além disso, observou-se que, além das camadas endurecidas, o RMB também é sensível à quantidade, morfologia e tipo de microestrutura obtida. Dessa forma, conclui-se que os parâmetros do sinal de RMB no domínio no tempo podem ser utilizados como indicadores em inspeções por ensaios não destrutivos no controle de qualidade na produção de peças cementadas, desde que sejam escolhidas as condições de operação para cada cliente e processo de fabricação.

Palavras chaves: Ruído magnético de Barkhausen, carburização de aços, tratamento térmico superficial.

ABSTRACT

The characterization at the industrial level of the hardened layers by cementation in the steel has been a problem, due to the high consumption of time and money that implies the use of destructive and non-destructive techniques (NDT). Therefore, it was proposed to use the Magnetic Barkhausen Noise (MBN) in the time domain, as a complementary NDT technique in the characterization of layers hardened steels since the MBN is sensitive to the microstructural and hardness changes caused in ferromagnetic materials. In this work, it is evaluated the influence of cemented layers in the AISI-SAE 1020 and 8620 sheets of steel in the response of the MBN. The cementation surface heat treatments, consisted of a preliminary stage of carburization in the liquid, solid and gaseous medium of cooling, followed by thermal treatment of single quenching with subsequent tempering. Microstructural and MBN characterization of the layers was carried out under untreated, carburized and cemented conditions. The

samples in the cemented state characterized microstructurally to determine the phases, the composition, morphology, and type of microstructures obtained as the profiles of composition and hardness reached. While in the characterization by MBN the acquisition parameters of the signals defined, measurements and analyses were made in the time domain, using the root mean square (RMS) and the envelope of the signals. It was compared to the excitation frequency effect of the magnetic field with the microstructure and the depth from which the signals came, applying the skin depth equation. Finally, the MBN results related to the cemented layers obtained, analyzing the influence of these layers on the signals and establishing the correlation between them. On the surface of the samples in cemented condition, acicular martensite microstructures in the form of plates with the presence of retained austenite in some samples were obtained, and in the nucleus, allotriomorphic ferrite, widmännstatten ferrite, and bainite coalesced with little martensite were obtained. These microstructures modify the signals, affecting the rotation and the growth of magnetic domains. The results revealed that increasing the carbon potential, the temperature or the holding time, individually or combining two of them, during the carburization of the AISI / SAE 1020 and 8620 sheets of steel decreases the RMS values and the envelopes of the signals of MBN. Besides, the rms reduces in order of magnitude in the cemented condition for the untreated condition. The MBN is not only sensitive to the hardened layer depth but also the quantity, morphologies, and types of microstructures obtained. Therefore, it is concluded that the parameters in the time domain of the MBN signals can be used as a non-destructive inspection technique during the quality control of the products in the production of cemented parts, after selecting the operating conditions for each client and process.

Keywords: Magnetic Barkhausen noise; carburizing of steels, surface thermal treatments

1. INTRODUCCIÓN

Diversos componentes para aplicaciones industriales tales como ejes, engranajes, rodillos, matrices entre otros, requieren que la superficie presente mayor dureza que su núcleo, esta condición es posible obtenerla mediante la aplicación de tratamientos térmicos superficiales como la cementación. En este tratamiento, el acero es sometido a una atmósfera con alto potencial de carbono a una temperatura de austenización predeterminada, con el objetivo de generar una capa superficial enriquecida en carbono de composición diferente al núcleo (Valencia, 2009). Así, con un posterior tratamiento térmico de temple y revenido, puede obtenerse una superficie más dura, con mejor resistencia a la tracción y al desgaste, mientras el núcleo permanece más tenaz. A nivel industrial es limitada la caracterización de las capas cementadas, por razones de costos y tiempos, caracterizar una capa cementada es determinar las microestructuras presentes, la profundidad de capa endurecida y constatar que se encuentre en los límites deseados. Generalmente se utilizan técnicas destructivas que incluyen medición de perfil de composición y/o microdureza en la sección transversal, ensayos metalográficos, análisis de láminas o examen de cortes consecutivos y en mucho de los casos se usa la dureza en la superficie o la inserción y caracterización de una pieza testigo durante la carburización (ASM Handbook Committee, 1991). En menor proporción se utilizan técnicas de ensayo no destructivo (END), como la difracción de rayos X y la caracterización mediante ultrasonido. Lo que hace necesaria la búsqueda de técnicas que complementen la caracterización de capas cementadas con menores costos y tiempos. Es así como la investigación de esta problemática se realizó por el interés de evaluar el RMB como una técnica complementaria de END para la caracterización de capas endurecidas mediante cementación. En esta investigación se controlaron y modificaron las variables tiempo, temperatura y potencial de carbono en la atmósfera cementante, con el objetivo de obtener diferentes profundidades de capas cementadas, así como diferentes perfiles microestructurales de composición y dureza, para relacionarlas con los parámetros, valor cuadrático medio (*rms*) y la envolvente de las señales de RMB.

En la primera sección se expone la fundamentación teórica de los tratamientos térmicos superficiales y del Ruido Magnético de Barkhausen, seguido de los objetivos del trabajo, el diseño y fabricación del horno para cementación gaseosa construido en la Universidad de Antioquia. Posteriormente se aborda la metodología, los resultados y el análisis de los resultados, para finalizar con las conclusiones y trabajos futuros.

2. FUNDAMENTACIÓN TEÓRICA

En esta sección se aborda una síntesis del contexto teórico de la cementación como tratamiento térmico superficial, incluyendo reactores químicos, endurecimiento de capas cementadas y métodos de determinación de potencial de carbono, además, un marco conceptual sobre el Ruido Magnético de Barkhausen (RMB) como fenómeno físico, técnica de ensayo no destructivo (END), y su utilización en la caracterización de capas cementadas.

2.1 TRATAMIENTOS TÉRMICOS SUPERFICIALES

Los tratamientos térmicos son el conjunto de operaciones de calentamiento, sostenimiento y enfriamiento, bajo condiciones controladas de temperatura, tiempo, atmósfera y medio de enfriamiento, que se le hace a un material con el objetivo de modificar sus propiedades. Entre los tipos de tratamientos térmicos se encuentran, tratamientos térmicos en la masa; que modifican la microestructura de toda la pieza y tratamientos superficiales, entre los cuales se encuentran tratamientos termoquímicos como la cementación, que modifican la microestructura y la composición en la superficie (ASM Handbook Committee, 1991). En este trabajo se realizaron tratamientos térmicos de cementación, que consistieron en una etapa de carburización con un posterior tratamiento de endurecido mediante temple y revenido. Algunos autores utilizan indistintamente el término carburización como cementación, en este trabajo el término carburización se aplica como la etapa en la cual se enriquece la superficie con carbono, mientras que la cementación hace referencia a las etapas de carburización, temple y revenido.

2.1.1 Cementación

La cementación, es un tratamiento térmico superficial, que consiste en calentar la pieza hasta la temperatura de austenización dentro de una atmósfera con alta concentración de carbono, con el propósito de que los átomos de carbono ingresen intersticialmente en la estructura cristalina del hierro. Una vez terminada esta operación se temple y reviene la pieza para obtener una microestructura martensítica revenida en la superficie. El objetivo de la cementación es generar una superficie con alta dureza y un núcleo dúctil en un acero de bajo contenido de carbono, entre los materiales más utilizados para la cementación se encuentran los aceros AISI-SAE 1020, 1015, 8620,

3120, 4120, 5120, siendo estos últimos más recomendables dado que los aleantes como níquel, cromo y molibdeno favorecen la inserción de átomos de carbono (ASM Handbook Committee, 1991). El contenido de carbono se controla entre 0,8 a 0,9 % de carbono en la superficie (Valencia, 2009), con una disminución de concentración hacia el interior de la pieza, si el contenido de carbono en la superficie es muy alto puede causar la formación de carburos, de martensita frágil y/o austenita retenida. La profundidad de capa cementada se puede definir como la profundidad donde el perfil de composición alcanza 0,35 % de carbono (Valencia, 2009), con esta composición y después del temple y el revenido se consigue una dureza entre 400 y 500 HV (ASM Handbook Committee, 1991), la profundidad requerida depende directamente de la aplicación, por ejemplo, si se requiere resistencia al desgaste se usan capas de poca profundidad, entre 0,1 y 0,5 mm para que no se produzcan deformaciones en las capas, en la mayoría de los casos las capas cementadas no superan 1,5 mm pero se realizan tratamientos con profundidades de hasta 4 mm (ASM Handbook Committee, 1991). La introducción de átomos de carbono se da en primera instancia por reacciones entre la atmósfera del horno y el material y en segunda instancia mediante mecanismos controlados por la difusión (Callister, 2009), esto es descrito por la segunda ley de Fick, como se muestra en la Ecuación 1.

$$\frac{dc}{dt} = \frac{d}{dx} \left(D \frac{dc}{dx} \right)$$

Ecuación 1. Segunda ley de Fick (Callister, 2009)

Donde la concentración de la especie difusora en este caso el carbono, está en función del tiempo (t), la profundidad (x) la difusividad (D) y la concentración de carbono de la atmósfera del horno en contacto con la superficie de la muestra. Las soluciones de esta ecuación diferencial describen el estado dinámico de la difusión de los átomos y dependen directamente de las condiciones de fronteras. El proceso de carburación depende del control de tres variables principalmente; el tiempo, la difusividad y el potencial de carbono. El tiempo afecta directamente la difusión de los átomos hacia el interior de la pieza, la Figura 1 muestra el comportamiento de la profundidad de capa endurecida que se alcanza en función del tiempo de cementación para varias temperaturas. El gráfico se construyó a partir de los datos calculados por F.E Harris y publicados en 1943 (Harris, 1943), en el cual asumió una austenita saturada en la superficie.

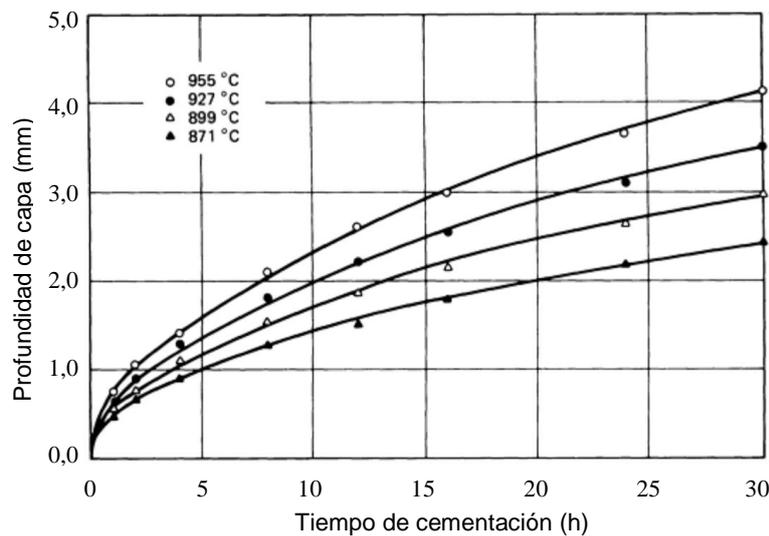


Figura 1. Profundidad de capa cementada Vs tiempo de cementación para temperaturas seleccionadas(ASM Handbook Committee, 1991)

Se observa en la Figura 1 que a mayor tiempo de permanencia a una misma temperatura, mayor profundidad de capa cementada en función de $t^{1/2}$. Mientras que la difusividad indica la velocidad a la cual se difunden los átomos del soluto en el solvente, esta depende de la temperatura, de la energía de activación y del coeficiente de interdifusión o autodifusión de las sustancias cumpliendo la expresión de la Ecuación 2 (Callister, 2009).

$$D = D_0 e^{-\frac{Q}{RT}}$$

Ecuación 2. Difusividad

Dónde:

D_0 = Factor de frecuencia independiente de la temperatura (m^2/s)

Q = Energía de activación para la difusión (J/mol o $eV/átomo$)

R = Constante de los gases, $8,31 J/mol-K$, $1,987 cal/mol-K$

T = Temperatura absoluta (K)

Se observa en la Ecuación 2 que la temperatura afecta exponencialmente la velocidad de difusión de los átomos de soluto en el solvente, en el caso de la cementación, el carbono se difunde intersticialmente en la red cristalina del hierro durante la etapa de carburización, la velocidad con la que el carbono se difunde en la austenita depende directamente de la temperatura, por ejemplo, la velocidad de difusión a 925 °C es 40 % mayor que a una temperatura de 870 °C . El rango de temperaturas mayormente utilizadas durante la carburización de los aceros es entre 870 °C y 980 °C (Tecnológica Nacional, 2014), que es donde se alcanza mayor solubilidad del carbono en la austenita. Según la segunda ley de Fick y de acuerdo a resultados experimentales siempre que se

aumenta la temperatura de austenización se reduce el tiempo para obtener una misma profundidad de capa cementada (Callister, 2009), y siempre que se aumente el tiempo de permanencia se obtienen capas de mayor profundidad, con la limitante de que siempre que se aumente la temperatura de austenización y/o el tiempo de permanencia se presentará crecimiento de grano austenítico previo (Valencia, 2009).

Por otro lado el potencial de carbono de la atmósfera del horno a una temperatura específica se define como el carbono disponible para reaccionar con el hierro que se encuentra en equilibrio termodinámico en la atmósfera, este debe ser mayor que el potencial de carbono de la superficie de las piezas para que el diferencial de potencial de carbono proporcione la fuerza motriz para que se produzca la carburación (ASM Handbook Committee, 1991).

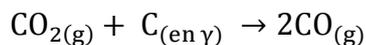
Para realizar el proceso de cementación se utilizan cementantes sólidos, líquidos o gaseosos. La cementación en medio sólido es el proceso más antiguo y aún se utiliza, se puede hacer con carbón vegetal, carbón coque, huesos calcinados, junto con algunos activantes como carbonatos de bario, de calcio o de sodio, más algunos aglomerantes. Entre sus ventajas se encuentra que no requiere personal especializado y se puede usar variedad de hornos, y en sus desventajas que se requiere de más tiempo, no hay control del contenido de carbono superficial, ni del espesor de capa (Valencia, 2009). La cementación en medio líquido presenta mayor velocidad de inserción de átomos de carbono que en medio sólido, pero produce gases que son venenosos para los operarios, se hace sumergiendo la pieza en un baño de sales fundidas por encima de A_{c1} , que es la temperatura donde se da la reacción eutéctode de transformación de la austenita en perlita. Las sales que se utilizan generalmente son; cianuro de sodio, cianato de sodio, carbonato de sodio y los cloruros de bario, calcio, potasio y sodio (Valencia, 2009). La cementación gaseosa sigue a continuación.

2.1.2 Cementación Gaseosa

La cementación gaseosa presenta mayor control en el potencial de carbono en la superficie y facilita la medición de este. Existen diferentes sistemas para la creación de la atmósfera cementante que serán explicados más adelante, entre ellos, la producción de la atmósfera mediante la evaporización de metanol dentro de la cámara o la utilización de una cámara endotérmica. Este último método de cementación gaseosa se ha convertido en el más utilizado a nivel mundial, aprovechando la expansión que ha

sufrido en los últimos años las redes de gas natural doméstico y el bajo precio de este. En este tipo de cementantes la inserción de átomos de carbono es mucho más rápida y controlable que utilizando cementantes líquidos, o sólidos.

Cuando los aceros son expuestos a altas temperaturas ya sea durante el procesamiento o tratamiento térmico, su superficie reaccionará con elementos presentes en el medio, como oxígeno, nitrógeno, hidrógeno, azufre, vapor de agua, monóxido y dióxido de carbono, el efecto de cada uno dependerá de la concentración y la temperatura, y pueden provocar oxidación, descarburación o carburación de la pieza (Valencia, 2009). Estas reacciones estarán presentes siempre y cuando no se tomen acciones para evitarlas, como generar un vacío menor de 10^{-6} torr (Valencia, 2009), entre otras. En los tres tipos de cementantes puede regir el mecanismo por cementación gaseosa, sea por la evaporación de la fase líquida o por descomposición de la fase sólida en gas CO, CO₂ y H₂O, al igual que si se usa un cementante gaseoso como metano, propano o butano, por lo tanto, y según Harvey (P. D. Harvey, 1982) la reacción más importante durante la cementación está dada por la ecuación 3.



Ecuación 3. Reacción principal en la carburización

Donde las presiones parciales de CO y del CO₂ de la Ecuación 3 hacen que esta reacción se vaya hacia la izquierda o hacia la derecha, es decir una mayor presencia de CO provoca la carburización mientras que, mayor presencia de CO₂, la descarburación. La descarburación se define como la pérdida de carbono en la superficie de un material férreo, ya sea por la presencia de elementos que reaccionen con este o simplemente por la formación de óxidos a altas temperaturas en el vacío (Valencia, 2009). Para favorecer la cementación se requiere entonces la formación del monóxido de carbono (CO) e hidrógeno (H) sin excesivo anhídrido carbónico (CO₂) o vapor de agua (H₂O). A cualquier temperatura la relación de equilibrio entre el CO y el CO₂ mantiene un potencial de carbono en la austenita, esta relación está dada por la constante de equilibrio K que se muestra en la Ecuación 4

$$K = \frac{(p_{\text{CO}})^2}{A \cdot (p_{\text{CO}_2})}$$

Ecuación 4. Cálculo de la constante de equilibrio de la reacción principal (P. Harvey, 1982)

Donde A es la actividad termodinámica del carbono disuelto en la austenita. Los diferentes valores de K están en función de la temperatura y las presiones parciales de

los gases CO y CO₂ como se muestra en la Figura 2. En está también se muestra la concentración de carbono en la atmósfera según la concentración de los gases CO y CO₂, para cuatro temperaturas, 845 °C, 870 °C, 900 °C y 930 °C.

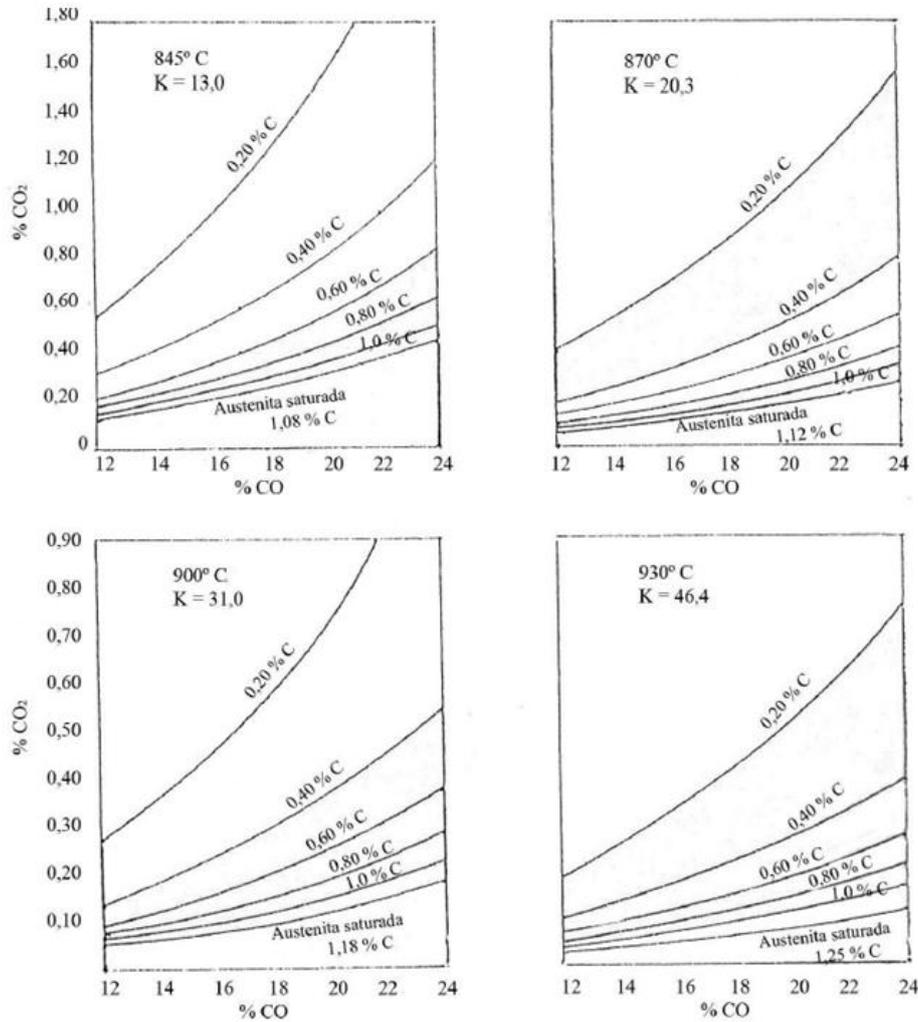
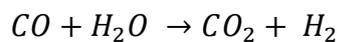
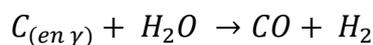


Figura 2. Porcentajes de CO/CO₂ en equilibrio con varias concentraciones de carbono a 845 °C, 870 °C, 900 °C y 930 °C (Tecnológica Nacional, 2014)

En la Figura 2 se observa como al aumentar la temperatura se aumenta la constante de equilibrio (K) y a su vez la relación CO/CO₂ para alcanzar determinado potencial de carbono. Además, de la relación entre el dióxido y el monóxido de carbono, se presentan reacciones con el hidrógeno y el vapor de agua presente en algunos gases que intervienen en las reacciones, las Ecuación 5 y 6 muestran estas reacciones (P. Harvey, 1982).



Ecuación 5. Reacción del monóxido de carbono con el agua



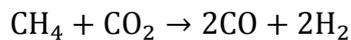
Ecuación 6. Reacción del monóxido de carbono con el hidrógeno

Las reacciones de las ecuaciones 5 y 6 muestran como el vapor de agua puede causar descarburación. Estas ecuaciones se dan por la presencia de vapor de agua en el gas enriquecedor lo que provoca la relación entre el vapor de agua condensado y el dióxido de carbono para cada temperatura del proceso, por lo que es posible controlar el potencial de carbono en la atmósfera solo con el control del punto de rocío. La constante de equilibrio se obtendría mediante la Ecuación 7:

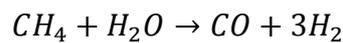
$$K = \frac{(CO).(H_2O)}{(CO_2).(H)}$$

Ecuación 7. Cálculo de la constante de equilibrio

Por lo tanto, la relación (H_2O/H_2) difiere de la relación (CO_2/CO) en los valores de K , estos valores son presentados en el Anexo A. Un proceso de cementación basado solo en la descomposición del CO podría tomar mucho tiempo, por esto es necesario la adición de hidrocarburos como metano, acetileno, propano o butano, las reacciones que ocurren están dadas por las ecuaciones 8 y 9:



Ecuación 8. Reacción del metano con el dióxido de carbono



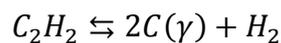
Ecuación 9. Reacción del metano con el agua

En la Ecuación 8 y Ecuación 9 hacia la derecha se reduce la concentración de CO_2 y H_2O que son agentes descarburantes mientras que generan CO y H_2 que favorecen la cementación, si se mantiene constante el CO_2 y el punto de rocío, el cambio neto en la composición de la atmósfera durante la cementación es una reducción del contenido de metano y un aumento en el contenido de hidrógeno. Lo cual obliga a monitorear permanentemente la atmósfera del horno para así calcular la concentración de carbono disponible en el horno.

La atmósfera carburante puede obtenerse de varias maneras, la más utilizada a nivel industrial es utilizando una cámara endotérmica, donde se combustiona parcialmente el metano contenido en el gas natural de redes de hogares y se crea un gas endotérmico que es posteriormente trasladado al horno de cementación (Ortiz Cárdenas & López, 2012). También se puede crear esta atmósfera utilizando un gas endotérmico sintético, en este caso se solicita la presurización de una mezcla de hidrógeno, nitrógeno y monóxido de carbono, en proporciones de 30 % - 40 % H_2 , 40 % - 50 % N_2 y 19 % - 23 % CO (L&L Special Furnace Co., 2014). Otra forma es mediante la descomposición de

oxihidrocarburos hidrogenados que contengan hasta tres átomos carbonos, no más de un enlace carbono-carbono, y una relación de carbono-oxígeno de 1 a 2, tal como alcoholes, aldehídos, éteres, ésteres y mezclas de los mismos (Kaspersma & Peartree, n.d.). Estos se inyectan presurizados directamente dentro del horno de cementación (Johnny F. Obando B, n.d.), y se calibra el potencial de carbono dentro del horno mediante la inyección de gases hidrocarburos como metano, acetileno o propano, si se requiere aumentar la concentración de carbono, o inyectando aire si se requiere disminuirla.

El acetileno tiene un proceso de descomposición prácticamente instantáneo en la superficie del metal, y no requiere como en el caso del propano un paso intermedio de descomposición por pirólisis y generar así el acetileno, que es la fuente de carbono que adsorberá el metal. Por lo tanto, se consigue que penetre de forma eficaz incluso en geometrías complicadas, además, las moléculas de acetileno se disocian sin formar metano no reactivo, y produce muy poco hollín en comparación con los demás gases hidrocarbonáceos utilizados en el proceso de cementación gaseosa lo que proporciona un rendimiento significativamente mayor que otros gases como metano o el propano. La Ecuación 10 muestra la reacción del acetileno.



Ecuación 10. Reacción del acetileno

En su descomposición se disocia en dos átomos de carbono activos sin formar fragmentos vinílicos, en comparación con un único átomo de carbono más los fragmentos de moléculas secundarias producidas por la disociación del propano, etileno, entre otros. Entre los métodos de monitoreo del potencial de carbono se pueden reducir a métodos manuales o automáticos, pero ambos se basan en determinar el punto de rocío y/o el contenido de CO₂. Entre los métodos más utilizados se encuentra el análisis por espectroscopía de infrarrojo, el punto de rocío y la utilización de sondas de circonio.

El punto de rocío o también conocida como temperatura de rocío, es la menor temperatura donde empieza a condensarse el vapor de agua contenido en un gas, el cual está determinado por la temperatura. Por lo tanto, a la temperatura de rocío, la relación de vapor de agua o humedad absoluta en una masa de gas alcanza el punto de saturación. Esta es el resultado de un descenso en la temperatura a la misma humedad relativa o un aumento de esta a la misma temperatura. De este modo conociendo la temperatura y aplicando la ley de las presiones parciales de Dalton, se pueden analizar

las presiones parciales de los gases que componen la mezcla y modificar el punto de rocío reajustando la relación aire-gas. Estas mediciones se realizan periódicamente y si se opera con cámara endotérmica debe realizarse tanto en la cámara como en el horno.

Los sistemas manuales no consiguen detectar las variaciones repentinas, lo que requiere la implementación de sistemas automáticos, los cuales se basan en el punto de rocío o en el contenido de CO_2 y pueden realizar acciones correctivas de manera constante. Uno de los métodos de fácil automatización es la utilización de sondas de circonio, para la determinación del contenido de dióxido de carbono, mediante la relación entre las fracciones parciales de oxígeno en el aire externo y dentro de la recámara. El óxido de circonio puro no puede ser utilizado en la sonda dado que es un material cristalino monoclinico que se transforma reversiblemente a forma tetragonal a $1000\text{ }^\circ\text{C}$ con un gran cambio en el volumen, sin embargo, con la adición de óxidos estabilizadores como MgO , CaO o Y_2O_3 , conserva la forma isométrica cúbica, las vacantes se establecen en la red cristalina, la movilidad de los iones de oxígeno aumenta mucho y bajo ciertas condiciones de temperatura y composición, la conductividad se debe completamente a estos iones y es responsable de la capacidad de detección. De este modo la sonda de circonio emite una señal de voltaje, la cual es utilizada para la determinación del potencial de carbono en la atmósfera. Otro método es mediante el análisis de láminas, en este caso un fleje de acero se pesa antes y después de ser introducido en la atmósfera del horno, el balance analítico del incremento de peso se emplea para determinar el carbono en la atmósfera. Se basa en la rapidez de cementación de la lámina delgada evitando la difusión del carbono. El mayor inconveniente es que el ajuste de la atmósfera se haría después del tiempo de permanencia de la lámina dentro del horno el cual sería alrededor de 1 o 1:30 horas. En este trabajo se utilizó sonda de circonio para la determinación del potencial de carbono en la atmósfera.

2.1.3 Reactores Termoquímicos

Para entender un sistema de cementación gaseosa es necesario ondear en el tema de reactores termoquímicos y de cinética de reacciones, la selección apropiada de las reacciones define la eficiencia de la cementación. En esta sección se abordan de forma general estos temas, pero antes se definen algunos conceptos:

- *Especie química*: es un compuesto o elemento químico determinado por el tipo, el número y la configuración de los átomos que la conforman.
- *Reacción química*: es cuando un número detectable de moléculas de una o más especies han perdido su identidad y han asumido un cambio en el tipo, el número o la configuración de los átomos.
- *La velocidad de reacción*: con la que se efectúa una reacción se puede expresar como la velocidad de desaparición de los reactivos o como la velocidad de aparición de los productos (Flogler, 1999). Esta velocidad depende de las propiedades de los reactivos, la temperatura, la presión el tipo de sistema si es por lote o flujo continuo, y dado que las propiedades de los reactivos pueden variar con la posición, la velocidad también es función de la posición dentro del reactor.

También hay que definir los tipos de reactores termoquímicos y entender el comportamiento del balance de moles de cada uno. Para la ecuación general de balance de moles es necesario limitar a un volumen cerrado definiendo las fronteras. Por ejemplo, para una especie j de interés en el balance de moles sería:

$$\text{Entrada} + \text{Generación} - \text{Salida} = \text{Acumulación}$$

$$\left[\begin{array}{c} \text{Velocidad} \\ \text{de flujo} \\ \text{de } j \text{ hacia} \\ \text{el sistema} \end{array} \right] + \left[\begin{array}{c} \text{Velocidad de} \\ \text{generación} \\ \text{de } j \text{ por reacción} \\ \text{química} \\ \text{dentro del sistema} \end{array} \right] - \left[\begin{array}{c} \text{Velocidad} \\ \text{de flujo} \\ \text{de } j \text{ desde} \\ \text{el sistema} \end{array} \right] = \left[\begin{array}{c} \text{Velocidad de} \\ \text{acumulación} \\ \text{de } j \text{ dentro} \\ \text{del sistema} \end{array} \right]$$

$$F_{j0} + G_j - F_j = \frac{dN_j}{dt}$$

Ecuación 11. Balance de moles de la especie j (Flogler, 1999).

Donde N_j es el número de moles de la especie j en el sistema. La Ecuación 11 es la ecuación general para cualquier tipo de reactor, y variaría dependiendo de éste. Así; un reactor por lotes no tiene flujo de entrada ni de salida de productos, por lo tanto, estos valores serían igual a cero (0).

- *Reactor tubular de flujo continuo o en pistón (RTFP) por su sigla en inglés*: se caracteriza porque el flujo atraviesa el reactor de forma ordenada, sin que ningún elemento del mismo sobrepase o se mezcle con cualquier otro elemento situado antes o después de aquel, esto es, no hay mezcla en la dirección de flujo

(dirección axial). Como consecuencia, todos los elementos de fluido tienen el mismo tiempo de residencia dentro del reactor. Un reactor tubular es un reactor cilíndrico que opera en estado estacionario al igual que un reactor de tanque con agitación continua, en este los reactivos se consumen continuamente a medida que fluyen a lo largo del reactor, cambiando de concentración en sentido axial, pero con una concentración constante radialmente. Como es en estado estacionario el término de acumulación desaparece en el balance y como la composición del fluido varía a lo largo del reactor, el balance de materia debe realizarse en un elemento diferencial de volumen transversal a la dirección de flujo. De esta forma si se selecciona una unidad de volumen ΔV donde la velocidad de reacción es constante como se muestra en la Figura 3.

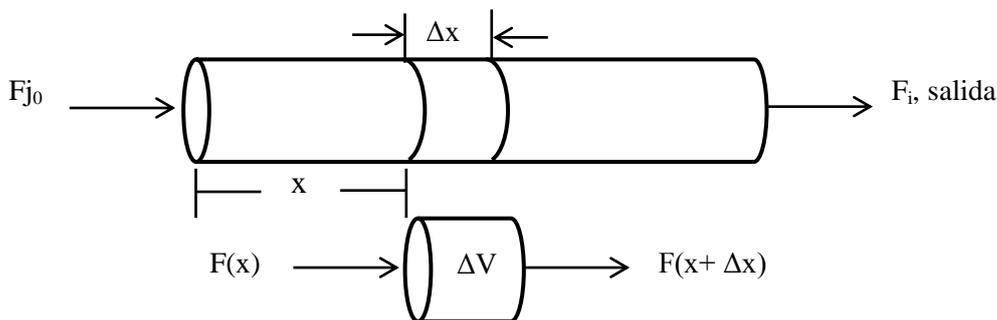


Figura 3. Esquema reactor tubular (Flogler, 1999)

En la Figura 3 se muestra el diferencial de volumen (ΔV) a una distancia x de la entrada del reactor. Por lo tanto, al resolver se obtiene la Ecuación 12.

$$\frac{dF_j}{dV} = r_j$$

Ecuación 12. Ecuación de diseño para un reactor tubular

La Ecuación 12 es aplicable también en el caso que la sección transversal del reactor sea variable, siempre que ΔV se aproxime a cero, de este modo el grado de reacción en un reactor tubular no depende de la forma sino del volumen total. Generalmente se modela sin variación espacial en la concentración, temperatura o velocidad de reacción en todos los puntos dentro de la recámara.

El funcionamiento de este reactor lo definen las variables de entrada; temperatura, grado del acero, atmósfera y la superficie de carga, según éstas, se dan las reacciones las cuales producen la variable de salida, el potencial de carbono en la superficie, que determina el perfil de composición. La Figura 4 muestra las variables de entrada y salida en la recámara del reactor.

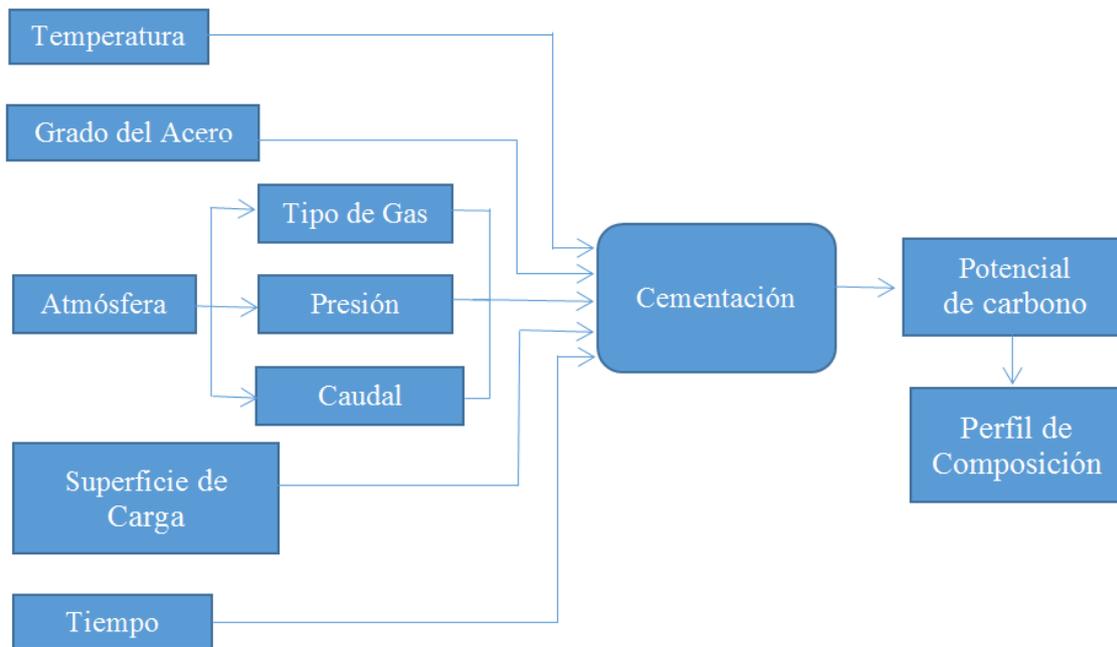


Figura 4. Variables de entrada y salida en el reactor tubular de flujo pistón

Al cambiar cualquiera de las variables de entrada se cambia el potencial de carbono en la atmósfera dado que todas y cada una de ellas afecta de manera significativa las reacciones, así:

- **Temperatura:** Define la velocidad de las reacciones y la velocidad de difusión del carbono en el hierro, afectado la difusividad dado por la reacción de la Ecuación 2 en la sección 2.1.1.
- **Grado del acero:** La carburización es una transferencia de masa que se lleva a cabo por el diferencial de concentración de la especie en cuestión, en este caso el carbono, de mayor concentración a menor concentración, y está definida por la atmósfera del horno y por la pieza a carburizar respectivamente, el grado del acero determina esta concentración inicial de carbono en la pieza.
- **Atmósfera:** La atmósfera está definida principalmente por el tipo de gas, la presión de trabajo, y el caudal, para el tipo de gas se puede utilizar cualquier hidrocarburo en estado gaseoso o incluso algunos como el metanol en estado líquido y evaporarlo dentro del reactor o al introducirlo en éste. Entre los más utilizados se encuentra el metano por menor costo, propano y acetileno.
- **Presión:** se puede trabajar a presión atmosférica o con presiones superiores a la presión atmosférica, para evitar la entrada de oxígeno, pero nunca con presiones negativas o por debajo de la atmosférica, porque podría causar una explosión dado

que todos los gases introducidos a estas temperaturas se encuentran por encima de su temperatura de ignición.

- **Caudal:** los flujos de entrada de gases tanto endotérmico como gas aportante definen el tiempo de estancia de cada partícula de gas dentro del reactor, y a su vez, el tiempo de contacto entre la atmósfera y la superficie a cementar. Si los flujos son muy bajos aumentan los tiempos de estancia y de reacción pero puede que no haya gas suficiente para producir la cantidad de carbono que se requiere; por otro lado si los flujos son muy altos, hay la cantidad de carbono en la atmósfera pero este dura muy poco tiempo en contacto con la muestra y es desplazado por el gas entrante antes de que se den las reacciones, otro aspecto de utilizar flujos muy altos es la posible generación de hollín, el cual se deposita sobre la superficie de la pieza y evita que se dé la carburización. Además, el flujo define el carácter laminar o turbulento del fluido.
- **Superficie de Carga:** Define la demanda de carbono, es decir aquel que se requiere para alcanzar la capa carburizada deseada.
- **Tiempo:** el tiempo influye principalmente en el tiempo de difusión, afectando directamente la profundidad de capa cementada o endurecida, obteniendo mayores o menores perfiles de composición y de microdureza a medida que el tiempo sea mayor o menor respectivamente. Durante la cementación se tienen dos tiempos, uno es el tiempo de estancia de las reacciones y el otro es el tiempo de permanencia para que se dé la difusión. El tiempo de permanencia o de residencia es el tiempo de estancia de una partícula dentro del reactor, es decir es el tiempo que le toma a cada partícula de gas inyectado recorrer la distancia del reactor, ahora considerando que es un fluido no compresible, que no hay zonas de estacionamiento dentro del reactor, y el volumen del reactor V , este se define como la relación entre el volumen del reactor y el flujo volumétrico de entrada del fluido, ver Ecuación 13.

$$\tau = \frac{V}{v}$$

Ecuación 13. Tiempo de residencia

Donde τ es el tiempo de residencia, V el volumen del reactor y v el volumen total de los gases de entrada por minuto. Esta ecuación indica que a mayores flujos de entrada menores tiempos de estancia, lo que disminuye el tiempo de contacto de los gases sobre la muestra, por lo tanto, la eficiencia del proceso. Lo que resume el problema a dos situaciones para encontrar el flujo óptimo. A mayor flujo de gases

mayor disponibilidad de átomos de carbono, pero menor tiempo de estancia y, a menor flujo mayor tiempo de estancia, pero poca disponibilidad de átomos.

De este modo al seleccionar una generación de atmósfera con un gas endotérmico sintético enriquecido con acetileno, se obtiene el esquema de los gases de entrada, las reacciones principales y los gases de salida en el reactor durante el tratamiento térmico de cementación en el reactor isotérmico de flujo pistón mostrado en la Figura 5.

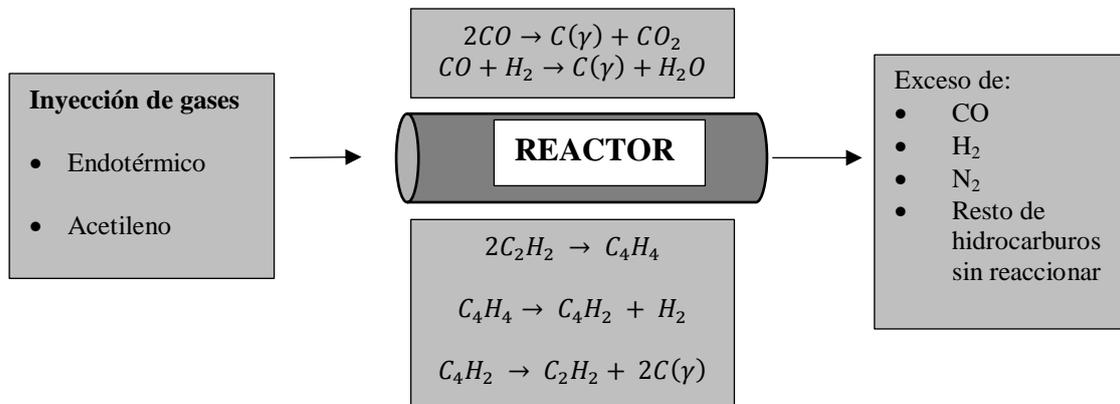


Figura 5. Esquema de los gases de entrada, las reacciones dentro del reactor y los gases de salida

La Figura 5 muestra el esquema general junto con algunas de las reacciones más relevantes que ocurren durante la cementación. Muestra también los gases residuos después del proceso. El monóxido de carbono al igual que el hidrógeno gaseoso, son bastante peligrosos para la salud, lo que obliga a implementar un sistema de quema de estos gases en el horno.

2.1.4 Tratamientos posteriores a la carburización

Después de carburizada la superficie del acero, se hace un tratamiento térmico de endurecimiento de las capas carburizadas, normalmente consiste en dos etapas; temple y revenido. Para el templado se puede realizar de varias formas así:

Temple directo: Se hace apenas termina la carburización y se enfría directamente desde la misma temperatura de carburización, una temperatura superior al límite de existencia de la austenita en el enfriamiento de aceros de bajo carbono (Ac_3), donde el acero se encuentra en 100 % fase austenita y se enfría en el medio deseado según el acero, ya sea agua, aceite u otro medio con temperatura menor a la temperatura de fin de la transformación martensítica (M_f). Se obtienen agujas gruesas de martensita con alguna cantidad de austenita retenida. Se utiliza en tornillos, tuercas y pernos. Otra

versión de este temple es dejando un tiempo de homogenización a una temperatura cercana a Ac_1 y luego efectuar el temple consiguiendo una adecuada estructura martensítica en la capa sin la presencia de austenita retenida, menor distorsión y una menor reacción del núcleo.

Temple único: Consiste en dejar enfriar lentamente dentro del horno después de terminar el proceso de carburización y difusión, posteriormente calentar hasta por encima de la temperatura eutectoide (Ac_1) y templar. En este caso como el núcleo contiene menor cantidad de carbono que la capa superficial, la temperatura no es suficiente para austenizar el núcleo por lo que este presenta una ferrita gruesa de bajas propiedades mecánicas, mientras se logra una capa fina y con alta dureza en la superficie del acero. Se utiliza en engranajes de velocidad. Otra versión de este proceso es el temple único con afino de grano del núcleo, en este caso se realiza a la temperatura de transformación del núcleo y la capa cementada presentará agujas grandes de cementita con posible formación de austenita retenida. También se puede realizar un recocido después de la carburización y antes de templado en aquellas piezas que requieran mecanizado, independientemente si es con afino de grano del núcleo o no.

Temple doble: Se realizan dos temples después de dejar enfriar lentamente al finalizar la etapa de carburización, el primero a una elevada temperatura por encima de Ac_3 y el segundo a la temperatura de transformación de la capa. Obteniendo así la mejor relación en las propiedades del el núcleo y la capa. Otra forma puede ser templando directamente desde la temperatura de carburización con un segundo temple desde la temperatura de la capa. En todos los casos anteriores es necesario un revenido. Este es definido por la composición de la capa carburizada, entre las composiciones más utilizadas en la cementación son 0,7 y 0,9 % de carbono las temperaturas más utilizadas van desde 150 °C hasta 250 °C con tiempos entre 2 a 4 horas. Después de las transformaciones de fase en estado sólido de la austenita lo que realmente se obtiene es un gradiente microestructural que a su vez produce un gradiente de dureza como el mostrado en la Figura 6.

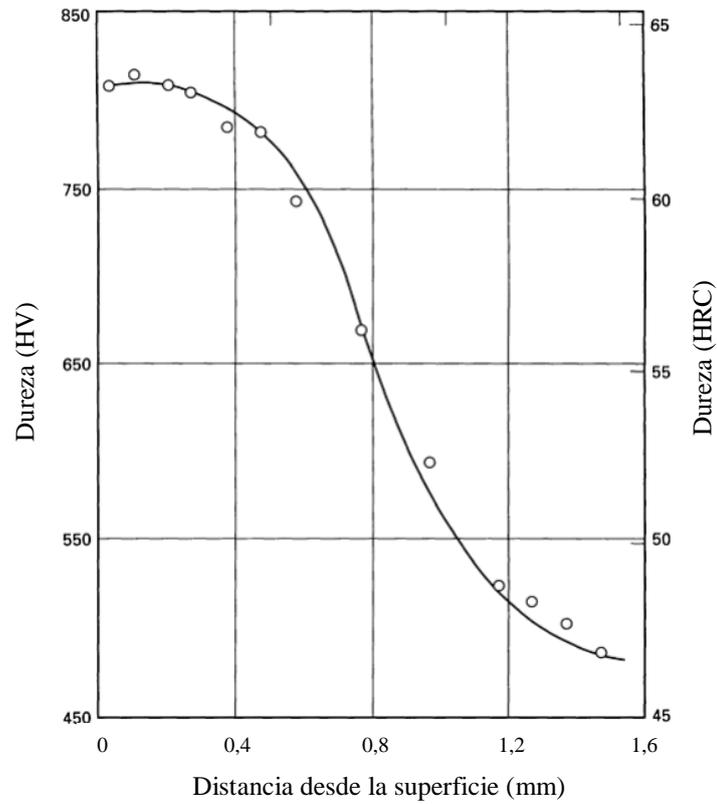


Figura 6. Perfil de dureza transversal de un acero 8620 cementado a 925 °C (ASM Handbook Committee, 1991)

En la Figura 6 se observa un perfil de microdureza decreciente desde la superficie hacia el centro de la muestra, este comportamiento es debido a los cambios microestructuras desde una mayor cantidad de fases duras como la martensita en la superficie pasando por fases menos duras como la bainita, ferrita widmännstatten hasta alcanzar mayores cantidades de fases como ferrita y perlita en el núcleo. Este perfil de microestructuras es influenciado directamente por el perfil de composición tal y como se observa en la Figura 7.

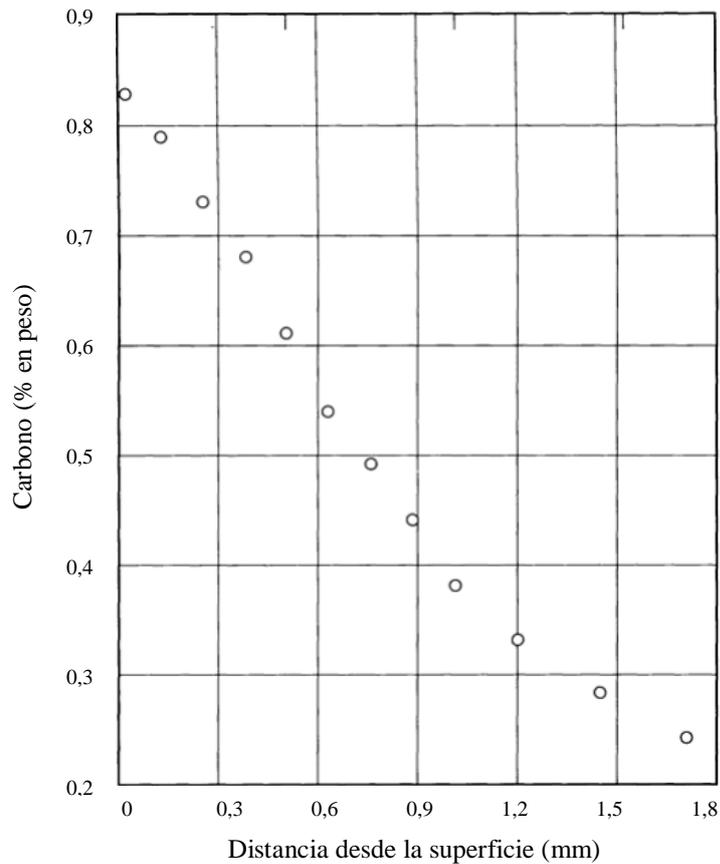


Figura 7. Perfil de composición de carbono a través de la sección transversal de un AISI/SAE 8620 cementado a 925 °C (ASM Handbook Committee, 1991)

En la Figura 7 se muestra el porcentaje en peso de carbono contenido dentro de la muestra de acero AISI 8620 después de cementado a 925 °C, se presenta un perfil decreciente acorde al perfil teórico dado por la segunda ley de Fick hasta el contenido de carbono del material base.

2.1.5 Microestructuras y Propiedades de Aceros cementados

Para entender las microestructuras y propiedades obtenidas en los aceros cementados hay que abordar un poco en los fenómenos asociados a la difusión del carbono en el hierro que además del coeficiente de difusividad, el potencial de concentración de la sustancia difusora y la temperatura hay otras características del proceso que con bastante frecuencia determinan la magnitud y la dirección de difusión. En aleaciones complejas, como lo son los aceros al carbono o los de baja aleación, donde el sistema hierro carbono está afectado por otros elementos de aleación que de alguna forma lo modifican, el potencial químico, la fuerza motriz eléctrica o el gradiente de potencial eléctrico están determinados por la actividad termodinámica de los elementos de aleación (Rowan & Sisson, 2009). Cuando las partículas interactúan entre sí, se observa

una desviación sistemática de estas leyes, cada vez más, con interacciones más fuertes, dado que todas las aleaciones son sistemas no ideales. Por lo tanto, hay que considerar el efecto de los aleantes en la difusión. Mientras los aceros al carbono y de baja aleación presentan manganeso entre 0,6 y 0,9 %, azufre y fósforo de máximo 0,04 %, el AISI 8620 contiene entre 0,4 - 0,6 % de cromo, 0,4 - 0,7 % de níquel y entre 0,15 y 0,25 % de molibdeno, el acero AISI 1020 no presenta cantidades significativas de otros aleantes. La presencia de Si y Ni en acero aumenta la actividad de carbono y el coeficiente de difusión de carbono en austenita. Sin embargo, la presencia de estos elementos en el acero impide el proceso de cementación. En comparación, Cr y Mn disminuyen la difusividad del carbono en la austenita, aunque estos elementos aceleran el rendimiento general de cementación del acero (Rowan & Sisson, 2009). El silicio por su parte aumenta un tanto el coeficiente de difusión del carbono en la austenita, mientras que el cromo lo reduce, sin embargo, estos elementos tienen el efecto inverso en la carburación: el silicio retarda el proceso y el cromo lo acelera. (Zhukov & Krishtal, 1975)

Por otra parte, la microestructura también se muestra afectada por estos elementos de aleación, sobre todo después del temple y el revenido de los aceros cementados, dado que los aceros para cementación son de bajo carbono o de baja aleación y que normalmente se consiguen en condición recocido, las microestructuras en condición inicial o estado de entrega están conformadas por granos equiaxiales de ferrita y perlita. Después de la carburización se busca una microestructura con 100 % perlita en la superficie y un perfil de composición decreciente hasta llegar al material base (0,2 % de carbono aproximadamente), en algunos casos se obtienen contenidos superiores a 0,8 % de carbono lo que provoca la presencia de cementita proeutectoide en condición carburizado y de austenita retenida en condición cementada, lo que a su vez ocasiona la disminución de la dureza en la superficie (Valencia, 2009).

En otros casos se puede producir una pequeña capa descarburada en la superficie, producto del tiempo de enfriamiento luego de la cementación. De este modo se obtiene después del temple y revenido una estructura martensítica revenida en la superficie con presencia o no de austenita retenida, dependiendo del contenido de carbono obtenido en la etapa de carburización. En el centro de la muestra, según la velocidad de enfriamiento y la temperatura de transformación, la austenita puede sufrir transformaciones y producir fases como ferrita, perlita, ferrita widmanstätten, bainita o martensita. Algunos de estos productos se forman mediante mecanismos controlados por la difusión en

ferrita y perlita, mientras que otros mediante mecanismos de cizallamiento como en la martensita y la bainita dependiendo de la temperatura (Rowan & Sisson, 2009). Los alotriomorfos de ferrita o de cementita en límite de grano, dependiendo de si es una composición hipoeutectoide o hipereutectoide, respectivamente son la primera morfología en aparecer en los límites de grano de la austenita, en regiones hipoeutectoide e hipereutectoide al darse las reacciones de la ferrita y la cementita respectivamente.

El crecimiento de las fases alotriomorfas se da de forma rápida a lo largo del límite de grano, pero su engrosamiento es lento. Se ha encontrado que la velocidad de nucleación y crecimiento de fases alotriomorfas se aumenta al disminuir la temperatura lo que genera una rápida obstrucción de las alotriomorfas vecinas (David A. Porter, Kenneth E. Easterling, 1974). A continuación, se presenta una breve fundamentación de cada una de estas fases. Cuando se deja transformar isotérmicamente la austenita a temperatura justamente por debajo de $727\text{ }^{\circ}\text{C}$, el producto de la transformación es el predicho por el diagrama hierro carbono para un proceso de enfriamiento continuo muy lento. Las fases estables por debajo de la temperatura eutectoide son ferrita y cementita (Fe_3C), y la estructura eutectoide es una mezcla de estas fases.

Esta estructura eutectoide corresponde al constituyente llamado perlita, la cual consiste en listones alternadas de Fe_3C y ferrita, La transformación perlítica es una reacción eutectoide incoherente, donde la fuerza impulsora es la sobresaturación doble de la austenita. Es también una reacción estacionaria, pues durante el crecimiento de la nueva estructura, la composición química de la austenita no cambia. Los nódulos de perlita nuclean en los límites de grano y crecen con una velocidad radial aproximadamente constante alrededor de la austenita. Cuando se dan pequeños sobre-enfriamientos por debajo de la temperatura eutectoide, el número de nódulos de perlita que nuclean es relativamente pequeño y pueden crecer en forma esférica sin interferencia de los otros. Con un mayor sobre-enfriamiento la tasa de nucleación es mucho más alta.

La formación de la perlita es un proceso de nucleación y crecimiento. La perlita nuclea en ciertos sitios de la austenita y los núcleos crecen hasta entrar en contacto entre sí. El proceso depende de la temperatura y del tiempo y es controlado por la difusividad. El factor más importante en la determinación de las propiedades de la perlita son su morfología y el espesor de sus láminas. La resistencia de la perlita aumenta a medida

que el espaciamiento interlaminar disminuye (David A. Porter, Kenneth E. Easterling, 1974).

La ferrita proeutectoide o simplemente ferrita, es una solución sólida intersticial de carbono en hierro BCC, en general nuclea y crece a partir de los límites de grano de la austenita, crece a temperatura constante y el crecimiento está controlado por la difusión en las cercanías de la interfaz γ/α . Teniendo presente que todas las transformaciones estructurales están impulsadas por la disminución en la energía libre de Gibbs desde la estructura original hasta la estructura final.

La bainita en cambio se puede definir como un agregado no laminar de ferrita y carburo en forma de listón o placa. Los detalles de la microestructura varían según la composición y temperatura de transformación por lo que es común identificar dos variedades a saber, bainita superior y bainita inferior (Singh, 2012). Se forma a temperaturas intermedias entre las de perlita (transformación reconstructiva) y martensita (transformación displaciva), aunque en algunos casos puede haber cierta superposición y presenta características tanto de perlita como de martensita.

La bainita nuclea en los límites de granos de la austenita y crece en forma de grupos de listones o listones que nuclean adyacentes entre sí por "autocatálisis" o "nucleación simpática", estos grupos se llaman plumas bainíticas y su morfología en un nivel macroscópico es el de una placa en forma de cuña o listón en tres dimensiones con el extremo más grueso originado en el límite del grano de la austenita. Además, el grosor de las plumas bainíticas disminuye con la disminución de la temperatura de transformación, aunque la longitud no es afectada. Las plumas tienen una orientación cristalográfica aproximadamente idéntica y están separadas por límites de grano de pequeño ángulo. Otras fases como la cementita, la austenita no transformada o la martensita ocupan las regiones entre las plumas.

La transición de bainita superior a bainita inferior generalmente se observa que tiene lugar alrededor de 350 °C, y esta temperatura disminuye en aceros más aleados. A temperaturas altas (350 - 550 °C) la bainita está formada por agujas o listones de ferrita con precipitados de cementita. La ferrita entre los listones nuclea sobre un límite de grano con una relación de orientación Kurdjumov-Sachs en uno de los granos de austenita. Dado que el sobreenfriamiento es muy grande los núcleos crecen rápidamente formando ferrita con una interfaz semicoherente. Este proceso se da a lo largo del límite de grano, desarrollándose un grupo de listones finamente espaciados, similares a la formación de las placas de ferrita Widmanstätten. A medida que se van desarrollando

los listones de ferrita el contenido de carbono de la austenita aumenta hasta lograr la cantidad necesaria para que la cementita se nucleee y crezca. A temperaturas suficientemente bajas la microestructura de la bainita cambia de listones a placas y la dispersión de carburos se hace más fina, parecida a la martensita.

La temperatura en la cual ocurre la transición a bainita inferior depende del contenido de carbono. Para niveles de carbono por debajo de 0,5 % la temperatura de transición aumenta con el contenido de carbono; para 0,5-0,7 % de carbono la temperatura decrece y por encima de 0,7 %C es constante alrededor de 350 °C. En la bainita superior el único carburo observado es la cementita, mientras que en la inferior, previa a la formación de ésta, se ha encontrado el carburo ϵ , el cual tiene una estructura cristalina hexagonal en lugar de la estructura ortorrómbica de la cementita. La concentración de carbono en el carburo épsilon difiere también a la de cementita y es alrededor del 8,4 %, en lugar de 6,7 % (Valencia, 2009).

Hasta ahora se ha visto que la mayoría de las transformaciones de fase en el estado sólido empiezan con la nucleación de la fase nueva y su posterior crecimiento, que depende del movimiento atómico, el cual es activado térmicamente, los cambios de esta forma se conocen como transformaciones de nucleación y crecimiento y las nuevas fases crecen a expensas de la preexistentes. Pero existe una transformación que la velocidad de crecimiento es mucho mayor que la nucleación y por ello su cinética es muy diferente, es la transformación martensítica que depende de los arreglos regulares de los átomos en los cristales y de la posibilidad de cambiar de un ordenamiento a otro por movimiento atómico coordinado.

Entre las características de la transformación martensítica se encuentra que esta transformación solo se da en el estado sólido, es no difusiva, que la velocidad de crecimiento es mucho mayor que la de nucleación, el cambio de estructura es producto de un movimiento cooperativo de todos los átomos y cada átomo se mueve una distancia igual que sus vecinos, induciendo un cambio de forma macroscópica de la especie por lo tanto, la transformación no involucra movimiento cooperativo difusional de largo alcance ya que los átomos individuales, desde el comienzo al fin de la transformación, se mueven menos de un espaciado interatómico, no siempre se requiere de energía de activación para que el proceso ocurra y la velocidad de crecimiento es tan alta que la razón de transformación de volumen es controlada casi siempre por la etapa de nucleación, la transformación ocurre sin cambio en la composición.

La deformación plástica a cualquier temperatura debajo de la temperatura de inicio de la transformación (M_s) incrementa la cantidad de martensita deformada, esto ocurre hasta la temperatura de fin de la transformación. Por otra parte la fase martensita formada por enfriamiento a bajas temperaturas, es reversible a la fase de alta temperatura cuando se calienta por encima de M_s , siempre que no exista una reacción de precipitación que cambie su composición. La transformación se realiza mediante una deformación de corte por cillazamiento en un volumen discreto del material, esta deformación homogénea deja una interfaz invariante sin rotación o distorsión (plano de hábito), por último las transformaciones martensíticas, en general, son polimórficas y están asociadas con grandes ciclos de histéresis. En algunos casos y para aceros con contenidos superiores a 0,8 % de carbono se puede encontrar austenita sin reaccionar dentro de la microestructura, conocida como austenita retenida.

En aleaciones férricas la fase de austenita (γ) con estructura FCC (cúbica de cuerpo centrada) se puede transformar en tres tipos de martensitas con diferentes estructuras cristalina, dependiendo de los elementos de aleación y de la composición; martensita (α') con microestructura BCT (tetragonal de cuerpo centrado); martensita (ϵ) con estructura HCP (hexagonal compacta) y martensita FCT (tetragonal de cara centrada) (Maki, 2012). La martensita α' es la más común en aleaciones férricas y han sido reportadas cinco morfologías diferentes; en forma de lámina o listones, mariposa, placas, lenticular y placa delgada. La Figura 8 muestra estas morfologías.

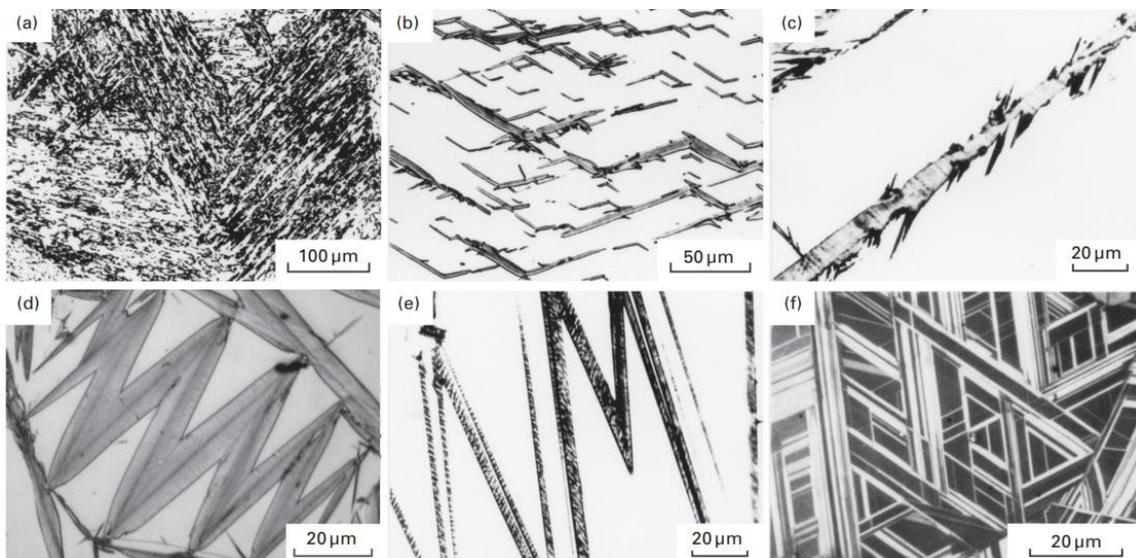


Figura 8. Micrografías ópticas de vários tipos de martensitas em aleaciones férricas (a) Laminas, (b) mariposa, (c) tipo placas, (d) Lenticular, (e) placa delgada, (f) Martensita ϵ (Maki, 1990).

La temperatura de transición entre una morfología lenticular a una de placas delgadas se incrementa con un aumento en el contenido de carbono, mientras que la martensita en forma de láminas o listones se forma a más altas temperaturas, la martensita en forma de placas delgadas a las menores temperaturas como se observa en la Figura 9.

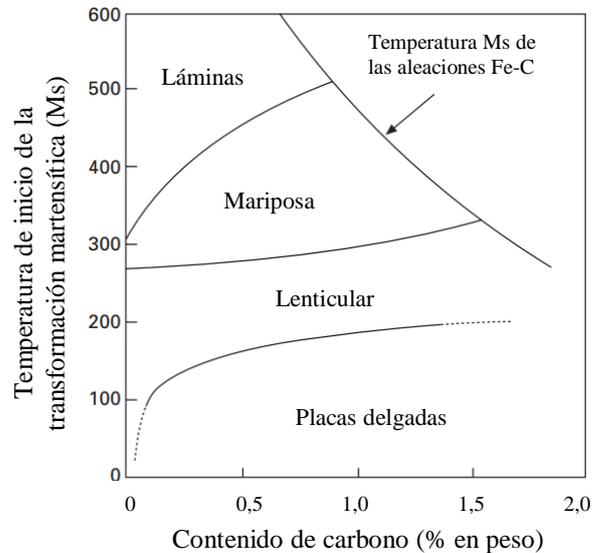


Figura 9. Rango de formación de los tipos de martensita α' en función de la temperatura de inicio de transformación martensítica y el contenido de carbono (Maki, 2012).

El tamaño de los listones de martensita es muy pequeño, por ejemplo, el ancho del listón es generalmente del orden de 0,2 a 0,5 mm y, por lo tanto, los listones individuales no se observan claramente mediante micrografías ópticas. Sin embargo, dado que las martensitas tienen una tendencia para alinearse paralelos entre sí, dentro del grano de austenita previa, los listones de martensita exhiben una microestructura característica a escala de microscópica óptica. Por lo tanto, se observa que el grano de austenita se divide en paquetes (un grupo de listones paralelos con el mismo plano de hábito) y que cada paquete se subdivide en bloques (un grupo de listones de la misma orientación, es decir, la misma variante del relación de orientación Kurdjumov-Sachs) (Maki, 2012). Estos paquetes y bloques se vuelven más grandes gradualmente con el aumento del contenido de carbono, y por lo tanto, son más difíciles de definir por micrografías óptica de aleaciones con alto contenido de carbono. En el caso de una aleación de 0,8 % de carbono se forman pequeñas cantidades de martensita lenticular además de la martensita en listones. En cuanto a la densidad de dislocaciones se sabe que la martensita con morfología de listón muestra densidades de dislocación muy altas en el orden de 10^{14} o 10^{15} m^{-2} que es similar a las aleaciones que están trabajadas en frío, sin embargo, los estudios cuantitativos sobre la densidad de dislocación en

martensita son muy pocos. Una de las dificultades en la medición de la densidad de dislocación por observación de microscopía electrónica de transmisión es la determinación del espesor de la lámina delgada. Kehoe y Kelly en 1970 (Kehoe & Kelly, 1970) determinaron el espesor de la lámina y midieron la densidad de dislocación en los listones de martensita en aleaciones Fe-C con contenido de carbono de 0,01 a 0,1 %. Así se demostró que la densidad de dislocación aumenta con el contenido de carbono. Mediciones más recientes de la densidad de dislocación dentro de martensita en forma de listón en aleaciones de Fe-C han sido hechas por TEM, con una determinación precisa del grosor de la lámina utilizando el método de difracción electrónica de haz convergente (Maki, 2012) y se demostró que la densidad de dislocaciones aumenta a medida que aumenta el contenido de carbono. También se señaló que el número de dislocaciones disminuye ligeramente cuando el contenido de carbono aumenta entre 0,6 a 0,8 % se asoció a que los listones de martensita contenían una fracción más alta de martensita maclada.

2.2 RUIDO MAGNÉTICO DE BARKHAUSEN

El RMB es un fenómeno físico descubierto y publicado por Heinrich Georg Barkhausen en 1919 (Barkhausen, 1919) que ha venido siendo utilizado como una técnica de ensayo no destructivo conocido con el mismo nombre, dada su relación con los cambios microestructurales entre otros. El fenómeno explica el movimiento abrupto de las paredes de dominio dentro de un material ferromagnético cuando es expuesto a un campo magnético externo variable. Este movimiento no es continuo, se presenta en forma de saltos y se da en gran medida cuando el material está cerca a la magnetización de saturación (Tyndall, 1924). En esta sección se explica tanto el fenómeno físico como su utilización en técnicas de ensayos no destructivos.

2.2.1 Ruido Magnético de Barkhausen – Del fenómeno físico

El movimiento de partículas cargadas genera momento magnético y los materiales están conformados por átomos, los cuales presentan momentos magnéticos atómicos debido a los momentos magnéticos orbitales y del spin, los *momentos magnéticos orbitales* se generan por el giro de los electrones alrededor del núcleo, que por ser cargas en movimiento generan dipolos magnéticos dentro del átomo, cada uno con su propio momento. Mientras que los *momentos magnéticos del spin* se generan por la

rotación de los electrones sobre su propio eje (Alessandro, Beatrice, Bertotti, & Montorsi, 1991). Las regiones donde todos los momentos magnéticos están alineados en una misma dirección, dado la fuerte actividad magnética que poseen, se les conoce como dominios magnéticos (David C. Jiles, 2000), los cuales se comportan como un dipolo magnético. Los límites entre estos dominios se conocen como paredes de dominio o paredes de Bloch (Alessandro et al., 1991). Los materiales ferromagnéticos por su parte presentan una intensa actividad magnética, debido a que los átomos de estos elementos o sustancias tienen una fuerte interacción que hacen que los momentos magnéticos atómicos se aglomeren y ordenen en la misma dirección, por lo que cada dominio se comporta como un dipolo magnético de intensidad miles de veces mayor que un momento magnético atómico. Dentro de un mismo dominio la magnetización alcanza su máximo valor (magnetización de saturación), pero dentro de un material ferromagnético no todos los dominios magnéticos están orientados en la misma dirección debido a las vibraciones térmicas, normalmente están orientados aleatoriamente en la dirección de equilibrio o de menor energía, como se observa en la Figura 10A, esto hace que en el estado desmagnetizado la sumatoria de los momentos magnéticos sea cero. Si se quiere magnetizar un material ferromagnético es necesario orientar todos los dominios magnéticos en la misma dirección mediante la aplicación de un campo magnético externo, pero existe un retraso entre la magnetización del material respecto al campo aplicado que se conoce como fenómeno de histéresis. Si se va aplicando un campo externo en una dirección y luego se va disminuyendo hasta invertir el sentido de la magnetización, se obtiene una curva cerrada llamada curva de histéresis la cual se presenta en la Figura 10. El área encerrada por este lazo proporciona la energía necesaria para magnetizar el material.

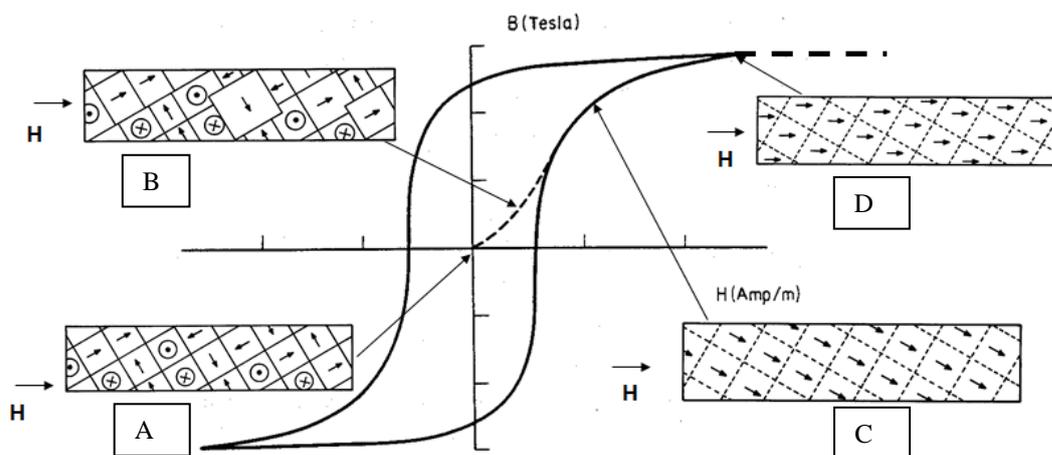


Figura 10. Lazo de histéresis de un material ferromagnético con esquematización de las paredes de dominio y los dominios magnéticos (Serna Giraldo, 2007).

Al aumentar el campo magnético externo se consiguen desplazar las paredes de dominio de su posición de equilibrio y los dominios que estén orientados en la dirección del campo externo aplicado aumentan su tamaño a expensas de los demás dominios, cuando esto es así aparece una magnetización resultante en la dirección del campo aplicado (Hubert & Schäfer, 2009), como lo muestra la Figura 10B. Hasta que solamente queden los dominios que fueron favorecidos por la dirección del campo externo, aquí en la región de mayor pendiente de la Figura 10C ocurre un aumento abrupto en la inducción, lo cual no sucede de forma continua sino a manera de saltos conocidos como saltos de Barkhausen.

Sí el campo magnético aplicado es suficientemente alto se consigue que todos los dominios magnéticos roten de forma abrupta y se orienten en la dirección del campo externo aplicado, Figura 10D, a este punto se le conoce como magnetización de saturación y todo el material queda magnetizado (Serna Giraldo, 2007), esta rotación abrupta al igual que los saltos de Barkhausen ocurridos durante el crecimiento de los dominios magnéticos emiten pulsos de voltajes conocidos como ruido magnético de Barkhausen. Si se va disminuyendo la magnitud del campo magnético externo hasta invertir la dirección de este, sucede exactamente lo mismo, ahora en los cuadrantes inferiores de la Figura 10.

2.2.2 Ruido Magnético de Barkhausen – Del ensayo no destructivo

Se ha determinado que el RMB tiene una importante aplicación como técnica de ensayo no destructivo (END), la cual se ha decidido llamar de la misma forma (Kameda & Ranjan, 1987a). Este fenómeno sirve como END porque tanto el crecimiento como la rotación de las paredes de Bloch deben superar las fuerzas que restringen su movimiento.

Si se expone un material ferromagnético a un campo magnético externo variable en el tiempo se encuentra que las paredes de dominio se comportan como membranas elásticas que a bajos campos se deforman reversiblemente pero, a medida que el campo externo aumenta la fuerza sobre las paredes de Bloch va excediendo la fuerza restrictiva, debido a puntos de anclajes, tales como dislocaciones, tensiones residuales, defectos puntuales, lineales y de superficie, así como discontinuidades en el material o cambios de fase, en este punto el movimiento de las paredes se torna rápido e irreversible (Alessandro et al., 1991). Estos movimientos de las paredes de dominio

generan pulsos magnéticos que pueden ser medidos como una secuencia de pulsos de voltaje a través de una bobina lectora, colocada en la superficie del material, esta señal es amplificada, filtrada y procesada para identificar variaciones en la señal de RMB que evidencien variaciones en la microestructura del material. La señal obtenida se observa en la Figura 11 y se conoce como RMB. En este trabajo el término RMB hace referencia a la técnica de END.

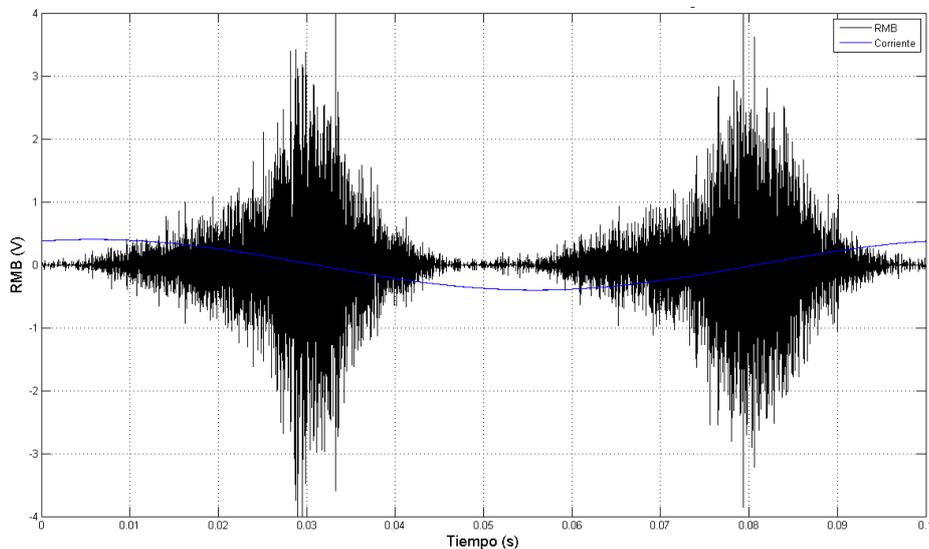


Figura 11. Señal de ruido magnético de Barkhausen (Serna-giraldo, 2007)

La Figura 11 presenta los valores de voltaje emitidos por el crecimiento y la rotación de los dominios magnéticos dentro del material y captados por la bobina sensora versus el tiempo, en segundos. La línea azul muestra el valor de la corriente de excitación del campo magnético, siguiendo una función sinusoidal. Se aprecia que los mayores picos de las señales suceden cuando se da un cambio de sentido en el campo magnético externo, es decir un cambio de polaridad en la corriente.

Para las mediciones de RMB se utiliza un equipo conformado por un generador de onda, que propone la corriente de referencia para que la fuente bipolar proporcione la frecuencia y corriente de excitación del campo magnético alternado en el yugo magnético. A su vez la bobina sensora captura los impulsos eléctricos generados por el movimiento abrupto de los dominios magnéticos dentro del material, esta señal es filtrada y amplificada para su digitalización siguiendo un esquema como el mostrado en la Figura 12.

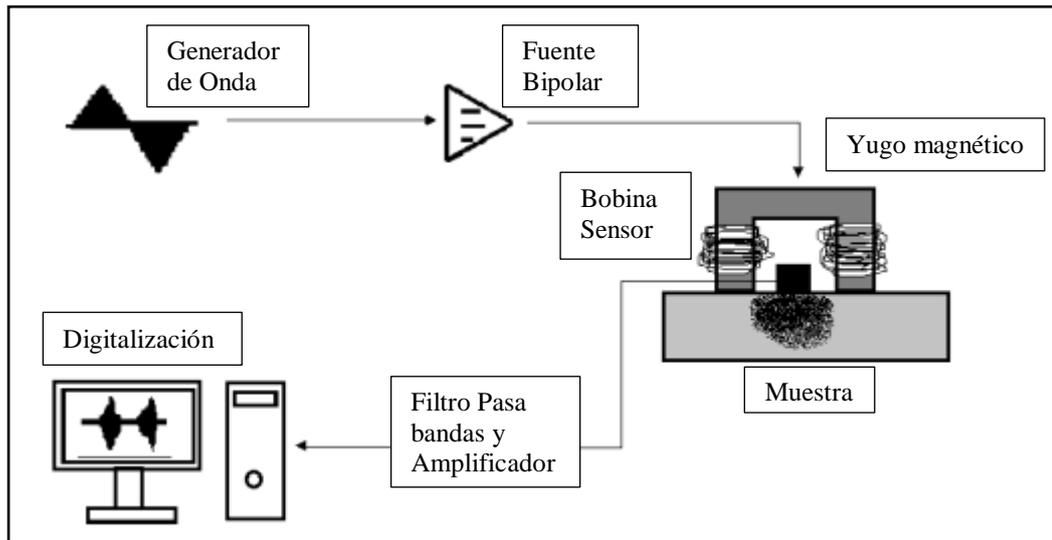


Figura 12. Esquema generación del campo magnético y adquisición de la señal de Barkhausen

El equipo esquematizado en la Figura 12 para las mediciones del RMB radica en dos etapas; primero la generación del campo magnético alternado y segundo la adquisición de las señales. Posterior a las mediciones, las señales deben ser procesadas y analizadas. Las etapas completas de la caracterización mediante RMB se presentan en la Figura 13.

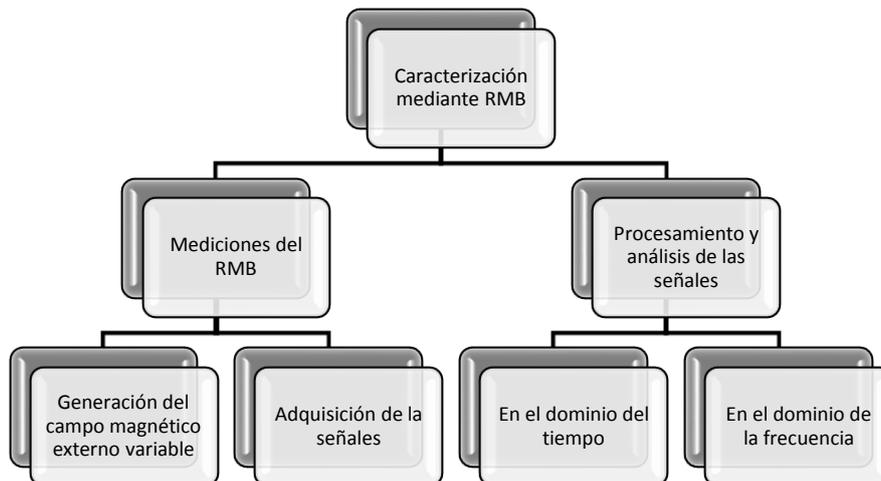


Figura 13. Esquemática de la caracterización por RMB

A continuación, se explica cada una de las sub-etapas de la caracterización mediante RMB. Primero la *generación del campo magnético*: esta fase incluye la definición de parámetros del campo magnético en el cual debe realizarse la selección del conjunto bobina-sensor dentro de las alternativas disponibles, la selección de la corriente y frecuencia de excitación del campo. La frecuencia de magnetización se refiere a la frecuencia del campo magnético variable inducido en el yoque magnético, esta define la velocidad de rotación de las paredes de Bloch y el número de Paredes de Bloch que

participan en el proceso de magnetización de la pieza, si disminuye el número de paredes de dominio, disminuye también la señal de RMB. La frecuencia de magnetización define también la profundidad del campo magnético. Por lo que se obtiene mayor profundidad de campo magnético con menores frecuencias de excitación y con altas frecuencia la información proviene de regiones más cercanas a la superficie de la muestra. Se utilizan bajas frecuencias de excitación para mayor penetración del campo magnético y asegurar tener información por debajo de la capa endurecida. Esta frecuencia de excitación tiene relación con la profundidad del campo magnético y no con la frecuencia de las emisiones de Barkhausen, sin embargo ambas frecuencias están afectadas por el efecto piel o *skin depth*, dado que la densidad de corriente es proporcional a la raíz cuadrada de la frecuencia de excitación, y que hay una mayor densidad de corriente en la superficie de la pieza que en el centro. Este fenómeno es conocido como efecto peculiar o efecto *skin depth*, se puede definir la profundidad superficial de los conductores mediante Ecuación 14.

$$\delta = \sqrt{\frac{1}{\pi f \sigma \mu_0 \mu_r}} = \sqrt{\frac{2\rho}{\omega \mu_r \mu_0}} = \sqrt{\frac{2}{\omega \sigma \mu_r \mu_0}}$$

Ecuación 14. Profundidad superficial, Skin depth

Donde;

δ = Skin Depth

ρ = resistividad del conductor

μ_r = Permeabilidad magnética del conductor

μ_0 = Permeabilidad magnética en el espacio

ω = frecuencia angular

f = frecuencia de excitación de campo magnético

σ = Conductividad eléctrica del material

Por lo tanto la Ecuación 14 del skin depth para la frecuencia de magnetización indica la atenuación del campo magnético hasta un valor de 1/e, además provee información de donde provienen las señales del RMB utilizando la frecuencia de las emisiones de Barkhausen. Por ejemplo para una frecuencia de generación de 10 Hz, tomando una permeabilidad relativa entre 50 y 5000 y una conductividad eléctrica de 5×10^6 a 10×10^6 siemens/metros, el rango de valores del *skin depth* estaría entre 0,71 a 10 mm (D.C. Jiles, 2000). Sin embargo, considerando que la permeabilidad magnética y la conductividad eléctrica del material dependen directamente de la composición química

y microestructural, y en los aceros cementados la composición química y microestructural cambia a medida que cambia el perfil de composición a través de la sección transversal de la capa cementada, se puede seleccionar un rango de valores de μ y σ correspondiente a aceros hipereutectoide, eutectoide e hipoeutectoide en condición templado para estimar de donde provienen las señales de RMB y los valores de *skin depth*.

La adquisición de la señal: La bobina sensora capta los pulsos electromagnéticos emitidos por los saltos de Barkhausen durante la magnetización del material, estos pulsos son amplificados, filtrados y digitalizados, adquiriendo así la señal de Barkhausen. La adquisición supone la elección del tipo de bobina sensora a utilizar; tamaño, número de vueltas y diámetro del alambre, así como los parámetros, filtro pasa banda, frecuencia de adquisición de datos, y ganancia. El término frecuencia de adquisición o de muestreo se refiere al número de muestras recogidas de los datos de medición en una unidad de tiempo.

Procesamiento de señales: Los datos obtenidos pueden ser graficados como en la Figura 11, analizados en el dominio de la frecuencia para lo cual se aplica la transformada rápida de Fourier para obtener el espectro de frecuencias de la fusión, este análisis permite adquirir la información proveniente del núcleo y de la superficie (Moorthy, Shaw, & Evans, 2003), y/o analizados en el dominio del tiempo con valores característicos asociados a señales periódicas, como el valor de pico máximo, el valor de pico a pico, la envolvente, el valor *rms*, la amplitud de la señal o el número de eventos de Barkhausen. (Proakis & Manolakis, 1996). El *Valor máximo* es el máximo valor que alcanza la señal dentro de un periodo, puede existir uno positivo y otro negativo de igual o diferente valor, si son diferentes se puede tomar el mayor de ambos valores. *El valor pico a pico*, es el valor entre el máximo positivo y el máximo negativo. *El Valor medio*, se define como el valor que debería tener una señal constante para transportar la misma carga, en el mismo intervalo de tiempo que una señal periódica; y *El valor rms*, el cual es el valor cuadrático medio y se calcula como la raíz cuadrada de la media de los cuadrados de cada dato obtenido (Aon, 2014), está dado por la raíz cuadrada de la varianza y representa el tamaño medio de las fluctuaciones alrededor de la media, se calcula con la Ecuación 15.

$$rms(x) = \sqrt{\left(\frac{1}{N-1}\right) \sum_{i=1}^N (x_i - m)^2}$$

Ecuación 15. Ecuación para el cálculo de los valores *rms*

Donde N es el número de eventos en la señal x, y m es el valor medio de x. Para el cálculo de la envolvente de la señal existen varios métodos, entre ellos se puede realizar a través de la transformada de Hilbert dado por la relación de la Ecuación 16 (Serna Giraldo, 2007).

$$x_H(t) = \frac{1}{\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{x(s)}{t-s} ds = \lim_{n \rightarrow 0^+} \left(\int_{\epsilon}^{\infty} \frac{x(s)}{t-s} ds + \int_{-\infty}^{-\epsilon} \frac{x(s)}{t-s} ds \right)$$

Ecuación 16. Relación para la transformada de Hilbert(Serna Giraldo, 2007)

Se puede calcular tomando la raíz cuadrada de los valores de voltajes positivos y negativos obtenidos para tener en cuenta la mayor cantidad de datos posibles. Posteriormente se puede calcular el valor cuadrático medio de intervalos pequeños de voltajes y unir estos valores *rms* por un envoltorio. Otro método es aplicando la transformada rápida de Fourier (FFT) para quedar solo con la fase de amplitud en el dominio de la frecuencia, se aplica la transformada inversa (iFFT) y un factor de filtrado (z) con el comando `-decimate(x, r, n, 'FIR')` en MATLAB teniendo en cuenta no forzar el filtro ni comprometer el anti-aliasing. Mientras que la energía de las señales de Barkhausen mostrada en la Ecuación 17 se calcula mediante la integral en el dominio del tiempo del cuadrado del voltaje de todos los eventos RMB,.

$$RMB_{Energía} = \sum_{i=1}^n V_i^2 \Delta t$$

Ecuación 17. Energía de las señales de RMB(Alvarez, Padovese, Serna Giraldo, & Medina, 2012)

Otro parámetro que se puede evaluar es el número de eventos, este se considera que ocurrió cuando la señal de voltaje cruza el umbral de voltajes cero (0) con una pendiente positiva y termina cuando cruza el umbral con una pendiente negativa.

2.2.3 Aplicaciones del Ruido Magnético de Barkhausen

Las señales del RMB están fuertemente influenciadas por las energías de intercambio y anisotropía del material, dado que estas determinan el ancho y la energía superficial

de las paredes del dominio magnético. El movimiento de las paredes de dominio depende también del campo aplicado y de la distribución y fuerza de los sitios de anclaje que impiden el movimiento de las paredes de dominio. Estos sitios de anclaje pueden ser dislocaciones, vacancias, defectos cristalinos, volúmenes de segunda fase, regiones de estrés no homogéneo e incluso grietas. Que modifican las señales de RMB por lo que puede ser utilizado para detectar cambios microestructurales en los materiales magnéticos (D.C. Jiles, 2000).

Varios factores desempeñan un papel importante en la contribución al RMB, pero se considera que la rotación de los dominios y el movimiento de las paredes de dominio son los factores que más aportan. Todas las características microestructurales de un material ferromagnético (límites de grano, fases presentes, inclusiones, precipitados, dislocaciones) interfieren con el movimiento de las paredes del dominio magnético. Cuantos más impedimentos hay para el movimiento de la pared, mayor es el número de eventos individuales de RMB, pero menor es la amplitud de estos. En consecuencia, un tamaño de grano más pequeño conduce a un mayor número de eventos de Barkhausen, pero de menor amplitud, en las mismas condiciones de campo aplicadas. Esto indica que el campo necesario para provocar un evento de Barkhausen en un material policristalino disminuye a medida que aumenta el tamaño del grano, mientras que el cambio en la magnetización que está asociado con cualquier emisión de Barkhausen individual, aumenta con la distancia entre los puntos de anclaje, esto se debe a que los límites de grano actúan como sitio preferencial de nucleación de dominios magnéticos y al mismo tiempo sirven como anclaje en el movimiento de las paredes de dominio, respectivamente (Padovese, Capó, & Anglada-Rivera, 2000).

Un resultado similar se obtiene por la densidad de dislocaciones, las cuales actúan como barrera al movimiento de las paredes de dominio. Cuanto mayor sea la distancia entre las dislocaciones (es decir, cuanto menor sea la densidad de dislocaciones), menor será el número de emisiones de Barkhausen pero mayor será su amplitud (D.C. Jiles, 2000). Dado que la dureza es la resistencia de un material a la penetración o al rayado, un aumento de la dureza surge de un aumento de la tensión interna de la red cristalina, un aumento en la densidad de dislocación o en los precipitados, y todos actúan como obstáculo al crecimiento y rotación de las paredes de dominio lo que disminuye la actividad de Barkhausen. El efecto de los precipitados y carburos, así como el espaciado entre ellos sobre la nucleación, el crecimiento y rotación de los dominios magnéticos difiere dependiendo del tamaño de los carburos, así; existe mayor anclaje

de las paredes de dominio con el aumento del tamaño de los precipitados y carburos (Kameda & Ranjan, 1987b).

Por otro lado, los aceros pueden presentar dos picos en las señales de RMB, un pico primario atribuido a un movimiento de la pared del dominio de 90° y el secundario que está asociado a la rotación del vector de dominio (Clapham, Jagadish, & Atherton, 1996). El primer pico en el perfil de RMB se debe a las interacciones entre las paredes de dominio con las partículas de la segunda fase, y el segundo pico corresponde al proceso de reversión de dominio, que requiere un alto campo magnético. Un aumento en el número de partículas de segunda fase aumenta el número de sitios de anclaje, y por lo tanto, aumenta el número de emisiones de RMB pero pueden ser de mayor o menor amplitud dependiendo de la fase (Pérez-Benitez, Capó-Sánchez, Anglada-Rivera, & Padovese, 2005), en el caso de los aceros al carbono y de baja aleación, al aumentar el contenido de carbono aumenta la señal de RMB (Benitez, Capó-Sánchez, Anglada-Rivera, & Padovese, 2005), esto aplica tanto para acero como para capas cementadas.

En la búsqueda bibliográfica se analizaron trabajos de aplicaciones del RMB en la caracterización de materiales ferromagnéticos, entre los cuales se destaca el trabajo de Anglada y colaboradores (Anglada-Rivera, Padovese, & Capó-Sánchez, 2001) donde encontraron que la amplitud máxima de voltaje de las señales de RMB, disminuye con el tamaño del grano, esencialmente debido al hecho de que para las muestras de grano fino, el número de dominios y paredes que pueden moverse es mucho mayor en estas muestras que en las muestras con grano grueso, en otro trabajo se encontró que los valores de los parámetros, valor *rms* y el área debajo de la curva aumentaron con el aumento del contenido de carbono (Ng et al., 2001), así mismo Capó-Sánchez y colaboradores (Perez-Benitez, Capo-Sanchez, Anglada-Rivera, & Padovese, 2008) encontraron que el RMB aumenta abruptamente cuando el estado de tensiones pasa de la región elástica a la región plástica.

También se encontró que entre más carburos y más finos, mayor dureza, lo que hace que el movimiento de las paredes de dominio sea más difícil y resulta en señales de RMB de menor amplitud (Deng, Li, Chen, & Qi, 2018). En cuanto a la deformación plástica se encontró que la energía de RMB en un AISI/SAE 1070 disminuye con el aumento de la tensión aplicada (Alberteris Campos, Capó-Sánchez, Pérez Benítez, & Padovese, 2008), también se utilizó el RMB para estudiar la deformación plástica, determinando la deformación plástica alrededor de un defecto en el ASTM A 36 (Perez-Benitez et al., 2008) mediante inspección continua de RMB y en otros trabajos se

intentó la detección de tamaños y grosor de ranuras producidas artificialmente en un Acero AISI/SAE 1070 (Franco & Padovese, 2009) consiguiendo excelentes resultados.

En otros trabajos se estudiaron las transformaciones martensíticas usando emisión magnética espontánea y se determinó la temperatura de inicio de la transformación martensítica (M_s) en un acero de herramienta para trabajo en frío AISI D2 usando el RMB (Huallpa, Sánchez, Padovese, & Goldenstein, 2013). En los trabajos referentes a tensiones residuales se utilizó el RMB para evaluar la presencia de micro y macro esfuerzos residuales en un acero AISI/SAE 1070, y cómo el número de emisiones de Barkhausen aumenta si el campo magnético se encuentra alineado con la dirección de tensión, es decir si el material se encuentra con magnetostricción positiva, debido a que la tracción causa el alineamiento de los dominios magnéticos (Sipahi, 1994), y en otras investigaciones han demostrado que mediante el RMB se puede determinar el máximo esfuerzo tensil (Jang-Bog, Jung-Suk, Jae-il, Woo-sik, & Dongil, 2003), y cómo el valor de pico máximo de la señal de RMB decrece con esfuerzos de compresión y se incrementa con tensión. (Stewart, Stevens, & Kaiser, 2004).

2.3 RMB EN CAPAS CEMENTADAS

Dado que el objetivo de la cementación es conseguir una capa de martensita mediante la inserción de átomos de carbono en la superficie de un acero de bajo carbono y un posterior temple y revenido, existe una capa endurecida donde gradualmente se modifica la cantidad total de transformación martensítica, la morfología y el tipo de martensita obtenida en función del contenido de carbono, así como la profundidad donde se presenta la transición a las fases del núcleo en el material base. Estudios han demostrado que el ancho, la amplitud y la posición del pico máximo se ven afectada por el tipo de fase así: la fase martensita presenta una señal más ancha que la perlita o la ferrita debido a la mayor presencia de eventos de Barkhausen, pero de menor amplitud debido a la mayor cantidad de anclaje de los dominios magnéticos (Medina, 2008) mientras que las fases más blandas presentan mayor amplitud en la señal de RMB, este comportamiento se puede explicar por dos tipos de mecanismos: nucleación y propagación de las paredes de dominio.

Uno de los primeros trabajos encontrados para caracterizar una capa cementada mediante RMB fue realizado por Dubois et al en 1995 (Dubois & Fiset, 1995), en este trabajo encontraron que la intensidad del RMB decrece con el aumento de la

profundidad de capa, una posible explicación de este resultado lo atribuyen a que estos tratamientos producen esfuerzos compresivos en la superficie, y en materiales con anisotropía magnética positiva, estos esfuerzos disminuyen la intensidad de Barkhausen. En el año 2006 M. Blaow y colaboradores (Blaow, Evans, & Shaw, 2006), publicaron un trabajo sobre el efecto que tienen sobre el RMB los gradientes de la dureza, estructura y composición en las capas endurecidas de dos aceros mediante endurecimiento por inducción y por cementación, encontraron que debido a las variaciones en la microestructura que surgen a partir de un gradiente en el contenido de carbono, se produce separación en la posición de pico máximo de las capas contribuyentes. En el 2007 es publicada la patente número 7,259,555 B2, con el nombre “Method For Determining The Hardening Depth Of Steel” (Nummila, Heikki, Helsinki, & Varpula, 2007) la cual explica los pasos para determinar la profundidad de capa endurecida mediante RMB utiliza la transformada rápida de Fourier en bloques de frecuencia para determinar la profundidad donde se presenta el cambio de microestructuras sin tener en cuenta las condiciones de carburación, temple y revenido, en otros trabajos se investigó la caracterización magnética de una superficie endurecida (Zhang, Bowler, & Lo, 2009), y se comparó el efecto del endurecimiento de una capa por temple superficial en un acero AISI-SAE 4140 y la cementación en un acero AISI 8640, en la respuesta del RMB, también se evaluó la profundidad de descarburación superficial mediante RMB, comparando la pérdida en parámetros como conductividad eléctrica, permeabilidad magnética, magnetización de saturación, coercitividad y remanencia entre la superficie y el núcleo (Stupakov, Perevertov, Tomáš, & Skrbek, 2011). Además, para alcanzar a determinar mayores profundidades de capa endurecidas se realizó un barrido del voltaje de magnetización, debido a que la profundidad de penetración es limitada dado amortiguación de las corrientes de Eddy dependiendo del material, por lo tanto, se debe considerar el efecto del *skin depth*, definido en la Ecuación 14 (Santa-aho et al., 2012). En el 2013 Alessandra Drehmer y colaboradores publicaron un trabajo sobre el cálculo de profundidad de capa cementada en un acero AISI-SAE 1020 mediante RMB (Alessandra Drehmer, Gunther J. L. Gerhardt, 2013), en este trabajo se calculó un valor numérico a partir de la transformada rápida de Fourier (FFT) de dos segmentos de las señales de Barkhausen obtenidas, uno de la parte baja de la señal y el otro de la parte alta, como lo muestra la Figura 14.

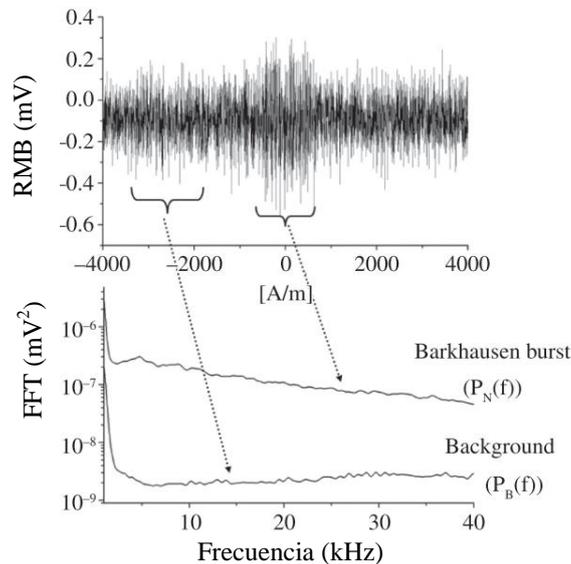


Figura 14. Superior; señal de Barkhausen obtenida. Inferior; FFT de la señal (Alessandra Drehmer, Gunther J. L. Gerhardt, 2013)

Cada segmento se trabajó con 50,000 puntos, y luego de calcular la FFT promediaron los resultados entre los 12 conjuntos de datos y se compararon con el dato obtenido de la muestra normalizada, ellos definieron un índice de poder normalizado el cual asociaron con la profundidad de capa cementada.

Otros aspectos que han tomado especial importancia en la caracterización de capas endurecidas mediante cementación son las tensiones residuales y los esfuerzos de tensión y compresión, en este tema se encontró un trabajo donde se caracterizaron mediante RMB los esfuerzos de compresión y tensión sobre un acero ASTM A 36 carburizado y templado, los autores encontraron que los esfuerzos de compresión aumentan la posición del pico máximo, mientras que los de tensión la disminuyen (Ding, Tian, Moorthy, & Wang, 2015), por otro lado se concluyó que el monitoreo mediante RMB en capas endurecidas de grandes rodamientos para centrales eólicas debe calibrarse respecto a las transformaciones microestructurales en lugar del estado de esfuerzos residuales (Neslušán et al., 2017), mientras que el trabajo hecho por Aki Sorsa y colaboradores (Sorsa, Leiviskä, Santa-aho, & Lepistö, 2012) consiguen predecir el esfuerzo residual y la dureza a partir de las mediciones de RMB en un acero 18CrNiMo 7 - 6, estas predicciones las consiguieron utilizando generación de características, diferentes procedimientos matemáticos fueron utilizados. Algunas características estaban disponibles en el dispositivo de medición. Estas características son, por ejemplo, el valor *rms*, la remanencia, la coercitividad y la permeabilidad. Otro conjunto de características se obtiene directamente de la señal, mientras que un tercer conjunto de características se obtiene de los perfiles RMB, ajustando ciertas funciones a

los perfiles. Todas las características de los perfiles RMB, altura, posición y ancho de los perfiles se calcularon independientemente para los campos magnéticos aplicados ascendentes y descendentes. El promedio de estos valores junto con las mediciones de esfuerzo residual medido con el método de difracción de rayos X, utilizando el difractor de rayos X XStress 3000 con radiación CrK α y el método chi, realizaron el modelado matemático que consigue predecir los dos parámetros. En un artículo publicado en el 2018 Liu y colaboradores (Liu, Shang, He, Zhang, & Wu, 2018) lograron realizar la predicción cuantitativa de esfuerzos tensiles, capa endurecida y profundidad de capa en varillas de acero con endurecimiento superficial y capa cementada mediante el entrenamiento de redes neurales basados en técnicas de ensayos magnéticos multifuncionales del RMB, el campo magnético tangencial y la curva de histéresis magnética.

Se identificaron dos situaciones en la revisión bibliográfica de los trabajos realizados sobre la caracterización de capas cementadas mediante RMB, la primera; que la mayoría de las muestras para estas investigaciones provinieron del sector industrial y no se obtuvieron en un laboratorio bajo condiciones controladas de temperatura, tiempo y potencial de carbono, lo cual disminuyó su replicabilidad. Segunda situación, siempre se optó por el procesamiento de las señales en el dominio de la frecuencia para identificar las microestructuras, recurriendo a la profundidad de donde provienen los impulsos de RMB. Por lo tanto, el principal aporte de esta investigación se centró, primero, en la obtención de piezas cementadas con diferentes perfiles de composición, microestructural y de dureza, con alta reproducibilidad mediante el diseño y fabricación de un horno de atmósfera controlada a nivel de laboratorio. Segundo se optó por relacionar los perfiles de composición, microestructura y dureza obtenidos con el procesamiento de las señales en el dominio del tiempo, basados en la envolvente y los valores *rms* de las señales de RMB.

3. OBJETIVOS

3.1 GENERAL

- Evaluar la influencia de la capa endurecida mediante cementación en aceros de bajo carbono y de baja aleación en el ruido magnético de Barkhausen.

3.2 ESPECÍFICOS

- Diseñar e implementar un sistema para cementación gaseosa a nivel de laboratorio que permita controlar los parámetros para obtener capas cementadas.
 - Establecer diferentes perfiles de capas cementadas en los aceros, al carbono AISI-SAE 1020 y de baja aleación AISI-SAE 8620, mediante la modificación de las variables; temperatura, tiempo y potencial de carbono durante los tratamientos térmicos superficiales.
 - Analizar la influencia de la capa endurecida mediante cementación en las señales de respuesta del RMB
 - Establecer la dependencia de la señal del Ruido Magnético de Barkhausen con cada capa endurecida por cementación en aceros AISI-SAE 1020 y 8620.
-

4. DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE UN SISTEMA PROTOTIPO PARA CEMENTACIÓN GASEOSA

En esta etapa de la investigación se realizó el diseño, montaje y puesta a punto de un sistema prototipo para cementación gaseosa en el laboratorio de tratamientos térmicos del grupo GIPIMME de la Universidad de Antioquia. Esta sección se presenta por separado porque los resultados aquí obtenidos fueron utilizados durante la metodología. Se presentan las consideraciones para el diseño, los resultados, el funcionamiento y la puesta a punto.

4.1 DISEÑO DEL SISTEMA DE CEMENTACIÓN GASEOSO

Para un correcto funcionamiento del sistema para cementación gaseosa se tuvieron en cuenta las siguientes consideraciones:

- El sistema debía tener la posibilidad de controlar tres procesos que se requieren en la cementación gaseosa: preparación de la atmósfera, proceso de carburización y el análisis de los gases involucrados en el proceso.
- El horno debía ser proyectado principalmente para la realización de tratamientos térmicos de cementación, pero debía contar con la alternativa de trabajar como un horno al vacío y de atmósfera controlada para la realización de nitruración, carbonitruración y tratamientos en la masa como: recocido, temple, revenido, austemperado y martemperado.
- Dimensiones: Se consideró que el horno debía tener la capacidad de albergar las piezas a ser tratadas, con un volumen no inferior a mil centímetros cúbicos.
- Debía poder alcanzar temperaturas hasta 1200 °C.

Tomando en cuenta las consideraciones en el diseño, y para garantizar una zona hermética, isotérmica e inerte que cumpliera con las características exigidas se optó por un reactor termoquímico tubular homogéneo, capaz de trabajar como un horno de atmósfera controlada, al vacío y termorreactor químico, el cual consta de tres partes principales: el reactor, el sistema de control de atmósfera y la zona de gases. En la

Figura 15 se detalla cada uno de los elementos que conforman el sistema de cementación.

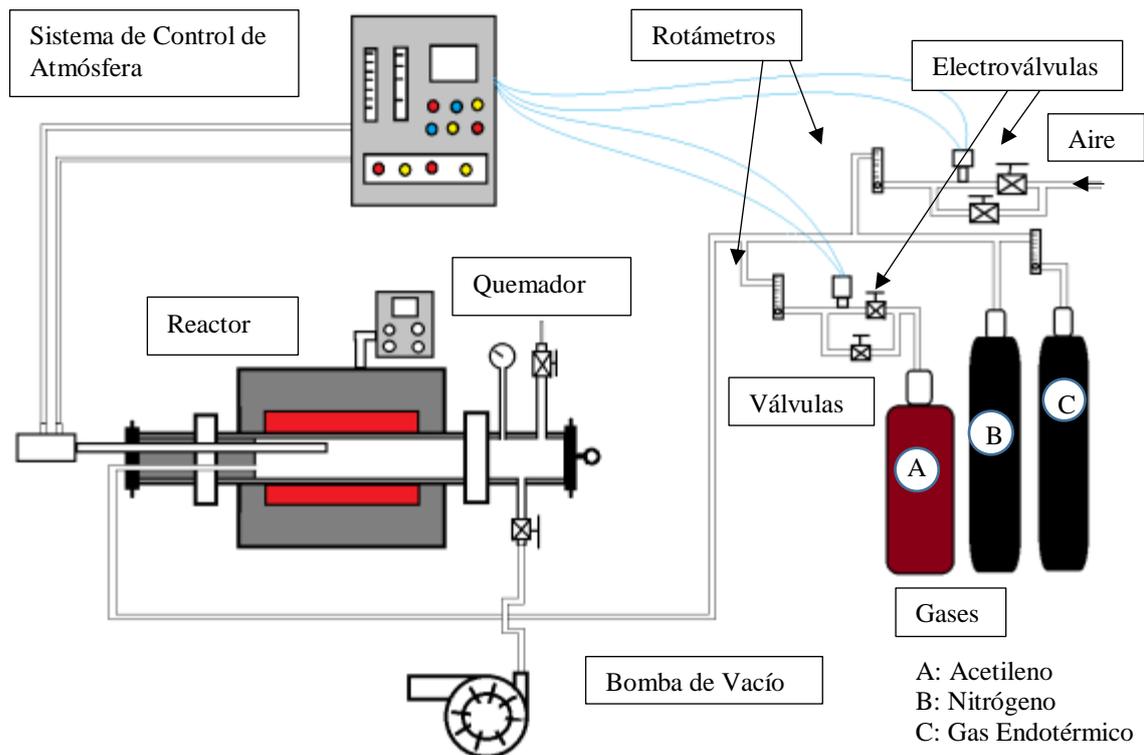


Figura 15. Diseño del sistema para cementación gaseosa (fuente propia)

A continuación se explica cada una de las tres zonas.

- **Zona para el control de atmósfera:** Se encuentran los equipos para el monitoreo del potencial de carbono dentro del horno, compuesta por una termocupla para el control de la temperatura y un sistema para medición del potencial de carbono al interior de la recámara, para control de la composición. Además, cuenta con un sistema de control de apertura y cierre de los gases de entrada para modificar la atmósfera interna.
- **Zona de generación de gases:** Esta zona consta de gases inertes, endotérmico y un gas enriquecedor de carbono llamado gas cementante. El gas endotérmico se obtiene frecuentemente de una combustión incompleta de hidrocarburos como metano, propano o gas natural en una cámara endotérmica ubicada antes del reactor para cementación. Los gases cementantes utilizados son metano, propano o acetileno, también se puede utilizar hidrocarburos líquidos como alcohol iso-propílico o varsol.

- **Zona de Recámara o reactor:** Es la zona donde se llevan a cabo las reacciones de carburización. Entre los criterios para definir el tipo de reactor se encuentran que debe albergar las piezas, completa hermeticidad, permitir la admisión de los gases y calentarlos hasta la temperatura de austenización, posibilitar las reacciones y sostener la composición de la atmósfera durante el tiempo de difusión de los átomos hacia el interior de la muestra, extraer los gases sobrantes y transformarlos; debe controlar la presión al interior de la recámara y mantener el sistema aislado. También debe permitir la extracción rápida y segura de las piezas para su posterior enfriamiento. Conectada a la recámara se encuentra la bomba para la creación de vacío y extracción de los gases que hagan combustión con el oxígeno. Otro aspecto relevante para la ubicación del sistema de cementación fue la disposición de conexiones de aire y la presencia o no de conexiones de gas natural, así como ventilación y la extracción de los gases residuos.

4.2 RESULTADOS PARA EL DISEÑO DEL HORNO DE CEMENTACIÓN

El resultado del diseño para el sistema de cementación es el horno mostrado en la Figura 16, en la cual se puede observar la disposición de las tres zonas principales.

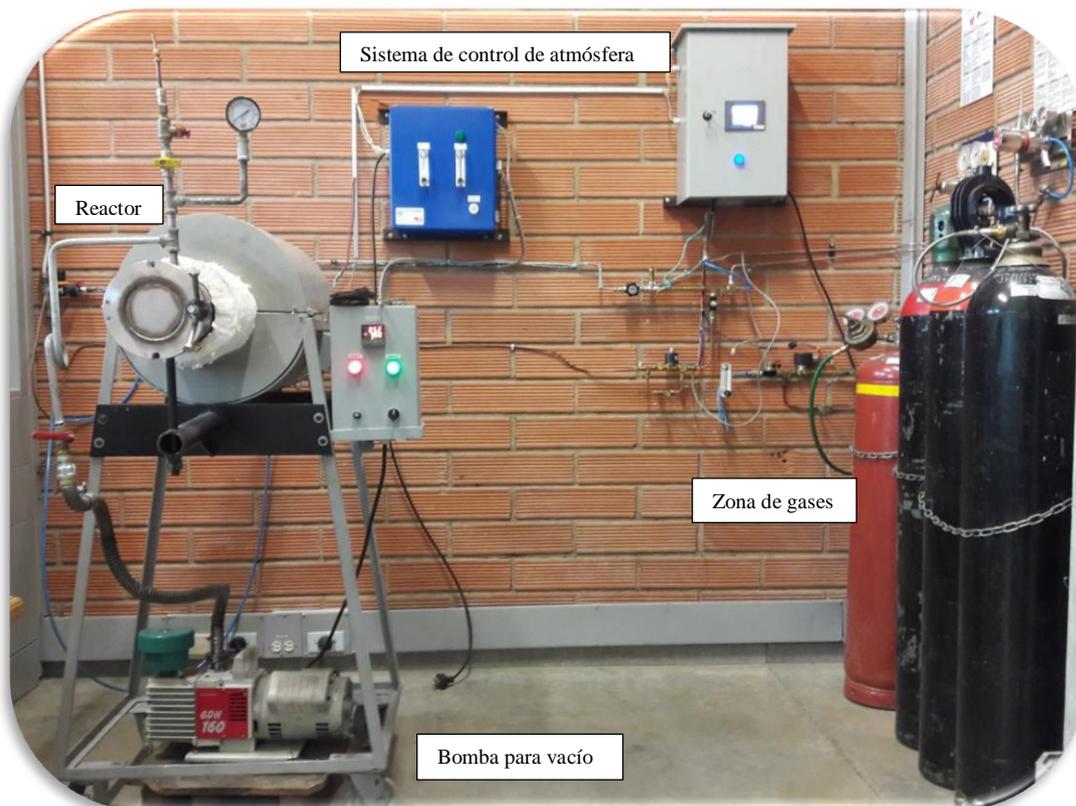


Figura 16. Horno para cementación gaseosa fabricado para la Universidad de Antioquia

Se observa a la derecha de la Figura 16 la zona con los gases inertes nitrógeno y argón, el acetileno y el gas endotérmico. Se seleccionó gas acetileno como agente enriquecedor de carbono en la atmósfera debido a las elevadas velocidades de descomposición que presentan estas moléculas y a la baja tendencia a desarrollar reacciones de polimerización tal y como se mostró en la Ecuación 10 de la sección 2.1.3. El gas endotérmico se obtuvo sintéticamente con la mezcla de 20 % monóxido de carbono (CO), 40 % de nitrógeno (N) y 40 % de hidrógeno (H). Esta zona está conectada mediante tubería de cobre de 19 mm a rotámetros, válvulas solenoides y electroválvulas que controlan el flujo de los gases hacia el reactor.

El reactor descansa dentro de un horno de calentamiento por resistencias eléctricas, que cuenta con controlador digital PID conectados a una termocupla tipo K, que permite definir hasta ocho rampas de calentamiento, sostenimiento y enfriamiento. El aislamiento térmico se hace por medio de ladrillos refractarios, cubiertos por una carcasa metálica. La presión es observada en un manómetro con rangos entre -30 y 100 psi y controlada mediante válvulas de apertura/cierre. El reactor consiste de un tubo de acero inoxidable AISI/SAE 310 de diámetro nominal 129 mm, longitud 104 mm, con la capacidad para albergar las piezas de dimensiones definidas. En la Figura 17 se presenta un esquema del reactor termoquímico.

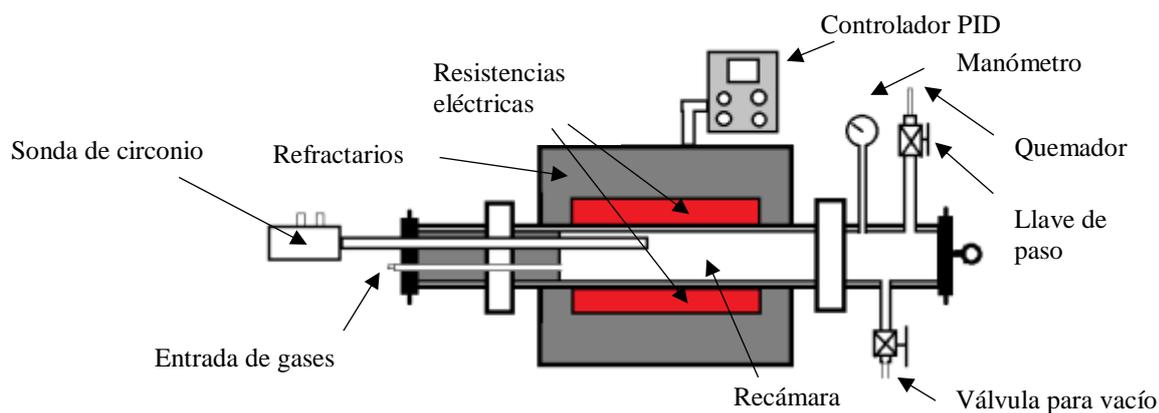


Figura 17. Elementos que conforman el reactor

En la Figura 17 se muestra en la parte superior derecha un quemador, dispuesto para la combustión de hidrocarburos que no hayan reaccionado, el hidrógeno restante y la conversión del monóxido de carbono en dióxido de carbono. El reactor también cuenta con un acople de 1 pulgada NPT para la instalación del sistema de control de atmósfera el cual censa los gases al interior del reactor y un acople de ¼ NPT para la conexión de los gases de entrada. Junto a los gases se acondicionó una entrada de aire por si se requiere disminuir la concentración de carbono en caso que esté muy elevada. La

determinación de la concentración de carbono dentro de la recámara se determina basado en la relación parcial del oxígeno, en este caso la sonda de circonio compara las relaciones parciales del oxígeno exterior e interior lo que produce un valor de voltaje que es leído por el sistema PLC. Las dimensiones definidas en la etapa de diseño de la recámara dentro del reactor se presentan en la Figura 18a, mientras que en la Figura 18b se muestra el perfil de temperaturas dentro de la recámara, para calcular los perfiles se instalaron termocuplas a lo largo del reactor y se adquirieron los datos en periodos constantes de tiempo durante el calentamiento y el enfriamiento del horno. La longitud de la zona con temperatura constante está definida por el tamaño del área rodeada por resistencias eléctricas.

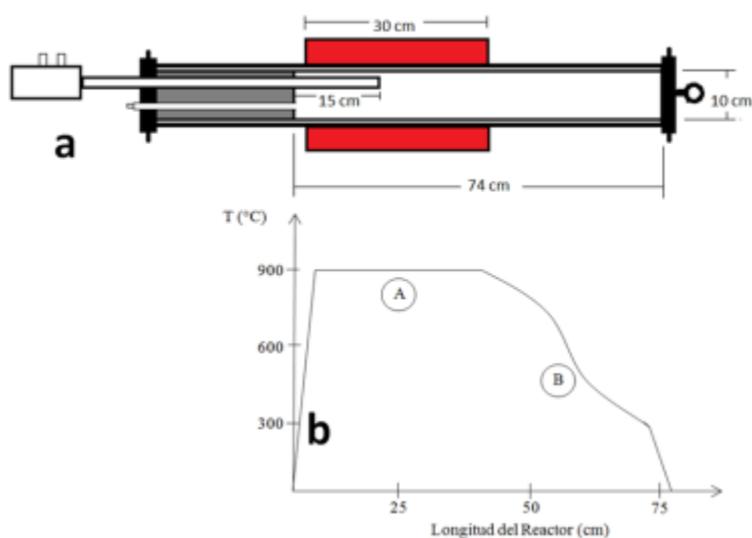


Figura 18. Recámara del reactor termoquímico (a) dimensiones de la recámara. (b) perfil de temperaturas dentro de la recámara.

Debido al perfil de temperatura mostrado en la Figura 18b, se dividió la recámara interna del reactor en dos zonas, una zona A isotérmica por encima de la temperatura de austenización, donde se dan las reacciones de cementación y una zona B, sin generador de calor con una pendiente decreciente en la temperatura, en esta zona se llevan a cabo algunas reacciones que no intervienen en la cementación, por lo tanto, se utiliza solo la zona A para la cementación.

Los elementos que conforman la zona del control de atmósfera son: la sonda de circonio para el control del potencial de carbono, mostrada en la Figura 19, un equipo Burnoff para la limpieza de la sonda, termocupla tipo S al interior de reactor, una pantalla LED de siete pulgadas y un sistema PLC que procesa las señales de temperatura y voltaje enviadas por la termocupla y la sonda. El PLC determina la composición de carbono dentro del horno y mediante el uso de electroválvulas controla

el ingreso de los gases endotérmico y cementante hasta la composición del punto de control definido. Este sistema permite guardar los datos de composición y temperatura obtenidos durante la carburización.

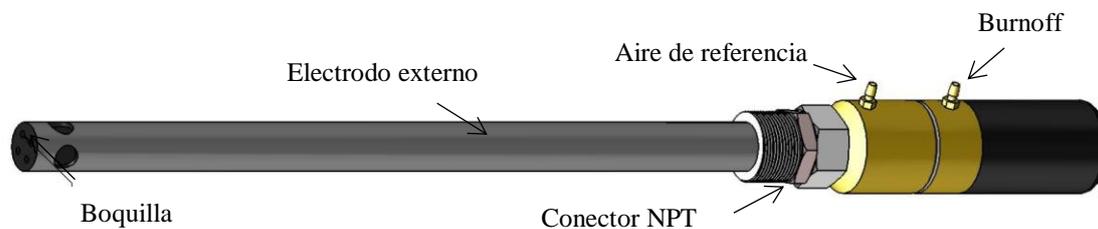


Figura 19. Esquema sonda de circonio (SSI) (Supersystems, 2009)

En la Figura 19 se muestra la boquilla donde se adquiere la muestra del gas dentro de la recámara, el tubo que protege los electrodos sirve a su vez como electrodo externo, en su interior se encuentra un termopar y el electrodo de circonio, el cual es bañado por el aire de referencia que ingresa por el acceso ubicado en la parte superior, el segundo acceso está destinado para la limpieza de la sonda mediante el sistema Burnoff. Se observa también la conexión de 25,4 milímetros NPT la cual se adhiere al extremo del reactor. Se seleccionó este sistema debido a que la sonda de circonio se convierte en un conductor iónico de oxígeno a altas temperaturas y emite un voltaje en corriente directa debido al diferencial de potencial creado por el desajuste entre las fracciones parciales de oxígeno del aire de referencia y la recámara, como se explicó en la sección 2,2,4, Este voltaje puede ser leído por el PLC de forma inmediata, y hacer las correcciones en tiempo real de los flujos de entrada para mantener la composición al interior de la recámara. Atendiendo las condiciones de diseño, el horno fabricado tiene la capacidad de trabajar como un horno de atmósfera controlada para tratamientos térmicos de recocido, temple, revenido, martemple, y austemple de todo tipo de materiales dentro de las dimensiones, con adaptaciones para realizar tratamientos térmicos superficiales de cementación, nitruración, carbunituración y carboaustemperado. A continuación se explica cada uno de los modos de trabajo del horno de cementación.

4.3 MODOS DE FUNCIONAMIENTO DEL HORNO DE CEMENTACIÓN

El horno fabricado cuenta con la capacidad de trabajar en cuatro modos, 1 y 2 para tratamientos térmicos en la masa, 3 y 4 para tratamientos superficiales. En todos los modos de trabajo se realiza introduciendo continuamente los gases endotérmicos y acetileno. Estos gases son inyectados dentro del reactor termoquímico controlando el

flujo de los gases, la temperatura, la presión y el sistema para el quemado de los gases de salida. La forma como es adicionado el gas acetileno es lo que se llamó Modo de Trabajo 3 o 4:

- Modo 1: Funciona como un horno de atmósfera inerte con la introducción de gases nitrógeno y/o Argón.
- Modo 2: Funciona como horno al vacío.
- Modo 3: La señal de voltaje emitida por la sonda de circonio al controlador PLC es interpretada, y éste decide si abre o cierra los relay conectados a las electroválvulas de los gases acetileno y/o aire, con el fin de aumentar o disminuir el porcentaje de carbono en la atmósfera, mientras el gas endotérmico permanece con flujo constante.
- Modo 4: En este modo de trabajo no hay inyección de aire dentro de la recámara, el flujo previamente determinados por la curva de calibración de los gases acetileno y endotérmico son fijados manualmente e ingresan de forma continua haciendo que el reactor funcione como un reactor tubular continuo homogéneo, aplicando la Ecuación 12 de la sección 2.2.3.

El modo de Trabajo 4 fue el modo seleccionado para los tratamientos térmicos de esta investigación porque después de fijados manualmente los flujos de entrada, permanecen constantes a lo largo de todo el proceso, haciéndolo continuo, disminuyendo el error de producción de las piezas y aumentando la replicabilidad del experimento. Además, es el modo que presenta mayor eficiencia al momento de extraer e insertar las piezas para una nueva carburización.

4.4 MODELAMIENTO DE LAS REACCIONES EN EL SISTEMA DE CEMENTACIÓN GASEOSA

Una vez diseñado y fabricado el sistema de cementación fue necesaria la implementación y puesta a punto del sistema, se realizó un modelado matemático de las condiciones de operación del reactor para el cálculo de los tiempos de estancia y de residencia de las reacciones y los caudales de entrada de los gases endotérmico y acetileno a cada temperatura y predecir el carbono en la superficie de la muestra. Para este modelado se utilizaron las reacciones principales de la cementación definidas en las Ecuaciones 3, 5, 6 y 10 de la sección 2.2.2 del marco teórico. También se definieron los parámetros de entrada, de la Figura 4 así: los tiempos, las temperaturas y la superficie

de carga definidos por el diseño de experimento, el grado del acero por los aceros seleccionados, el volumen del reactor y la atmósfera por el diseño y montaje del horno. Las condiciones de frontera están definidas por el volumen al inicio y al final de la recámara, mientras que las condiciones iniciales por la constante de equilibrio (K) para cada reacción a cada temperatura y por el volumen molar de cada componente al ingreso del reactor. Para el cálculo de la constante de equilibrio se utilizó la ley de Dalton que establece que la presión parcial de una mezcla isotérmica de gases es igual a la suma de las presiones parciales que componen la mezcla (Gaffney, Marley, Gaffney, & Marley, 2018), también se puede expresar en términos de la fracción molar del gas en la mezcla, para lo cual fue necesario realizar el balance de masa de cada reacción.

Por último, se plantearon las ecuaciones de la 18 a la 21 para el cálculo de la velocidad de reacción (r_a) para cada una de las reacciones en función de las concentraciones de cada componente, K_p es la constante de equilibrio para la reacción de izquierda a derecha, y K_{-p} para las reacciones de derecha a izquierda,

$$r_1 = K_1(C_{CO})^2 - K_{-1}(C_{CO_2}) \quad \text{Ecuación 18}$$

$$r_2 = K_2(C_{CO}C_{H_2}) - K_{-2}(C_{H_2O}) \quad \text{Ecuación 19}$$

$$r_3 = K_3(C_{CO_2}C_{H_2}) - K_{-3}(C_{CO}C_{H_2O}) \quad \text{Ecuación 20}$$

$$r_4 = K_4(C_{C_2H_2}) - K_{-4}(C_{H_2}) \quad \text{Ecuación 21}$$

Hay que tener presente que las posiciones de reactivos y productos en estas ecuaciones es arbitraria, así como las direcciones y nombres de K_p y K_{-p} , y que, por lo tanto, podrían ser de manera contrarias sin cambiar el resultado. Esto mismo se aplica para las velocidades de reacción, las cuales solamente indican la velocidad con la cual se consume o produce un reactivo o producto, respectivamente y se pueden plantear para ambas direcciones. Para los cálculos del balance de cada componente se utilizan el cambio en la concentración respecto al diferencial de volumen, las Ecuaciones 22 – 26 muestran las relaciones para cada reacción.

$$\frac{dN_{CO}}{dv} = -2r_1 - r_2 + r_3 \quad \text{Ecuación 22}$$

$$\frac{dN_{CO_2}}{dv} = r_1 - r_3 \quad \text{Ecuación 23}$$

$$\frac{dN_{H_2}}{dv} = -r_2 - r_3 + r_4 \quad \text{Ecuación 24}$$

$$\frac{dN_{H_2O}}{dv} = r_2 + r_3 \quad \text{Ecuación 25}$$

$$\frac{dN_{C_2H_2}}{dv} = -r_4 \quad \text{Ecuación 26}$$

El balance para cada componente, expulsa cinco ecuaciones diferenciales. En total se obtuvo un sistema de 18 ecuaciones, 5 ecuaciones diferenciales y 13 ecuaciones explícitas.

Al resolver el sistema de ecuaciones, se halla el comportamiento de cada especie, y se calcula la concentración de cada especie que se consume y que se produce en cada diferencial de volumen dentro del reactor químico. Al variar las condiciones de frontera, las cuales son los flujos de los gases acetileno, endotérmico y la temperatura, varía el comportamiento de las reacciones y el tiempo de residencia de cada partícula. Resolviendo el sistema de ecuaciones se definen los flujos de los gases acetileno y endotérmico más óptimos respecto al tiempo de estancia y al potencial de carbono.

4.5 RESULTADOS DEL MODELAMIENTO MATEMÁTICO

Luego de definidos los gases a utilizar, la temperatura, los tiempos, seleccionado el tipo de reactor y el modo de trabajo se procedió con el cálculos para el modelado matemático, en la Tabla 1 se muestran los parámetros de entrada definidos por el diseño de experimento y por las condiciones para el diseño y montaje del horno.

Tabla 1. Parámetros de entrada

| Parámetros | Condiciones de operación | | |
|----------------------------|---------------------------------|-------------------------|-------------------------|
| Tiempo | 30 minutos | | 60 minutos |
| Temperatura | 900 °C | | 930 °C |
| Superficie de carga | | 91,92 cm ² | |
| Grado del acero | | 0,2 % de carbono | |
| | Reactor A | Reactor B | Total |
| Volúmenes recámaras | 2356,19 cm ³ | 3455,75 cm ³ | 5811,94 cm ³ |
| | Tipo de gas | | Acetileno |
| Atmósfera | Presión de trabajo | | Atmosférica |
| | Caudal | | X |

Nótese la presencia de dos valores de tiempo en la Tabla 1 correspondientes al tiempo de permanencia, este tiempo realmente no afecta el modelamiento dado que es el tiempo total de exposición a la atmósfera cementante y está permanece constante en el modo de trabajo 4, sin embargo se tiene un tiempo que concierne al de residencia o estancia de una partícula dentro del reactor, esté depende directamente del caudal y un tiempo de contacto entre el gas y las piezas, durante el cual se dan las reacciones, este tiempo depende del flujo y de la temperatura. La X en la Tabla 1 representa el caudal de

entrada y es el valor a hallar en la simulación matemática. La superficie de carga se determinó partiendo de las porciones cilíndricas, mostradas en la Figura 20.

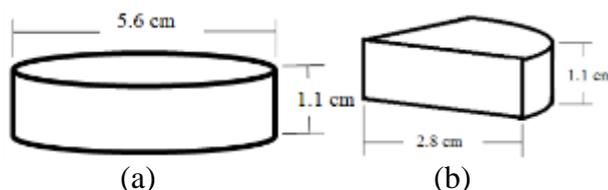


Figura 20. Formato de piezas cementadas, (a) discos para mediciones de RMB y (b) sectores circulares para caracterización microestructural y de dureza

La superficie de carga es el área superficial de las dos piezas mostradas en la Figura 20. Las condiciones de frontera se definieron solo para la zona A de la recámara mostrada en la Figura 18, la cual se llamó reactor. La frontera a la entrada tiene un volumen de cero y al final del reactor de 2356,19 cm³. Las condiciones iniciales son el número de moles de cada elemento que ingresa (hidrógeno, nitrógeno, vapor de agua, acetileno monóxido y dióxido de carbono) definidos por flujos seleccionados arbitrariamente hasta encontrar el óptimo por medio de la simulación. Otra condición inicial son los valores de K de cada reacción a cada temperatura, para hallar estos valores fue necesario el cálculo del balance de masa. Los resultados del balance de masa y de equilibrio para cada una de las reacciones se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2. Resultados de balances para cada reacción

| Elemento | Peso Molecular (g/mol) | Concentración (% en peso) | Moles (mol) | Gramos (g) | Volumen (l/ml) |
|--|------------------------|---------------------------|-------------|------------|----------------|
| Reacción 1: $2CO \rightleftharpoons C(\gamma) + CO_2$ | | | | | |
| CO(g) | 28,01 | 100,00 | 2,00 | 56,02 | 44,83 l |
| C | 12,01 | 21,44 | 1,00 | 12,01 | 5,32 ml |
| CO ₂ (g) | 44,01 | 78,56 | 1,00 | 44,01 | 22,41 l |
| Reacción 2: $CO + H_2 \rightleftharpoons C(\gamma) + H_2O$ | | | | | |
| CO(g) | 28,01 | 93,29 | 1,00 | 28,01 | 22,41 l |
| H ₂ (g) | 2,02 | 6,71 | 1,00 | 2,02 | 22,41 l |
| C | 12,01 | 40,00 | 1,00 | 12,01 | 5,32 ml |
| H ₂ O(g) | 18,02 | 59,99 | 1,00 | 18,02 | 22,41 l |
| Reacción 3: $CO_2 + H_2 \rightleftharpoons CO + H_2O$ | | | | | |
| CO ₂ (g) | 44,01 | 95,62 | 1,00 | 44,01 | 22,41 l |
| H ₂ (g) | 2,02 | 4,38 | 1,00 | 2,02 | 22,41 l |
| CO(g) | 28,01 | 60,86 | 1,00 | 28,01 | 22,41 l |
| H ₂ O(g) | 18,01 | 39,14 | 1,00 | 18,02 | 22,41 l |
| Reacción 4: $C_2H_2 \rightleftharpoons 2C(\gamma) + H_2$ | | | | | |
| C ₂ H ₂ (g) | 26,04 | 100,00 | 1,00 | 26,04 | 22,41 l |
| C | 12,01 | 92,26 | 2,00 | 24,02 | 10,63 ml |
| H ₂ (g) | 2,02 | 7,74 | 1,00 | 2,02 | 22,41 l |

La Tabla 2 muestra el número de moles, la masa y el volumen de cada compuesto o elemento que se consume o produce durante cada una de las reacciones químicas.

Los resultados se utilizaron para el cálculo de la entalpía de formación, la entropía, la energía libre de Gibbs y las constantes de equilibrio de cada reacción. En la Tabla 3 se presentan las constantes de equilibrio calculadas para cada reacción a las temperaturas de 900 °C y 930 °C, las cuales determinan el sentido de las reacciones a cada temperatura.

Tabla 3. Constantes de equilibrio para las reacciones principales a 900 °C y 930 °C

| Reacciones | Constante de equilibrio a 900 °C | Constante de equilibrio a 930 °C |
|--|----------------------------------|----------------------------------|
| K_{-1} $2CO \rightleftharpoons C(\gamma) + CO_2$ | $K_1 = 0,0278$ | $K_1 = 0,0186$ |
| K_1 | $K_{-1} = 35,97$ | $K_{-1} = 55,37$ |
| K_{-2} $CO + H_2 \rightleftharpoons C(\gamma) + H_2O$ | $K_2 = 0,03619$ | $K_2 = 0,02558$ |
| K_2 | $K_{-2} = 27,64$ | $K_{-2} = 39,09$ |
| K_{-3} $CO_2 + H_2 \rightleftharpoons CO + H_2O$ | $K_3 = 1,302$ | $K_3 = 1,416$ |
| K_3 | $K_{-3} = 0,7682$ | $K_{-3} = 0,7061$ |
| K_{-4} $C_2H_2 \rightleftharpoons 2C(\gamma) + H_2$ | $K_4 = 1,464 \times 10^7$ | $K_4 = 8,272 \times 10^6$ |
| K_4 | $K_{-4} = 6,831 \times 10^{-8}$ | $K_{-4} = 1,209 \times 10^{-7}$ |

Según los valores hallados, el cambio de la energía libre (ΔG) y el logaritmo de la constante de equilibrio ($\text{Log}(K)$) las reacciones uno y dos de la Tabla 2, dejan de ser espontáneas a partir de 690 °C y 670 °C en la dirección de izquierda a derecha (K_1) y, comienza a ser espontánea en la dirección de derecha a izquierda (K_{-1}) en la Tabla 3 respectivamente. Esto quiere decir que, a las temperaturas de cementación de 900 °C y 930 °C mostradas en la Tabla 4, estas reacciones consumen carbono y dióxido de carbono para generar monóxido de carbono, en el caso de la reacción uno y carbono y vapor de agua para generar monóxido e hidrógeno, en la reacción dos. Mientras que la reacción tres consumen dióxido de carbono más hidrógeno, para generar monóxido de carbono más vapor de agua.

Tabla 4. Valores de cambio en la entalpía, entropía y la energía libre de Gibbs para cada reacción a 900 °C y 930 °C

| Reacción | T (°C) | ΔH (kcal) | ΔS (cal/K) | ΔG (kcal) | Log(K) |
|----------|--------|-------------------|--------------------|-------------------|--------|
| 1 | 900 | -40,35 | -41,51 | 8,35 | -1,55 |
| | 930 | -40,27 | -41,45 | 9,59 | -1,74 |
| 2 | 900 | -32,43 | -34,24 | 7,73 | -1,44 |
| | 930 | -32,42 | -34,24 | 8,76 | -1,59 |
| 3 | 900 | 7,92 | 7,27 | -0,62 | 0,12 |
| | 930 | 7,85 | 7,22 | -0,83 | 0,15 |
| 4 | 900 | -53,38 | -12,72 | -38,46 | 7,17 |
| | 930 | -53,35 | -12,69 | -38,08 | 6,92 |

De la Tabla 4 se extrae que los valores de la energía libre de Gibbs de la reacción 4 indican que esta solo se da en el sentido de formación de carbono más hidrógeno gaseoso, lo cual favorece la cementación, por esta razón se seleccionó el acetileno como gas enriquecedor del potencial de carbono en la atmósfera. El acetileno de la reacción (4), provee el carbono que, junto con el dióxido de carbono y el agua en las reacciones (1) y (2) producen el monóxido de carbono y el hidrógeno responsables de la carburización, como se explicó en la sección 2.2.1 de la fundamentación teórica.

Se utilizaron los parámetros de entrada y los valores de la Tabla 3 para resolver el sistema de ecuaciones. Entre los resultados del modelamiento matemático se obtuvieron gráficos del número de moles versus el volumen del horno con líneas que representan el comportamiento de los gases, así: línea ascendente las especies que se producen, descendente las que se consumen. Se encontró que el monóxido de carbono y el hidrógeno gaseoso debían producirse y estabilizarse antes de la mitad del reactor mientras que las concentraciones de dióxido de carbono, vapor de agua y acetileno debían consumirse.

Fueron descartadas aquellas condiciones donde no se alcanzan a estabilizar las reacciones para cada uno de las condiciones iniciales establecidas y se determinó que, se requieren tiempos de estancia mayores a diez minutos para proporcionar el tiempo de contacto suficiente de una partícula con la superficie de la muestra, lo que implica también según la Ecuación 13 de la sección 2.2.1, flujos menores a 230 centímetros cúbicos por minuto de gases totales. Los resultados de la simulación matemática revelaron los flujos de cada uno de los gases para obtener las composiciones deseadas que se muestran en la Tabla 5.

Tabla 5. Flujos de los gases para cada composición deseada

| T (°C) | % de Carbono en la superficie | Gas endotérmico (cm ³ /min) | Acetileno (cm ³ /min) | Flujo total (cm ³ /min) |
|--------|-------------------------------|--|----------------------------------|------------------------------------|
| 900 | 0,8 | 100 | 40 | 140 |
| | 1,0 | 100 | 50 | 140 |
| 930 | 0,8 | 120 | 50 | 170 |
| | 1,0 | 100 | 70 | 170 |

Los resultados revelaron que para obtener un mismo porcentaje de carbono a dos temperaturas diferentes se precisó modificar los flujos de entrada, así; a más alta temperaturas, mayores flujos, debido a que se requiere que los tiempos de estancia disminuyan dado que las reacciones se dan más rápido. Al aumentar la temperatura conservando el mismo flujo utilizado para la temperatura menor se produce menor cantidad de hidrógeno de monóxido de carbono, por lo tanto, para compensar la cantidad de ambos es necesario aumentar el caudal de entrada del gas acetileno. En la Tabla 6 se muestran los porcentajes de cada especie que se insertaron al reactor con cada flujo definido.

Tabla 6. Porcentajes de gases insertados

| Especies | Temperaturas | | | |
|-------------------------------|--|--------|--------|--------|
| | 900 °C | | 930 °C | |
| | Porcentaje de carbono | | | |
| | 0,8 % | 1,2 % | 0,8 % | 1,2 % |
| | Relación de gases Endotérmico/Acetileno (cm ³ /min) | | | |
| | 100/40 | 100/50 | 120/50 | 100/70 |
| CO | 13,6 % | 12,7 % | 13,4 % | 12,0 % |
| H ₂ | 27,9 % | 26,0 % | 27,5 % | 24,6 % |
| N ₂ | 28,6 % | 26,7 % | 28,2 % | 25,3 % |
| CO ₂ | 0,7 % | 0,7 % | 0,7 % | 0,6 % |
| H ₂ O | 0,7 % | 0,7 % | 0,7 % | 0,6 % |
| C ₂ H ₂ | 28,6 % | 33,3 % | 29,4 % | 36,8 % |

Se extrae de la Tabla 6 que debe aumentar el porcentaje de gas acetileno para aumentar el potencial de carbono de 0,8 % a 1,2 % y que además debe aumentar para obtener una misma composición a una mayor temperatura, el mayor de los problemas de aumentar uno de los gases de entrada, es que disminuye el tiempo de estancia dentro del reactor, esto puede ocasionar baja disponibilidad de átomos de carbono difundiendo hacia el interior del material base, por lo tanto, menores profundidades de capa cementada. Al aumentar la temperatura este fenómeno se ve disminuido con respecto a la menor temperatura dado que también aumenta la velocidad de reacción.

5. METODOLOGÍA

Para el desarrollo de esta investigación, se utilizaron como materiales de estudio, barras comerciales de aceros AISI/SAE 1020 y 8620, en la cuales se realizaron tratamientos térmicos de cementación, caracterización microestructural, de dureza y mediciones de RMB. La metodología fue desarrollada en cuatro etapas; la primera fue la adquisición y caracterización de los materiales en condición de entrega. En la segunda se realizaron los tratamientos térmicos superficiales, utilizando cementantes líquidos, sólidos y gaseosos. La cementación con cementantes líquidos se hizo en una empresa que cuenta con los equipos y las condiciones de seguridad para el manejo de sales altamente contaminantes y venenosas, la calidad de estos ensayos se verificó constatando la aplicación de las buenas prácticas de manufacturas (BPM) utilizadas por la empresa, mientras que la cementación sólida y gaseosa se realizaron en los laboratorios de tratamientos térmicos de la Universidad de Antioquia.

En la tercera etapa se realizó la caracterización microestructural y por RMB de todas las piezas tratadas térmicamente, esta se desarrolló mediante microscopía óptica (MO), ensayo de microdureza Vickers (HV), espectrometría de emisión óptica (EEO), microscopía electrónica de barrido (MEB), espectrometría de energía dispersiva (EDS) y mediciones de las señales de RMB. En la cuarta y última etapa se relacionaron los análisis estadísticos, microestructurales y de las señales de RMB con las capas cementadas obtenidas.

Para el análisis estadístico se seleccionaron dos variables de respuesta; profundidad de capa cementada y el valor *rms* de las señales de RMB. La primera se definió a partir de las observaciones mediante MO, MEB y de los perfiles de microdureza y composición con EEO. Mientras que el *rms* de las señales de RMB es el promedio del valor cuadrático medio de todas las mediciones de RMB las muestras y las réplicas. Otros parámetros como la envolvente de las señales ayudan a explicar los resultados obtenidos, marcando la amplitud y la posición del valor máximo. A continuación, se explica cada etapa.

5.1 CARACTERIZACIÓN DE MATERIALES SIN TRATAMIENTOS

En esta etapa se caracterizaron las barras de acero comerciales de diámetro 50,8 mm para AISI/SAE 1020 y 63,5 mm para AISI/SAE 8620, la diferencia de diámetros

responde a la disponibilidad comercial y no afecta los resultados de los tratamientos térmicos ni de las mediciones de RMB. Las barras fueron cortadas en discos de 10 mm de espesor y pulidos hasta lija 120 para disminuir la anisotropía superficial durante las mediciones del RMB, algunos de estos discos fueron cortados en cuatro partes. Estos sectores circulares sirvieron como testigos de los tratamientos realizados, y fueron introducidos junto a los discos más grandes en cada tratamiento y en todas las réplicas para verificar el estado de estos mediante técnicas destructivas, como se mostraron en la Figura 20. Sobre los sectores circulares fue caracterizado mediante EEO para determinar la composición inicial de los aceros, y microestructuralmente mediante MO, MEB, EDS y, ensayos de dureza siguiendo el método estándar para ensayo de dureza Knoop y Vickers siguiendo la norma ASTM E 384-11, se realizaron también mediciones de Ruido Magnético de Barkhausen sobre los discos, para establecer las señales iniciales.

5.2 TRATAMIENTOS TÉRMICOS CON CEMENTANTES SÓLIDOS

Para la cementación sólida en el acero SAE 8620, se planteó un diseño de experimento 2^2 , con dos factores, temperatura y tiempo, cada uno con dos niveles, manteniendo constante el potencial de carbono en la superficie dado por la mezcla de carbón vegetal más carbonato de bario en relación 80 % y 20 % respectivamente. La combinación de los factores con cada nivel sugiere la realización de 4 tratamientos, cada uno con una réplica, más la muestra en condición de entrega, para un total de 10 muestras. Al nivel bajo de cada factor se asignó el número uno, mientras que al nivel alto el número dos, y se utilizó para la asignación de las etiquetas, como lo revela la Tabla 7.

Tabla 7. Factores vs Experimentos para cementación sólida

| Factores | Temperatura (°C) | Tiempo(horas) | Etiquetas | Combinaciones |
|-----------------------------------|------------------|---------------|-----------|---------------|
| T₁t₁ | 900 | 1 | 11 | (1) |
| T₁t₂ | 900 | 3 | 12 | t |
| T₂t₁ | 950 | 1 | 21 | T |
| T₂t₂ | 950 | 3 | 22 | Tt |

En la Tabla 7 también se resaltan las combinaciones, que corresponden a la nomenclatura escogida para el efecto de cada factor y de la interacción en el momento de realizar el análisis de los datos. Para llevar a cabo el experimento se realizó una

aleatorización de las condiciones para proporcionar estimaciones válidas de la varianza del error. Esta aleatorización se llevó a cabo mediante la matriz de diseño.

Las muestras se introdujeron en un crisol sellado con la mezcla cementante, y luego llevadas al horno, a la temperatura de tratamiento, durante 30 minutos para homogenizar la temperatura dentro del crisol, a partir de este momento se contabilizó el tiempo de cementación, de acuerdo al experimento. El crisol fue retirado del horno y enfriado al aire hasta la temperatura ambiente. La austenización para el tratamiento de temple, se realizó en el horno tubular de atmósfera controlada diseñado para este proyecto. Se introdujeron las muestras junto con su respectivo testigo dentro del horno, al vacío hasta la temperatura de austenización de 870 °C y tiempo de permanencia de 45 minutos para todos los tratamientos, posteriormente fueron retiradas y enfriadas en aceite a temperatura ambiente.

Por último, se realizó un revenido en el horno tubular a 200 °C durante dos horas utilizando una atmósfera inerte de nitrógeno y con enfriamiento al aire. Finalizado el tratamiento de revenido sobre todas las muestras se procedió con la caracterización microestructural y por RMB como se describe en la sección 5,5, Para el análisis de RMB se realizaron mediciones con frecuencias de excitación de 5, 10, 20, 30 y 40 Hz, posteriormente se analizaron estadísticamente los resultados con las frecuencias de 10, 20 y 40 Hz, debido a los resultados obtenidos.

Para el análisis estadístico se escogió un diseño factorial 2^2 , lo que permite calcular el efecto de cada factor y la interacción entre factores. En este caso el efecto promedio de un factor se define como el cambio en la respuesta producido por un cambio en el nivel de ese factor promediado para los niveles del otro factor, de ese modo si se tienen los factores A y B con los niveles (1), a, b y ab siendo (n) el total de las réplicas hechas con la combinación de los tratamientos, el efecto principal de A es:

$$A = \frac{1}{2n} \{[ab - b] + [a - (1)]\}$$

$$A = \frac{1}{2n} [ab + a - b - (1)] \quad \text{Ecuación 27. Efecto principal de A}$$

El efecto principal de B es:

$$B = \frac{1}{2n} [ab + b - a - (1)] \quad \text{Ecuación 28. Efecto principal de B}$$

Y la interacción AB sería:

$$AB = \frac{1}{2n} [ab + (1) - a - b] \quad \text{Ecuación 29. Efecto principal de AB}$$

Estos también reciben el nombre de contrastes y son ortogonales, por lo tanto, puede calcularse la suma de cuadrados según las ecuaciones 15, 16 y 17,

$$SS_A = \frac{[ab+a-b-(1)]^2}{4n} \quad \text{Ecuación 30. Contraste de A}$$

$$SS_B = \frac{[ab+b-a-(1)]^2}{4n} \quad \text{Ecuación 31. Contraste de B}$$

$$SS_{AB} = \frac{[ab+(1)-a-b]^2}{4n} \quad \text{Ecuación 32. Contraste de AB}$$

En este caso el análisis de los datos se realizó mediante un análisis de varianza con prueba de hipótesis.

Entre las técnicas estadísticas estudiadas se encuentra el diagrama caja y bigotes, diagrama de medias, y los resultados se relacionaron mediante los índices d y f de asociación de Cohen.

$$d = \frac{\hat{Y}_a - \hat{Y}_b}{S_y} \quad \text{Ecuación 33. Índice (d) de Cohen}$$

Donde sí $d = 0$ las dos variables son independientes, pero entre mayor sea el valor de d mayor será la relación entre las variables y el índice f de Cohen.

$$f = \frac{S_{\hat{Y}}}{S_Y}, \quad \text{donde } S_{\hat{Y}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^k n_i (\hat{Y}_i - \bar{Y})^2}{n}} \quad \text{Ecuación 34. Índice (f) de Cohen}$$

Donde sí $f = 0$ hay ausencia de asociación entre las variables, y cuanto mayor sea el valor de f mayor será la relación entre las variables (Montgomery, 2004).

5.3 TRATAMIENTOS TÉRMICOS CON CEMENTANTES LÍQUIDOS

Después de caracterizadas las muestras en condición de entrega se procedió con la realización de los tratamientos térmicos superficiales para ambos aceros. La cementación líquida fue realizada por una empresa prestadora de servicios de tratamientos térmicos superficiales ya que dispone de instalaciones adecuadas para este proceso.

Dado las condiciones de operación de la empresa, no fue posible modificar la composición de las sales fundidas ni las temperaturas de operación, solo el tiempo al cual se extraían las muestras, razón por la cual se seleccionó un diseño de experimento de un solo factor, el tiempo, con tres niveles y tres réplicas para ambos aceros, manteniendo constantes la temperatura y el medio cementante. Los factores y niveles para estos tratamientos se exponen en la Tabla 8.

Tabla 8. Factores vs Experimentos para cementación en medio líquido

| Factor | Tiempo (horas) | Temperatura (°C) | Potencial de carbono |
|--------------------|-----------------------|-------------------------|---|
| Nivel- Bajo | 3 | 900 | SALES DULFERRIT GS540-C3 (0,9 % de carbono aprox.) |
| Nivel-Medio | 4,5 | | |
| Nivel-Alto | 8 | | |

Las muestras fueron introducidas junto con otras piezas de la industria, en baño de sales a 900 °C en grupos de dos piezas y dos testigos, una de las piezas se sacaba del baño de sales después del tiempo correspondiente del tratamiento y se dejaba enfriar al aire, quedando en condición carburizada, la otra pieza se enfriaba rápidamente en aceite a temperatura ambiente, quedando en condición templada. Este mismo procedimiento se aplicó para todos los tratamientos y réplicas. A estas muestras se les realizaron las mediciones de ruido magnético de Barkhausen y la caracterización microestructural que se describe en el ítem 5,5,

Para el análisis estadístico se seleccionó un punto de partida o línea base (nivel inferior) y se comparó con cada uno de los demás niveles. Dado que los factores restantes permanecieron constantes se construyeron una serie de gráficas en las que se muestra la forma en la que la variable de respuesta es afectada al variar los niveles del factor. En este caso se realizó una estimación de los parámetros con mínimos cuadrados y un análisis de varianza para tratamientos con un solo factor en un diseño totalmente aleatorizado, estos resultados se compararon con los obtenidos mediante la prueba de hipótesis.

5.4 TRATAMIENTOS TÉRMICOS CON CEMENTANTES GASEOSOS

Para la cementación con cementantes gaseosos, se hizo un análisis independiente para cada temperatura, porque para cada una de ellas, las reacciones generaron diferente potencial de carbono en la superficie, y limita comparar el efecto de la temperatura con dos composiciones diferentes. La cementación gaseosa se realizó en el horno desarrollado para este fin, en el modo de trabajo número cuatro (4), para la atmósfera se utilizó como agente cementante una mezcla de gas sintético de composición 20 % monóxido de carbono, 40 % nitrógeno y 40 % hidrógeno como gas endotérmico, con gas acetileno para aumentar el potencial de carbono, los flujos de entrada de estos gases modifican tanto el tiempo de estancia como la cinética de las reacciones dentro del reactor, como se explicó en el capítulo 4, por lo tanto, modificando los flujos de entrada se pudieron conseguir dos potenciales de carbono, mientras que las temperaturas y los

tiempos de sostenimiento utilizados se seleccionaron basados en las curvas de la Figura 2 en la sección 2,2 y en los resultados obtenidos en los tratamientos preliminares, estos valores se presentan en la Tabla 9.

Tabla 9. Factores y niveles para la cementación gaseosa

| Niveles /factores | Temperatura (°C) | Tiempo (minutos) | Potencial de carbono |
|-------------------|------------------|------------------|----------------------|
| Nivel - Bajo | 900 | 30 | 0,8 % |
| Nivel - Alto | 930 | 60 | 1,2 % |

La combinación de los factores con cada nivel de la Tabla 9 sugiere la realización de ocho tratamientos, cuatro para cada temperatura, más la muestra en condición de entrega. Dado que la temperatura afectó considerablemente la cinética de las reacciones y provocó una variación en la composición final de las muestras se seleccionó un diseño factorial 2^2 para el análisis de los resultados de cada temperatura, con dos factores tiempo y potencial de carbono cada uno con dos niveles ver Tabla 10. Lo que arroja tres grados de libertad y cuatro combinaciones, perdiendo así la interacción de los tres factores. La Tabla 10 muestra los factores para la menor temperatura y las etiquetas asignadas a cada experimento.

Tabla 10. Factores vs Experimentos para 900 °C

| Factores | Etiquetas | Tiempo (minutos) | Potencial de Carbono (%) | Combinaciones |
|----------|-----------|------------------|--------------------------|---------------|
| T1t1C1 | 111 | 30 | 0,8 | (1) |
| T1t1C2 | 112 | 30 | 1,0 | C |
| T1t2C1 | 121 | 60 | 0,8 | t |
| T1t2C2 | 122 | 60 | 1,0 | tC |

La Tabla 10 muestra los factores versus cada uno de los experimentos donde las letras T, t y C representan los factores temperatura, tiempo y potencial de carbono respectivamente, y los números 1 y 2 corresponden a los signos (-) y (+) y representan los niveles bajo y alto, respectivamente. La combinación de los factores con cada nivel sugiere la realización de 4 tratamientos para cada temperatura, más la muestra en condición de entrega, y para conseguir reproducible el experimento se realizaron tres réplicas (R1, R2 y R3) para cada tratamiento, incluyendo la muestra en condición de entrega, para un total 27 muestras para cada acero, el orden de las corridas se realizó de forma aleatoria. El mismo orden y etiquetas de las corridas se siguieron para ambos aceros. Para la temperatura de 930 °C se utilizaron los mismos valores de la Tabla 10, solo cambiando los nombres en la denominación que para este caso empiezan con el número dos así, 211, 212, 221 y 222, Terminada la carburización de las piezas se procedió con el templado y revenido.

Para el templeado, las piezas se introdujeron en el horno, se dejaron un tiempo de estabilización de 15 minutos mientras se alcanzó la temperatura de austenización haciendo vacío. El tiempo de permanencia, la temperatura de austenización y el medio de enfriamiento para los tratamientos térmicos de temple y revenido en ambos aceros se describen en la Tabla 11.

Tabla 11. Condiciones para el temple y el revenido con cementantes gaseosos

| Tratamiento | Material SAE | Temperatura (°C) | Tiempo de permanencia (minutos) | Medio de enfriamiento |
|-------------|--------------|------------------|---------------------------------|-----------------------|
| Temple | 1020 | 880 | 40 | Agua |
| | 8620 | 845 | | Aceite |
| Revenido | 1020 | 200 | 120 | Aire |
| | 8620 | 180 | | |

Terminados los tratamientos térmicos se procedió con la caracterización microestructural, por RMB y el análisis estadístico de los resultados. A continuación se detalla cómo fue hecha cada una de estas etapas. Para los análisis estadísticos de los resultados de cementación gaseosa, se siguió el mismo procedimiento utilizado en la cementación sólida.

5.5 CARACTERIZACIÓN DE ACEROS CEMENTADOS

La caracterización microestructural se realizó sobre los sectores circulares (Figura 20b) que se introdujeron junto con los discos para mediciones de RMB (Figura 20a). Estas piezas testigos se caracterizaron mediante MO, MEB, EEO y los perfiles de microdureza y composición química. Se hicieron medidas de RMB para correlacionar los análisis de las señales con las características microestructurales, por lo tanto, en este capítulo se hablará de los equipos y parámetros utilizados para ambos tipos de caracterización.

5.5.1 Caracterización microestructural

Caracterizar una capa cementada es determinar la estructura y si la capa se encuentra con la profundidad deseada. Para esto existen varios métodos, los más utilizados son destructivos, pero generalmente se requiere la aplicación de más de uno. Uno de los más utilizados es la medida de la dureza superficial, en este caso se aplica la medida con dos condiciones de carga, una mayor que sirve sobre todo para grandes profundidades, y otra de menor carga con el fin de determinar si existe una posible descarburación. Otra

versión de este método es la medida de la dureza en escalones rectificadas por debajo de la superficie, estos valores pueden graficarse versus la distancia desde la superficie y determinar así la profundidad de capa.

- **Ensayo de microdureza en la sección transversal:** Consiste en realizar un corte transversal a la capa obtenida y realizar mediciones de microdureza a profundidades definidas. Este método permite definir con exactitud la profundidad de la capa y determinar zonas descarburadas o defectos en la capa. Este método debe estar acompañado del examen metalográfico, dado que una disminución de dureza en la superficie puede deberse a la decarburización de la capa o a un contenido de carbono muy alto, superior a 0,8 % de carbono, donde también se disminuye la dureza y aumenta el contenido de austenita retenida en la capa endurecida.
- **Examen metalográfico:** Consiste en realizar un ensayo metalográfico en la sección transversal de las piezas cementadas siguiendo la norma ASTM E3. Este permite definir todas las microestructuras presentes desde la superficie de la muestra hasta el núcleo, determinando zonas descarburadas o la presencia de ferrita, perlita, cementita, martensita, bainita y austenita retenida si hubiese.

Entre los métodos no destructivos que se pueden utilizar para la caracterización de capas cementadas se encuentra **el ultrasonido** y la **difracción de rayos X** (ASM Handbook Committee, 1991). También se puede caracterizar la capa con **microdifracción de rayos X** en la sección transversal. La composición de carbono se puede determinar mediante **espectrometría de emisión óptica** en la superficie o mediante escalones desbastados cada 50 μm por debajo de la superficie (ASM Handbook Committee, 1991). La caracterización microestructural, se realizó mediante microscopía óptica (MO) y microscopía electrónica de barrido (MEB) en un microscopio marca Nikon Eclipse MA 100 y un JSM-6010LA, respectivamente. La preparación de las muestras se realizó siguiendo la Norma ASTM E3 e inició con el montaje de las muestras en baquelita termoestable de alta dureza, continuó con un desbaste grueso mediante lija 100, luego con desbaste fino pasando por una serie de lijas 240, 340, 400, 600, 1000, 1500 y 2000, para un posterior pulido en paño usando como abrasivo polvo de diamante de 6, 3 y 1 μm , y finalizar con un ataque químico con el reactivo Nital 2 % para determinar el tamaño de grano austenítico previo, la

microestructura en la condición cementada fue atacada con una solución sobresaturada de ácido pícrico en agua destilada a 60 °C y siguiendo la norma ASTM E-112, Se realizaron observaciones en el microscopio óptico hasta 1000X y en el microscopio electrónico de barrido hasta 5000X. Estas mismas muestras fueron utilizadas para las mediciones de microdureza. Se levantaron perfiles de microdureza en la sección transversal con distancia entre medidas de 50 μm hasta llegar a una profundidad de 1000 μm con carga de 100gF y un tiempo de carga de 15 segundos, en un microdurómetro Shimadzu bajo la norma ASTM E 384, Para definir los perfiles de composición se hicieron análisis de composición química mediante EEO, utilizando un espectrómetro Bruker, modelo: Q8 Magellan, estas mediciones se realizaron siguiendo la norma ASTM E 415, realizando mediciones cada 50 μm aproximadamente desde la superficie, hasta una profundidad de 1000 μm . Para esto fue necesario realizar un desbaste de 50 μm después de cada medición.

5.5.2 Caracterización mediante RMB

Se realizaron mediciones de ruido magnético de Barkhausen en las muestras en cada una de las condiciones, de entrega, carburizada y cementada. Las mediciones de RMB se llevaron a cabo con un equipo portátil, llamado *Barktech*, desarrollado en el Laboratorio de Dinámica e Instrumentación -LADIN- de la Universidad de Sao Paulo, Brasil. Ver Figura 21.

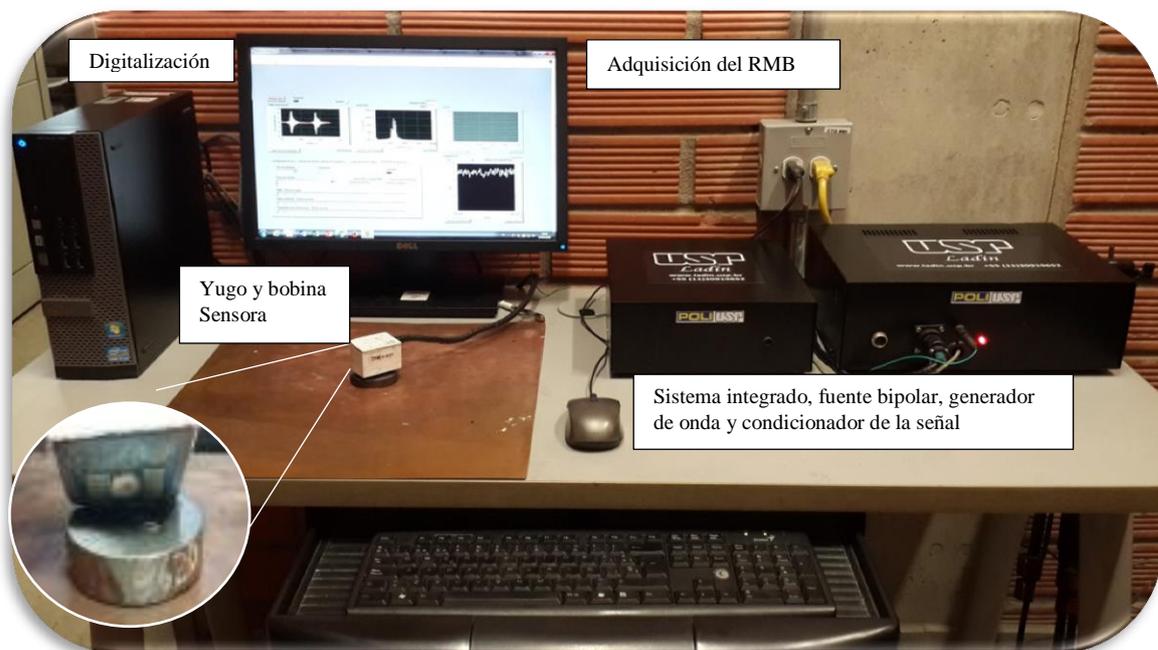


Figura 21. Equipo para las mediciones de RMB

El equipo cuenta con un yugo magnético donde por medio de una corriente controlada se crea un campo magnético variable, y mediante una bobina lectora ubicada entre los polos del yugo se detecta los pulsos de voltaje provenientes de los saltos de Barkhausen. Para las mediciones se utilizaron diferentes frecuencias de excitación de campo magnético de 5, 10, 20, 30 y 40 Hz, para evaluar las capas según la profundidad de donde proviene la respuesta de RMB. Entre las características del sensor se tiene que se uso un número de espiras en la bobina de excitación de 200 vueltas con referencia del alambre: AWG22. Y el número de espiras en la bobina lectora: fue de 2000 vueltas con un alambre de referencia AWG44 y una bobina lectora con núcleo yoke de ferro silicio de grão orientado. Se seleccionó la frecuencia de 10 Hz como la frecuencia para los análisis dados los resultados obtenidos en los tratamientos preliminares, porque es la más baja frecuencia que mostro la mayor diferencia entre las condiciones de tratamiento. En la Tabla 12 se muestran los parámetros de medición para la frecuencia de excitación de 10 Hz que fue la frecuencia seleccionada para el análisis de los efectos.

Tabla 12. Parámetros de medición del RMB para la frecuencia de 10 Hz

| Parámetro | Valor |
|---|--------------|
| Frecuencia de muestreo (kHz) | 400 |
| Número de muestras en la ventana | 40000 |
| Frecuencia de excitación (Hz) | 10 |
| Amplitud de excitación (V) | 2 |
| Ciclos de excitación | 1 |
| Ganancia de pre-filtrado | 100 |
| Ganancia del RMB | 10 |
| Ganancia de pre-digitalización | 2 |
| Ganancia Total | 2000 |
| Frecuencia de corte anti-aliasing (kHz) | 150 |
| Ganancia dB/dt | 1 |
| Frecuencia de corte Filtro pasa altas (kHz) | 1 |
| Frecuencia de corte superior (kHz) | 150 |
| Frecuencia de corte inferior (kHz) | 2 |
| Amplitud de ruido eliminada (V) | 0,2 |
| Repeticiones | 10 |

Estos parámetros fueron utilizados para las mediciones de las muestras con cementantes sólidos, líquidos y gaseosos. Se muestra en la Figura 22 la ventana correspondiente a los parámetros de grabación del programa Barktech desarrollado por el laboratorio LADIN para la generación del campo magnético y la adquisición de la

señal, el programa también muestra en tiempo real el gráfico amplitud de la señal vs el tiempo, el espectro de frecuencia y cálculo del valor cuadrático medio de la señal (*rms*).

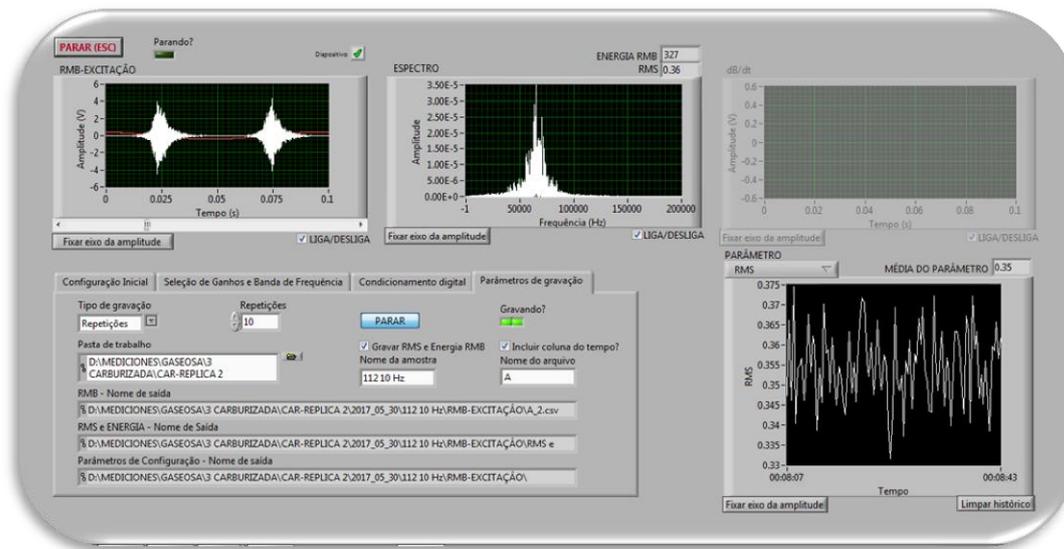


Figura 22. Mediciones de RMB

Se realizaron diez (10) mediciones en cada punto por réplica, para cada estado y cada frecuencia de excitación, fue verificada la variación del RMB entre las diferentes regiones de una misma muestra y se encontró no existieron variaciones significativas para este experimento. Los datos fueron procesados en el dominio del tiempo calculando el valor *rms* y la envolvente de las señales, se definieron estos dos parámetros dado que se reporta buena sensibilidad de estos parámetros a los cambios microestructurales y al estado de tensiones que se obtienen en la cementación (Stupakov, Pal'a, Yurchenko, Tomáš, & Bydžovský, 2008). Ambos parámetros tienen en cuenta tanto el número de eventos de Barkhausen como la amplitud de estos. Primero se compararon los resultados entre las diferentes frecuencias de excitación y dados estos resultados se analizó el efecto de los factores para la frecuencia de 10 Hz, porque presenta buena relación entre la profundidad de donde proviene la información y la sensibilidad a las diferentes microestructuras. Una vez realizado el procesamiento de las señales, mediante el valor *rms* y la envolvente de la señal, se correlacionaron los resultados de la caracterización microestructural con el comportamiento de las señales de RMB y se determinó cómo, el efecto de los factores temperatura, tiempo y composición de carbono afecta los valores característicos de las señales, relacionándolos con la microestructura, la dureza y la profundidad de la capa endurecida.

6. RESULTADOS Y ANÁLISIS

En este capítulo se detallan los resultados obtenidos en cada etapa de la metodología, se muestran los resultados de la caracterización de los materiales en condición de entrega, la caracterización microestructural y por RMB de cada uno de los tratamientos con cada medio cementante y los análisis de los resultados se presentan al final de cada sección.

6.1 CARACTERIZACIÓN EN CONDICIÓN SIN TRATAMIENTO

Los resultados de la caracterización mediante composición química, ensayo de dureza y ensayo metalográfico de los materiales en condición de entrega, se exponen en este apartado. La Tabla 13 muestra los resultados de composición química obtenidos mediante espectrometría de emisión óptica.

Tabla 13. Resultados de espectrometría de emisión óptica de los aceros en condición de entrega

| SAE | Fe | C | Si | Mn | P | S | Cr | Mo | Ni | Al | Co | Cu |
|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 1020 | 98,77 | 0,204 | 0,180 | 0,703 | 0,023 | 0,021 | 0,018 | 0,003 | 0,004 | 0,039 | 0,001 | 0,001 |
| 8620 | 97,40 | 0,213 | 0,254 | 0,712 | 0,025 | 0,019 | 0,456 | 0,185 | 0,471 | 0,020 | 0,001 | 0,204 |

El resultado de la Tabla 13 revela que ambos materiales se encuentran en el rango de composición establecido por la ASTM para los aceros AISI/SAE 1020 y 8620, dado que según la norma ASTM el carbono debe estar en un rango entre 0,18 % y 0,23 % el fósforo y el azufre menores a 0,04 y 0,05 respectivamente para ambos aceros, mientras que para el 8620 se espera que el cromo y el níquel entre 0,4 % y 0,7 % y el molibdeno entre 0,15 % y 0,25 %. Se observa una microestructura similar en ambos materiales, compuesta por ferrita y perlita, como se muestra en la Figura 23.

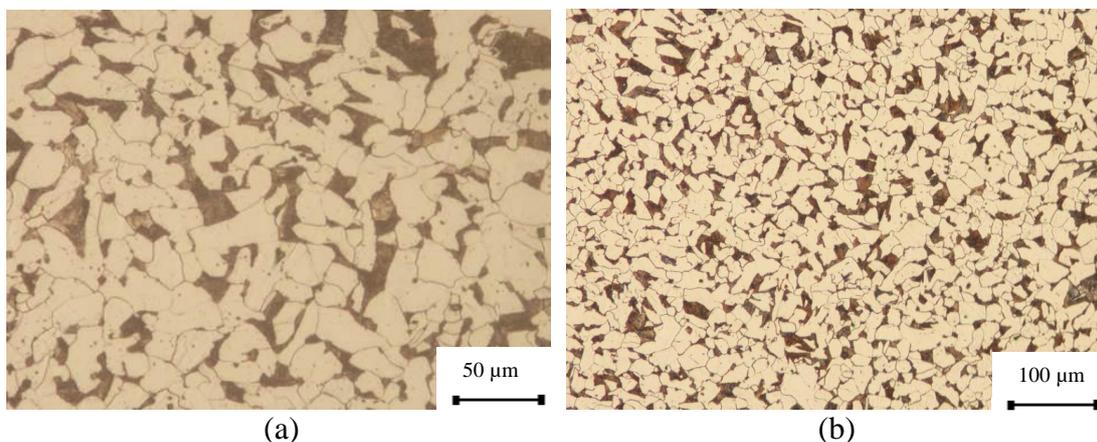


Figura 23. Microestructura de la sección transversal atacada con Nital 2 % para el (a) AISI/SAE 1020 y (b) AISI/SAE 8620

Esta presenta granos equiaxiales de ferrita con una baja cantidad de perlita en toda la sección transversal de la muestra desde la superficie hasta el núcleo, propia de aceros de bajo carbono. En los resultados del ensayo de dureza, se obtuvo una dureza de 122 HV para el acero SAE 1020 y de 170 HV para el acero SAE 8620 con un tamaño de grano ASTM No. 6,5 y 7,0 respectivamente, a pesar que no se aprecia en las micrografías tal vez por la diferencia en los aumentos mostrados, ambos se encuentran en el rango que reporta el proveedor para la condición recocido de estos aceros con el tamaño de grano y la proporción de fase ferrita. Los datos obtenidos de la caracterización mediante RMB, se obtuvieron señales como la mostrada en la Figura 24.

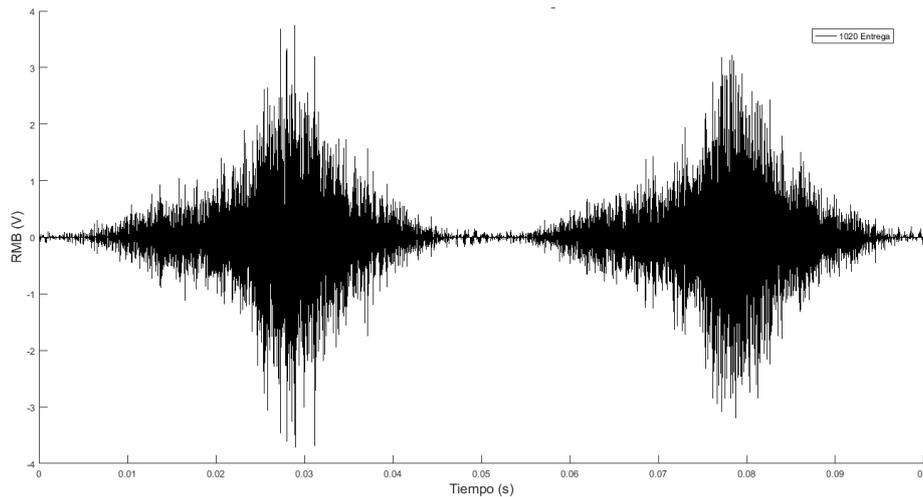


Figura 24. Señal de RMB del acero AISI/SAE 1020 en la condición sin tratamiento

En las ordenadas del gráfico de la Figura 24 se encuentran los valores de voltaje de la señal de RMB y en las abscisas el tiempo en segundos. El procesamiento de los datos se realizó mediante el valor *rms* y las envolventes de las señales. La Figura 25 muestra las envolventes de las señales de RMB para ambos aceros en condición de entrega.

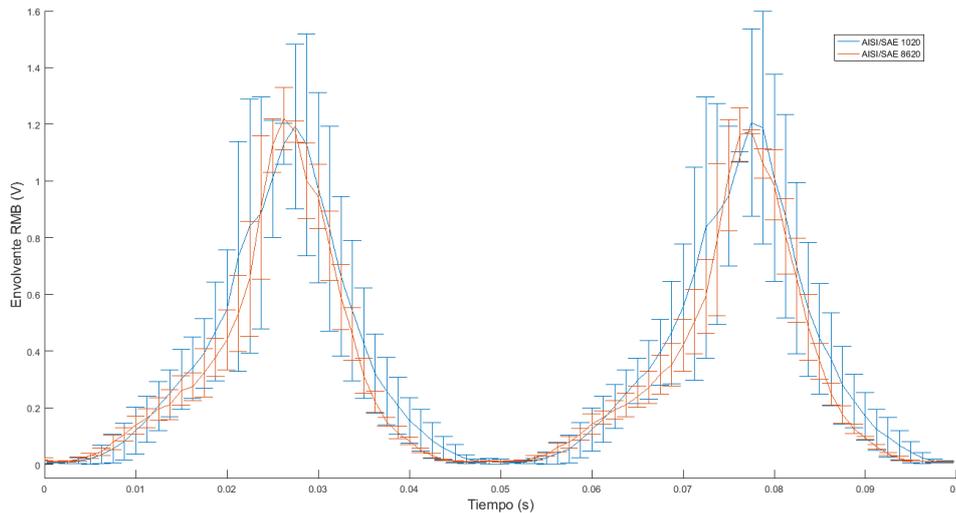


Figura 25. Envolvente promedio de las señales de RMB para ambos materiales en condición de entrega

De la Figura 25 se extrae que el acero SAE 1020 presenta en muchos casos envolvente que tiene mayor amplitud que el SAE 8620 debido al mayor tamaño de grano promedio de las fases al analizar las micrografías, sin embargo el AISI 8620 presenta en muchos de los casos una señal de RMB más ancha, que se interpreta como mayor número de eventos de Barkhausen debido al endurecimiento por solución sólida que generan la mayor cantidad de Cr y Ni como aleantes, aumentando los puntos de anclaje de las paredes de dominio magnético, acorde a lo explicado por Jiles (D.C. Jiles, 2000), sin embargo las envolventes de los aceros AISI/SAE 1020 y 8620 son estadísticamente iguales en la condición sin tratamiento. Por otra parte, los promedios de los valores *rms* de las señales, los cuales fueron de 0,2743 con desviación estándar de 0,0065 para el SAE 1020 y de 0,4511 con desviación 0,01647 para el SAE 8620 revelan las diferencias mencionadas anteriormente. Estos resultados de *rms* y envolvente se tomaron como la condición sin tratamiento para evaluar el efecto de los factores con cada tipo de cementante (sólido, líquido y gaseoso).

6.2 RESULTADOS Y ANÁLISIS PARA CEMENTANTES SÓLIDOS

Se presentan en esta sección los resultados y análisis de la caracterización microestructural y por RMB de las piezas tratadas térmicamente con cementantes sólidos. Estos tratamientos fueron realizados en el acero AISI/SAE 8620 a 900 y 950 °C con tiempos de sostenimiento de 1 y 3 horas, manteniendo constante el potencial de carbono en la atmósfera.

6.2.1 Caracterización Microestructural

La caracterización metalográfica en la condición carburizada reveló que por la presencia de una microestructura completamente perlítica en la superficie, cuyo contenido disminuye a medida que se profundiza, la atmósfera cementante no superó el 0,8 %C. Para la condición templada se aprecia la presencia de martensita en la superficie hasta una determinada profundidad diferente para cada condición de tratamiento, a partir de la cual comienza a aparecer la mezcla de fases. En la condición templada más revenido se observa una martensita revenida, la cual se espera con un mayor alivio de tensiones dado que es el objetivo del revenido. La Figura 26 ilustra las micrografías de cada nivel de tratamiento en la condición carburizado.

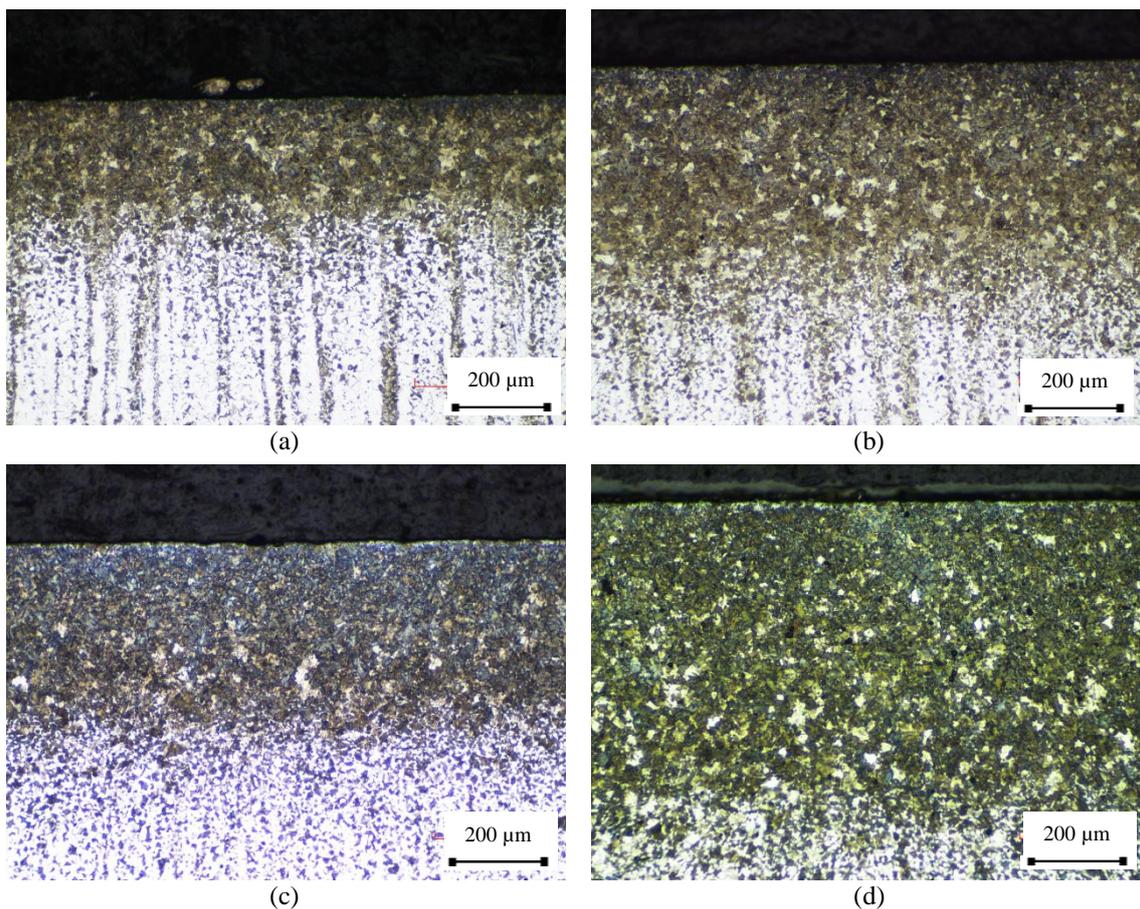


Figura 26. Micrografías ópticas del acero SAE 8620 en condición carburizado con cementantes sólidos (a) 900 °C durante 1 hora, (b) 900 °C – 3 horas, (c) 950 °C – 1 hora y (d) 950 °C - 3 horas

Se observa en la Figura 26 que en la condición carburizado se obtuvo una microestructura con 100 % de perlita en la superficie en las cuatro condiciones de tratamiento y un perfil de decreciente hacia el interior de la muestra diferente para cada combinación de tiempo y temperatura. En la Figura 26a correspondiente a la menor condición de temperatura y tiempo se observa menor profundidad de capa carburizada

que en las otras tres imágenes, esta profundidad aumentó al aumentar el tiempo como se ve en la Figura 26b y al aumentar la temperatura (Figura 26c), pero fue mucho mayor la profundidad alcanzada para el tratamiento de mayor temperatura y tiempo como se observa en la Figura 26c, tal y como se esperaba, acorde a la segunda ley de Fick. Se estableció el tratamiento con los valores bajos de los factores tiempo y temperatura de la Figura 26a como el tratamiento de referencia o condición inicial para evaluar el efecto de cada uno y la interacción entre ellos, nótese que en la Figura 26a y b se observa una estructura de perlita bandeada debido a la rápida velocidad de enfriamiento pero hay que aclarar que este estado carburizado es un estado intermedio que normalmente no se utiliza industrialmente.

En la condición templada se obtuvieron dos zonas microestructurales claramente visibles, en la superficie martensita y en el núcleo una mezcla de bainita, ferrita, ferrita widmännstatten y perlita. En la Figura 27 se muestran las micrografías obtenidas en el SAE 8620 en la condición templada a 950 °C y 3 horas de tratamiento, la Figura 27a muestra una micrografía tomada a una distancia de 50 µm de la superficie y la Figura 27b a 1000 µm, que representan las microestructuras obtenidas en la superficie y en el núcleo respectivamente.

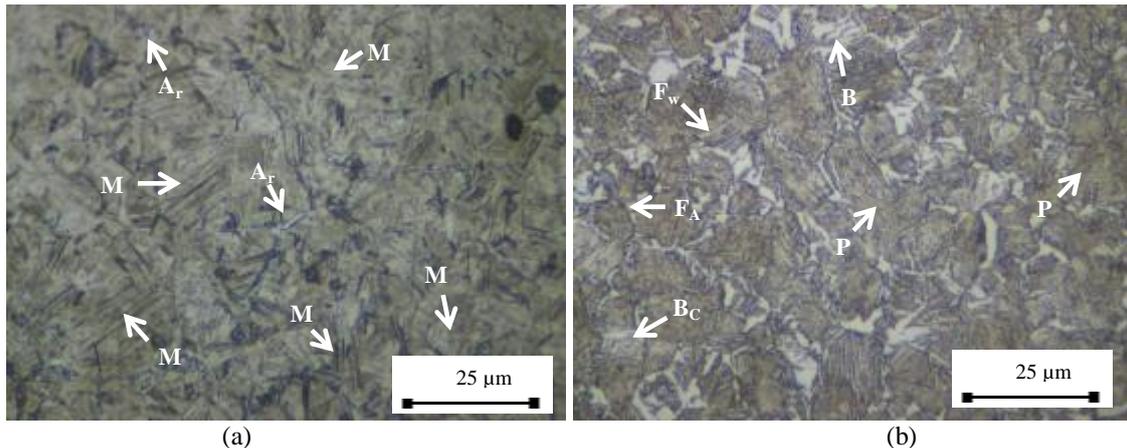


Figura 27. Micrografías ópticas del acero SAE 8620 en la condición templado, (a) en la superficie y (b) en el núcleo

Se observa en la Figura 27a una estructura cercana al cien por ciento de martensita (M) en listones con muy poca presencia de austenita retenida (A_r) mientras que la imagen Figura 27b muestra una estructura compuesta por bainita (B), ferrita widmännstatten (F_w), bainita coalescida (B_c), ferrita alotriomorfa (F_A) en los límites de grano y perlita (P). Se obtuvo un resultado similar para los otros tres niveles de tratamiento. Este tipo de microestructuras es propia de aceros cementados, debido al perfil de composición de carbono que obtiene desde la superficie hasta el material base.

Este perfil de composición ocasiona en la superficie una mayor concentración de átomos de carbono atrapados en la estructura BCC durante el enfriamiento rápido, produciendo una fase martensítica de mayor tensión, esta fase va disminuyendo sus tensiones internas a medida que se va disminuyendo el contenido de carbono y se va profundizando en la pieza, hasta alcanzar la composición de material base donde se requiere velocidades de enfriamiento mucho más altas para obtener martensita, por lo tanto, se forman otras fases como las encontradas en la Figura 27b. Es preciso aclarar que no es común encontrar industrialmente la condición templado, dado que siempre es aplicado un tratamiento térmico de revenido para el alivio de tensiones, en este trabajo se analizaron para relacionar el comportamiento de las señales de Barkhausen en cada una de las etapas de la cementación. La condición que se exige y se utiliza frecuentemente en la industria es la condición cementada, la cual se obtiene después de carburizar, templar y revenir las piezas. La Figura 28 muestra las micrografías obtenidas en la condición cementada del tratamiento a 950 ° C durante 3 horas, en la Figura 28a a 50 μm y la Figura 28b a 1000 μm desde la superficie.

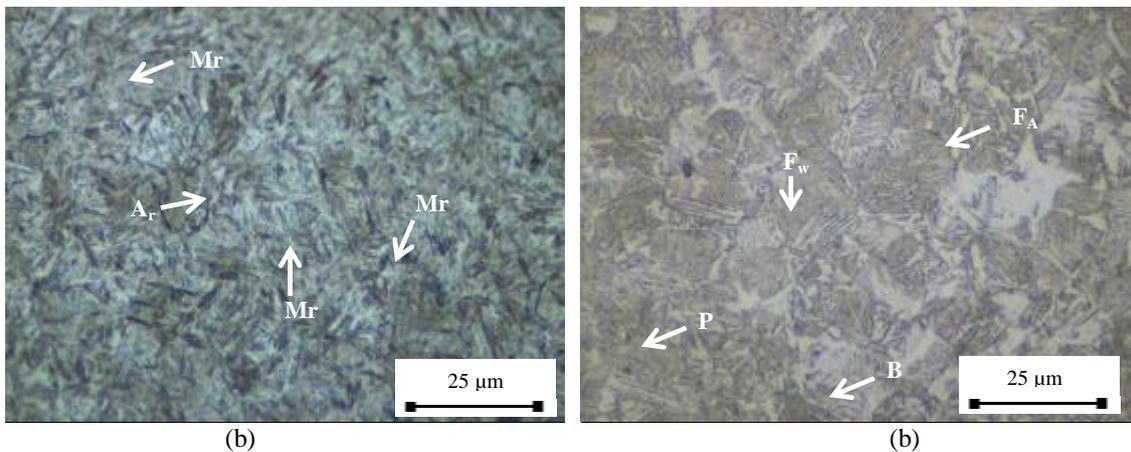


Figura 28. Micrografías ópticas de acero SAE 8620 en la condición cementado, (a) en la superficie y (b) en el núcleo

En la Figura 28a se muestra una microestructura de martensita revenida (Mr) en forma de agujas de menor tamaño que las obtenidas en la condición templado de la Figura 27a y con menor presencia de austenita retenida. Mientras que en el núcleo se muestra una estructura similar a la descrita en la condición templada mostrada en la Figura 28b. Todos los demás niveles de tratamientos presentaron microestructuras similares, a las mostradas en la Figura 28, dado que el contenido de carbono en la superficie fue constante y conseguía alcanzar la composición de saturación de 0,8 % de carbono, antes de iniciar la difusión hacia el interior de la muestra. Las diferencias radicaron en la profundidad de difusión y en la velocidad con la que ingresaron y se

difundieron los átomos, dado que los factores modificados fueron la temperatura y el tiempo, provocando diferencias en la profundidad de capa endurecida, en los perfiles de dureza y de composición. Estos perfiles se utilizaron para la determinación de la profundidad de capa. La Tabla 14 muestra los resultados obtenidos para la profundidad de capa y la dureza tomada en la superficie de la capa cementada para todos los niveles de tratamiento.

Tabla 14. Profundidad de capa y dureza superficial en el acero 8620 con cementantes sólidos.

| Condición | Profundidad de capa cementada (μm) | Desviación estándar | Dureza superficie (HV-Carga 100gF) | Desviación estándar |
|----------------------|---|---------------------|------------------------------------|---------------------|
| 900 °C-1 hora | 467,7 | 10,4 | 753,3 | 27,9 |
| 900 °C-3 hora | 516,6 | 17,0 | 926,5 | 14,0 |
| 950 °C-1 hora | 510,5 | 24,3 | 877,1 | 31,4 |
| 950 °C-3 hora | 783,8 | 32,6 | 883,7 | 22,5 |

En la Tabla 14 la profundidad está relacionada con la temperatura y el tiempo de permanencia seleccionado, mientras que la dureza se relaciona con el porcentaje de carbono contenido en la martensita cerca de la superficie. Dado que se evaluó una sola condición de atmósfera cementante, lo que implica que el potencial de carbono es el mismo y se espera que la superficie tenga la misma dureza. A pesar de que estadísticamente la dureza entre los tres últimos tratamiento de la Tabla 14 son similares dado que las desviaciones estándares entre ellas se entrecruzan no lo son para el primer tratamiento, la razón de estas diferencias se debe a la presencia de una pequeña capa descarburada disímil entre los tratamientos e inherente al proceso de cementación como se aprecia en la Figura 29.

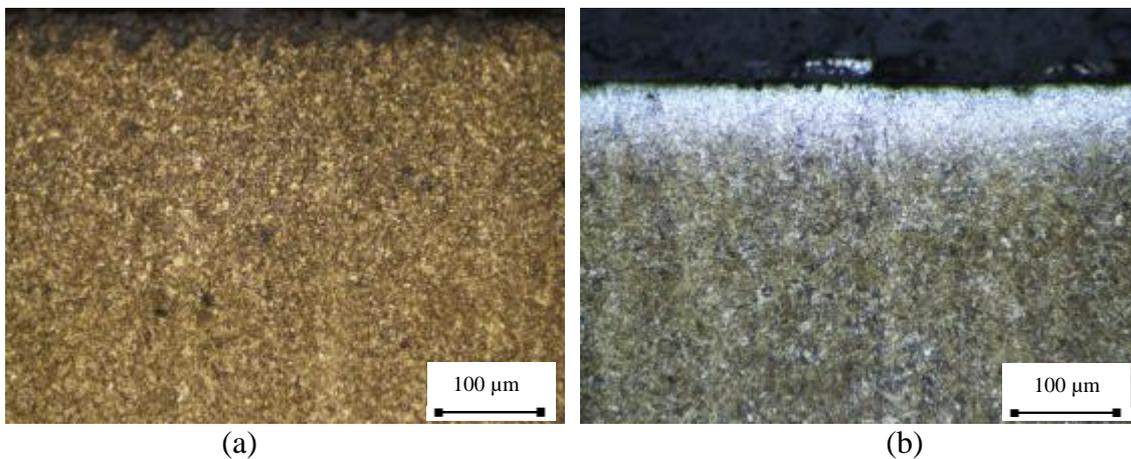


Figura 29. Pequeña capa descarburada en algunas réplicas, (a) sin descarburación, (b) descarburada

En la Figura 29b se muestra una réplica que fue descartada y el tratamiento fue repetido dado el tamaño de la capa descarburada alcanzada.

Los resultados de dureza mostrados en la Tabla 14 demuestran que la capa carburizada en la superficie se encuentra entre 0,7 y 0,8 % de carbono dado que en este rango se consigue la mayor dureza. Los resultados en la profundidad de capa cementada en la Tabla 14 se deben en que el tiempo afecta directamente la profundidad de capa obtenida, dado que se aumenta el tiempo de difusión de los átomos, alcanzando mayores profundidades. Mientras que la temperatura afecta exponencialmente, afectando no solo la difusividad de los átomos de carbono en el hierro (la velocidad con la que estos ingresan) definida en la ley de Fick y en la Ecuación 2, con lo cual se obtiene mayores profundidades de capa endurecida, sino que además provoca crecimiento del grano austenítico durante la carburización y posible oxidación de los contornos de grano. Por otra parte, al aumentar ambos factores al mismo tiempo se obtiene una suma de sus efectos, lo que provocaría la obtención de capas con mayor profundidad, y fue lo obtenido en el tratamiento de mayor temperatura y mayor tiempo. Debido a la mayor temperatura y tiempo de permanencia, se tiene un efecto en el aumento de la profundidad de capa, además del crecimiento de grano austenítico, lo que provoca listones de martensita de mayor tamaño, por lo tanto, menor obstrucción al movimiento de las paredes de dominio magnético. La Tabla 15 muestra la media de los tamaños de granos austenítico previos medidos con el procedimiento descrito en la metodología.

Tabla 15. Tamaño de grano austenítico previo

| Tratamiento | Tamaño de grano austenítico (μm) | Desviación estándar |
|----------------------|---|----------------------------|
| 900 °C-1 hora | 9,72 | 2,14 |
| 900 °C-3 hora | 11,5 | 1,70 |
| 950 °C-1 hora | 12,36 | 3,09 |
| 950 °C-3 hora | 13,9 | 2,56 |

De la Tabla 15 se extrae que el mayor tamaño de grano austenítico previo se obtuvo en el tratamiento a 950 °C durante 3 horas, mientras que el menor tamaño de grano se obtuvo con las menores condiciones a 900 °C durante 1 hora, tal y como lo reporta la literatura y se explicó en la fundamentación teórica, una mayor temperatura favorece el crecimiento de grano austenítico al igual que el tiempo de permanencia aunque en menor proporción (ASM Handbook Committee, 1991).

6.2.2 Caracterización Mediante Ruido Magnético De Barkhausen

En esta sección se presentan los resultados del procesamiento de las señales, primero para las diferentes frecuencias de excitación de campo y posteriormente para el efecto de los factores. En esta caracterización se obtuvieron diez mediciones de cada una de las tres réplicas de cada nivel de tratamiento para cada una de las frecuencias seleccionadas (10, 20, 30 y 40 Hz) y se guardaban cuarenta mil datos de cada medición. Estos datos fueron promediados y procesados en MATLAB. La Figura 30 muestra las señales de RMB con una frecuencia de excitación de 10 Hz características de cada tratamiento en la condición cementadas.

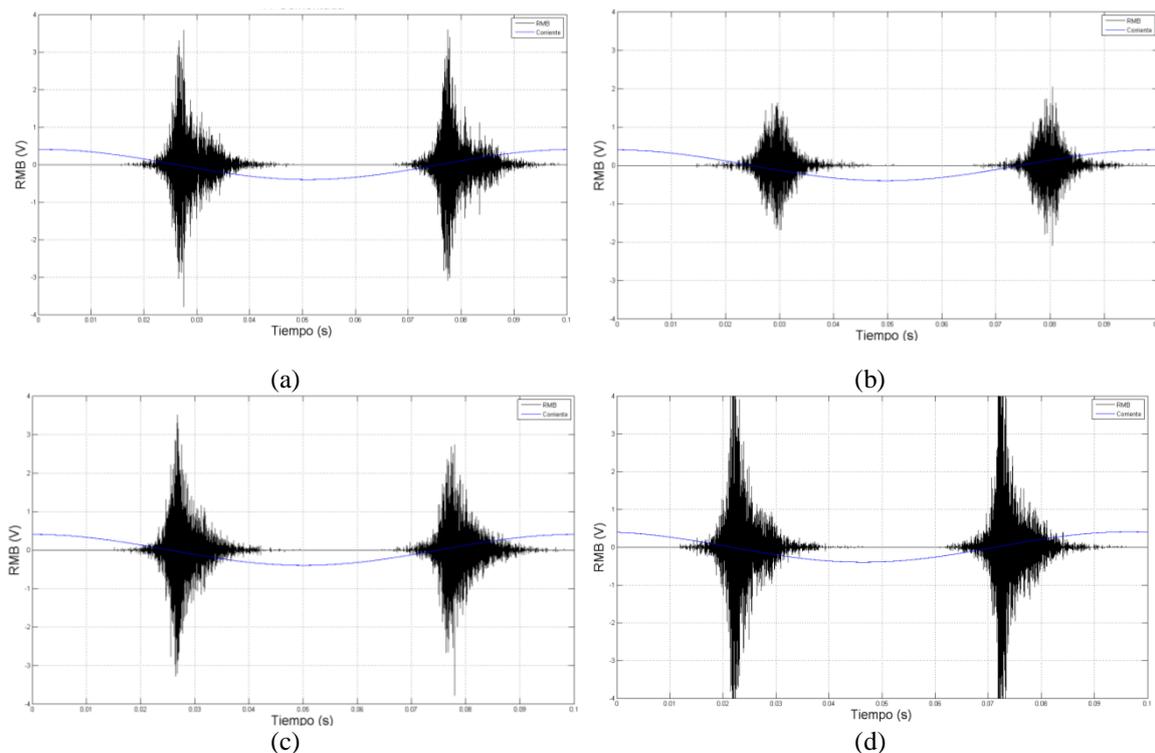


Figura 30. Señales de RMB obtenidas a 10 Hz para cada nivel de tratamiento térmico superficial con cementantes sólidos en condición cementada (a) 900 °C, 1 hora, (b) 900 °C, 3 horas, (c) 950 °C, 1 hora, (d) 950 °C, 3 horas

La Figura 30 advierte diferencias significativas en la amplitud, número de eventos, valor y posición de pico máximo, así como la presencia o no de segundos picos atribuida a segundas fases (por ejemplo, perlita), de las señales para cada nivel de tratamiento, revelando sensibilidad de la técnica a los factores. Se observa también que la gráfica de la Figura 30b correspondiente a la menor temperatura y mayor tiempo de permanencia durante la carburización es la que presenta menor amplitud de la señal, mientras que la gráfica de la Figura 30d correspondiente a los tratamientos de mayor temperatura y mayor tiempo de permanencia presenta la mayor amplitud de todas como

se ve reflejado en los valores *rms* de las señales, esto se debe a factores como el crecimiento de grano austenítico previo, la profundidad de capa endurecida, al perfil microestructural, de composición y microdureza obtenido. Antes de evaluar el efecto de los factores temperatura y tiempo de permanencia durante la carburización se realizó un análisis para el efecto de las frecuencias de excitación de campo magnético.

6.3.2.1 Análisis para las frecuencias de excitación de campo magnético

Para los análisis de las frecuencias de excitación se calculó el valor *rms* promedio entre las réplicas de las señales de RMB de cada nivel de tratamiento y para cada frecuencia de 10, 20, 30 y 40 Hz. En la Figura 31 se comparan los valores *rms* promedios y las desviaciones del total de las mediciones en las *n* muestras de cada tratamiento obtenidos con cada frecuencia de excitación en las cuatro condiciones evaluadas para la cementación sólida del acero 8620, se evaluó la variación del RMB entre las diferentes regiones de la misma muestra y se encontró desviaciones estadares bastante pequeñas en relación a los diferentes tratamientos. En la mayoría de los casos se consiguió diferenciar tanto las diferentes frecuencias de excitación de campo magnético como cada tratamiento térmico realizado a pesar que las mediciones se realizaban en puntos y direcciones diferentes en la misma muestra.

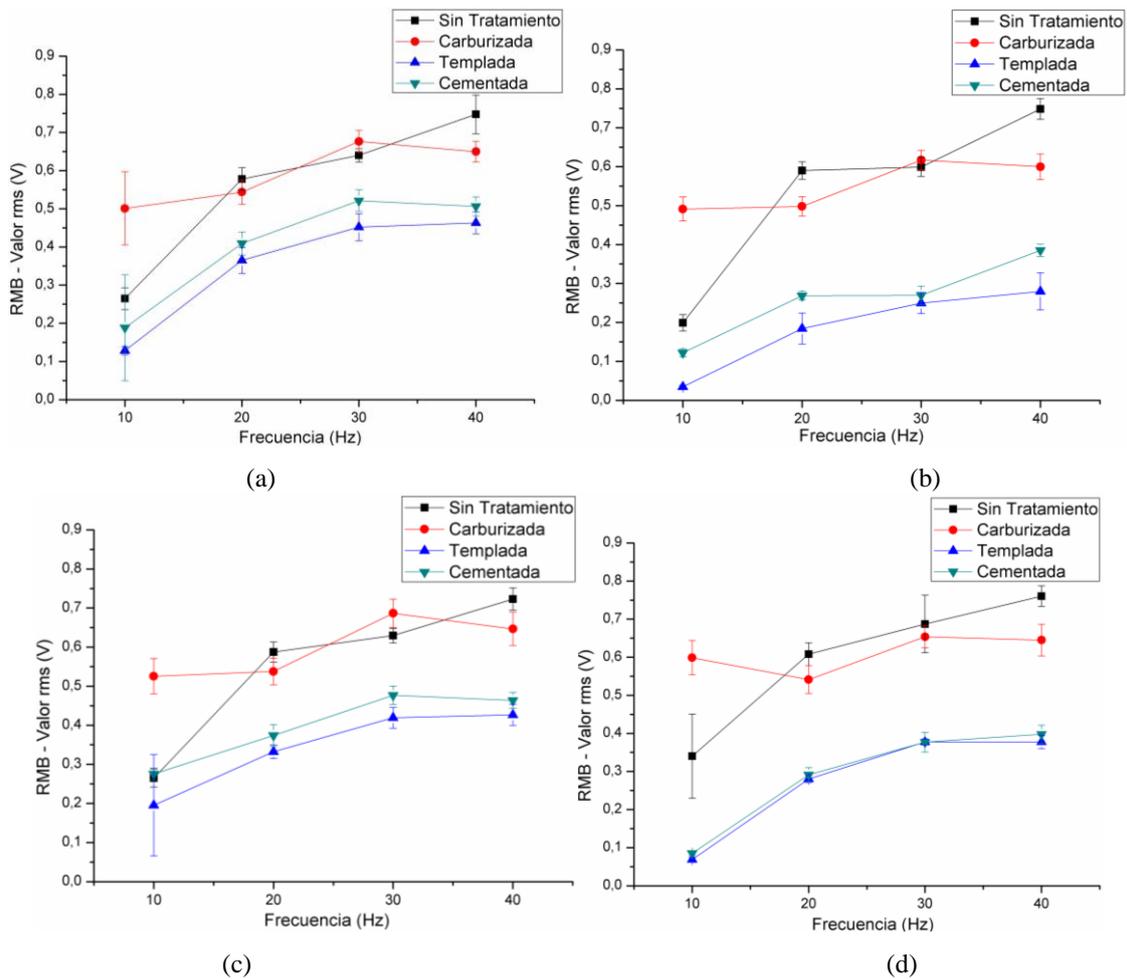


Figura 31. Valores *rms* versus frecuencias de excitación para los tratamientos (a) 900 °C, 1 hora, (b) 900 °C, 3 horas, (c) 950 °C, 1 hora y (d) 950 °C, 3 horas

Se resalta en los gráficos de la Figura 31 que se conserva la tendencia de los datos obtenidos en cada experimento, lo que asegura una replicabilidad de los resultados y confiabilidad de la técnica. Se observa en todos los gráficos de la Figura 31 que la condición carburizado presenta mayores valores *rms* que la condición de entrega para la frecuencia de excitación de 10 Hz, esto se debe a que a bajas frecuencias de excitación la información proviene de zonas más profundas (D.C. Jiles, 2000) lo que sugiere que la señal contiene información de la capa, y tal vez influencia del núcleo, y estas zonas después de la carburización presentan la misma microestructura perlítica-ferrítica del estado de entrega pero con mayor tamaño de grano austenítico previo por causa de la exposición sostenida a altas temperaturas. Mientras que para la frecuencia de 40 Hz los valores *rms* de las señales en la condición carburizado se conservan menores que al estado de entrega porque a mayores frecuencias la información proviene de zonas más cerca de la superficie (D.C. Jiles, 2000). La profundidad donde se originan los impulsos magnéticos dependen de la frecuencia de excitación del campo magnético, la

permeabilidad magnética y la conductividad eléctrica del material y en la condición carburizado estas zonas presentan mayor cantidad de carbono, lo que provoca mayor presencia de perlita y mayor dureza comparado con la condición de entrega, esto ocasiona una disminución en la amplitud de las señales de RMB porque los puntos de anclaje de las paredes de dominio magnético se encuentra más cerca (David C. Jiles, 2000).

Además, cuando se comparan las condiciones sin tratamiento y carburizadas con las condiciones templadas y cementadas en los gráficos de la Figura 31, se observa una caída abrupta de la señal de Barkhausen, esto sucede por el cambio de fase, el material pasa de tener una microestructura ferrítico-perlítica a martensita en la condición templada y cementada, es decir, de un constituyente libre de tensiones a una fase de mayor tensión residual, lo que junto con la estructura cristalina, la morfología y la dureza generan un comportamiento inverso, a mayor dureza menor actividad de RMB (Blaow, Evans, & Shaw, 2005).

La martensita es una fase mucho más dura con mayor presencia de tensiones internas producidas por el carbono que se encuentra atrapado dentro de la estructura cristalina; entre mayor sea la cantidad de carbono mayor las tensiones internas y menor la amplitud de las señales de RMB (Medina, 2008). La fase martensita provoca señales de RMB de menor amplitud que la ferrita y la perlita, por la mayor densidad de dislocaciones que se traducen en mayores puntos de anclaje de las paredes de dominio lo que disminuye a su vez el número de eventos de RMB. Dentro de la fase martensita es muy alta la resistencia al crecimiento de los dominios magnéticos debido a que las paredes del dominio están ancladas por la alta densidad de dislocación en los listones de martensita (Blaow et al., 2005).

La inversión de la magnetización requiere un campo magnético fuerte, los desplazamientos de las paredes del dominio son cortos, y es difícil crear nuevos dominios; por lo tanto, el pico de RMB resultante es muy débil y está situado en un campo magnético relativamente alto, como lo reporta C. H. Gür y İ. Çam (Gür & Çam, 2007). Un resultado esperado fue el aumento de la respuesta RMB al pasar la condición templado al cementado, esto es coherente debido a que el revenido es un tratamiento cuyo objetivo es adecuar la microestructura martensítica del temple, lo cual se refleja en una disminución de tensiones residuales producidas durante el temple, entonces se esperaría menor cantidad de obstáculos al movimiento de las paredes de dominios magnéticos y mayor distancia entre los puntos de anclaje.

Otro aspecto importante es que a pesar de que cada estado aporta a su modo en el comportamiento de la señal, a nivel industrial interesa la condición cementado (templado más revenido) por lo tanto, se comparan los valores *rms* de las señales en las condiciones sin tratamiento y cementado; estos son significativamente diferentes, sobre todo para mayores frecuencias de excitación. Los gráficos de la Figura 32 evidencian el comportamiento de los valores de *rms* de las señales de RMB del acero AISI 8620 con las frecuencias de excitación de 10, 20, 30 y 40 Hz para estas dos condiciones.

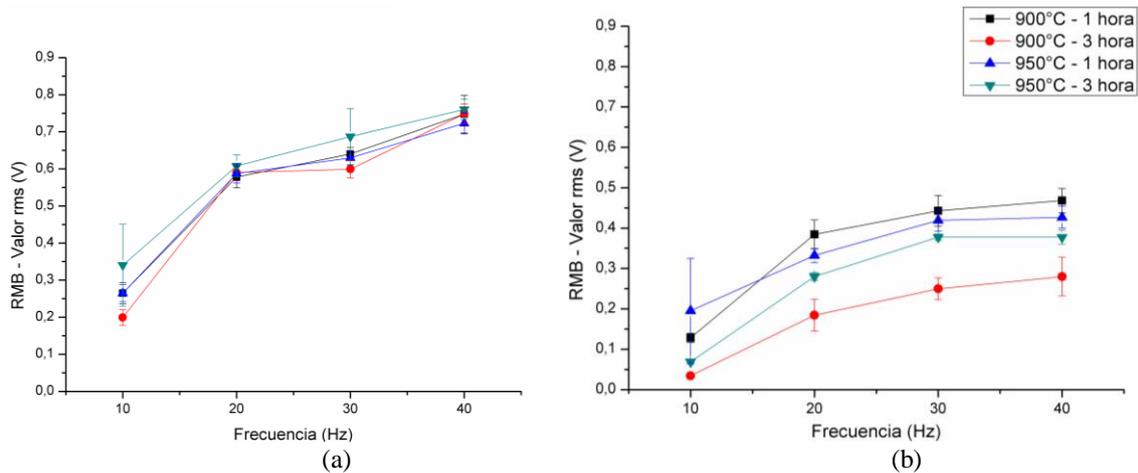


Figura 32. Comparación de los valores *rms* vs la frecuencia de excitación para cada uno de los niveles de tratamientos del AISI/SAE 8620 en las condiciones, (a) sin tratamiento y (b) cementado

En la condición sin tratamiento mostrado en la Figura 32a, se deduce que no existe diferencia estadística entre las mediciones de RMB de las cuatro muestras, dado que se entrecruzan las barras de desviación estándar, esto fue lo esperado porque las cuatro muestras provienen del mismo acero, mientras que en la condición cementado presentado en la Figura 32b, se advierte que las variables temperatura y tiempo que caracterizan cada tratamiento y producen espesores de capa, microestructura, perfiles de composición y perfiles de dureza diferentes para cada condición, son reflejados en el valor *rms* del RMB. Se extrae de la Figura 32b que siempre que se aumenta la temperatura, el tiempo de permanencia o ambos factores a la vez, los valores *rms* de las señales de RMB disminuyen excepto para el tratamiento a 950 °C durante una hora con frecuencia de excitación de 10 Hz cuya desviación estándar fue muy alta. Este se debe a que en todos los casos se aumentó la profundidad de capa cementada y con ello los perfiles de composición, microestructura y microdureza, pero por mecanismos diferentes. Cuando se modifica el tiempo a una misma temperatura se modifica la profundidad de capa porque los átomos se difunden por más tiempo, mientras que cuando se cambia la temperatura a un mismo tiempo se modifica la velocidad de

difusión o entrada de los átomos y la capa endurecida aumenta si se incrementa la temperatura, como se explicó en la fundamentación teórica. Se destaca en la Figura 32b que es más significativo el cambio en la respuesta del RMB medido a través del *rms* y la envolvente, cuando se presentan modificaciones el tiempo a una misma temperatura, que cuando se modifica la temperatura a un mismo tiempo, a pesar que la composición en la superficie fue constante, y se esperó una morfología similar de la martensita en la superficie, lo que indica que los valores *rms* de las señales de RMB son sensibles a las diferentes profundidades de capa endurecida, al perfil de microdureza y al perfil de composición.

Además, si se aumenta la profundidad de capa cementada mediante el aumento de la temperatura, la señal de RMB disminuye valores menores que con el aumento del tiempo bajo las mismas condiciones de composición y medio de enfriamiento, debido al mayor crecimiento de grano austenítico previo que provoca menor concentración de defectos cristalinos a pesar que el estado de tensiones internas debió aumentar por el mayor choque térmico con el medio de enfriamiento.

Por otro lado, los tratamientos a 900 °C – 3 horas y 950 °C – 1 hora presentan la misma profundidad en términos estadísticos, pero diferentes valores *rms* en las señales de RMB debido a que a la profundidad de donde provienen las señales de RMB en ambos tratamientos presentan diferente contenido de carbono, por lo tanto, diferentes durezas, que modifican el estado de tensiones internas y la morfología de las fases.

6.3.2.2 Resultados y análisis de los valores rms de las señales de RMB para los cementantes sólidos

Considerando que se presentan diferencias significativas a partir de una frecuencia de excitación de 10 Hz, se decidió utilizar esta frecuencia para el análisis de los valores *rms* de las señales de RMB, no obstante, se realizó análisis estadístico para las frecuencias de 40 Hz. A las señales obtenidas con la frecuencia de 10 Hz se les calculó el valor *rms*, el cual se muestra en la Tabla 16. Es importante aclarar que los valores *rms* correspondientes a la condición sin tratamiento pertenecen a muestras provenientes de la misma barra y que, por lo tanto, se muestran con valores de referencias para cada condición de tratamiento.

Tabla 16. Valores *rms* de las señales para cada tratamiento del AISI/SAE 8620 en condición de entrega, carburizado y templado con cementantes sólidos

| Tratamiento | Sin tratamiento | | Carburizada | | Templada | |
|----------------------|-----------------|---------------------|----------------|---------------------|----------------|---------------------|
| | <i>rms</i> (V) | Desviación estándar | <i>rms</i> (V) | Desviación estándar | <i>rms</i> (V) | Desviación estándar |
| 900 °C-1 hora | 0,45022 | 0,02405 | 0,42173 | 0,01389 | 0,26324 | 0,02508 |
| 900 °C-3 hora | 0,44916 | 0,00912 | 0,38001 | 0,01072 | 0,10903 | 0,02753 |
| 950 °C-1 hora | 0,43677 | 0,01029 | 0,43788 | 0,01709 | 0,23263 | 0,00739 |
| 950 °C-3 hora | 0,46794 | 0,02243 | 0,43208 | 0,03264 | 0,18226 | 0,00637 |

En la Tabla 17 se presentan los resultados para la muestra del acero 8620 cementado, de las medias, la desviación estándar, el error y la varianza a 10 Hz para las muestras en condición cementado. Donde SEM es el error estándar de la media de los datos.

Tabla 17. Valores *rms* de las señales para cada tratamiento en condición cementado

| Tratamiento | Media <i>rms</i> (V) | Desviación estándar | SEM | Varianza |
|----------------------|----------------------|---------------------|---------|----------|
| 900 °C-1 hora | 0,29662 | 0,02348 | 0,00553 | 5,51E-04 |
| 900 °C-3 hora | 0,26924 | 0,01404 | 0,00331 | 1,97E-04 |
| 950 °C-1 hora | 0,17326 | 0,00488 | 0,00115 | 2,38E-05 |
| 950 °C-3 hora | 0,19928 | 0,00532 | 0,00177 | 2,83E-05 |

La baja desviación estándar de los datos mostrados en la Tabla 16 y Tabla 17 entre las muestras y las réplicas revelan alta replicabilidad y reproducibilidad del experimento y la equivalente tendencia de los resultados de cada experimento por separado sugiere alta sensibilidad de la técnica a los cambios microestructurales, de dureza y de composición asociados a cada profundidad de capa endurecida obtenida con las diferentes condiciones de tratamientos térmicos, como se observa en la Figura 33.

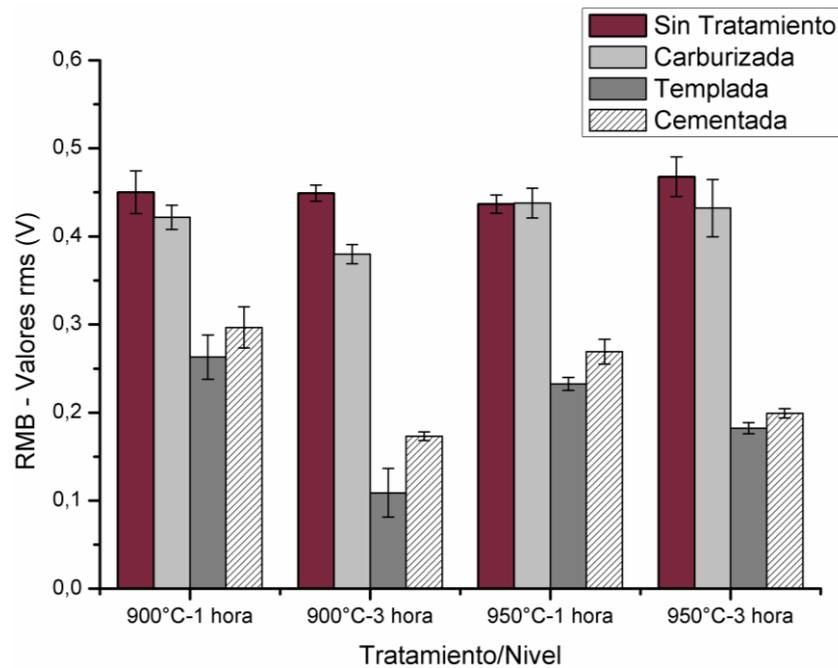


Figura 33. Valores *rms* de las señales de RMB de cada tratamiento en cada condición

En la Figura 33 se advierten dos grandes tendencias en los resultados; los correspondientes a las condiciones sin tratamiento y carburizada que presentan una estructura ferrítica perlítica y a las condiciones de temple y temple más revenido con una estructura martensítica. La diferencia en la condición carburizada se debe a que el RMB fue sensible a la microestructura y a las profundidades de capa obtenidas, este resultado se torna más significativo al endurecer esta capa. El aumento de los valores *rms* de todas las muestras en condición cementada se debe a alivio de tensiones provocadas por el revenido de la capa templada, como se explicó anteriormente. En la Figura 34 se presenta un gráfico comparativo entre los valores *rms* de la señal de RMB y la profundidad de capa endurecida.

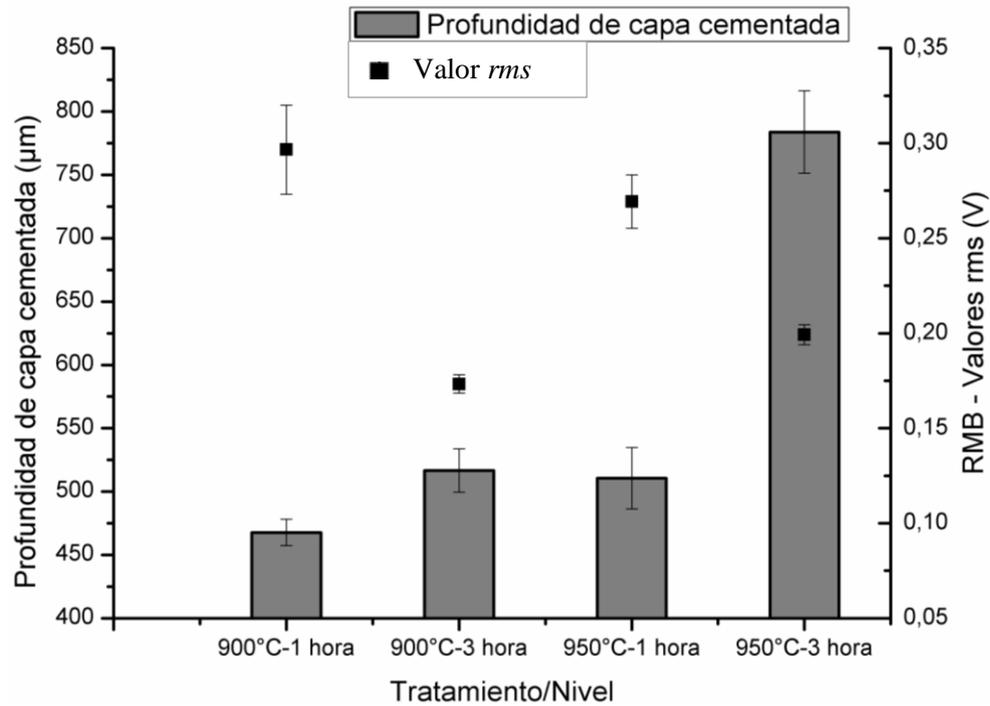


Figura 34. Relación entre la profundidad de capa cementada y los valores *rms* del RMB a 10 Hz para el AISI/SAE 8620

En la Figura 34 como se determinó en el análisis microestructural se observa que a mayor tiempo, temperatura de carburización o interacción entre ellas, se obtiene mayor profundidad de capa cementada, y que a mayor profundidad menor es la señal de RMB, pero no de manera equivalente para ambos factores. Se obtuvieron mayores profundidades de capas cementadas al aumentar, la temperatura, el tiempo y ambos a la vez, esto es acorde a la segunda ley de Fick, sin embargo, los resultados de los valores *rms* de las señales revelan las diferencias en los perfiles microestructurales, de composición y de dureza que se obtienen al aumentar solo uno de ellos o conjuntamente. Las diferencias de las señales de RMB y la similitud en la profundidad de capa endurecida entre los tratamientos a 900 °C - 3 horas y 950° - 1 hora, sugiere que la técnica RMB está siendo sensible a la diferencia de tamaño de grano austenítico previo encontrado en las micrografías. Otro factor que afectó la respuesta de Barkhausen, aumentando las emisiones de RMB, fue la presencia de pequeñas capas descarburadas en algunas muestras debidas al tiempo que tomó la evacuación de los gases explosivos, pero dado que estas capas son muy pequeñas y que no se utilizaron bajas frecuencias de excitación, no se consideró significativa. Para analizar los resultados de la Tabla 17 se seleccionó un diagrama de caja y bigotes como el presentado en la Figura 35.

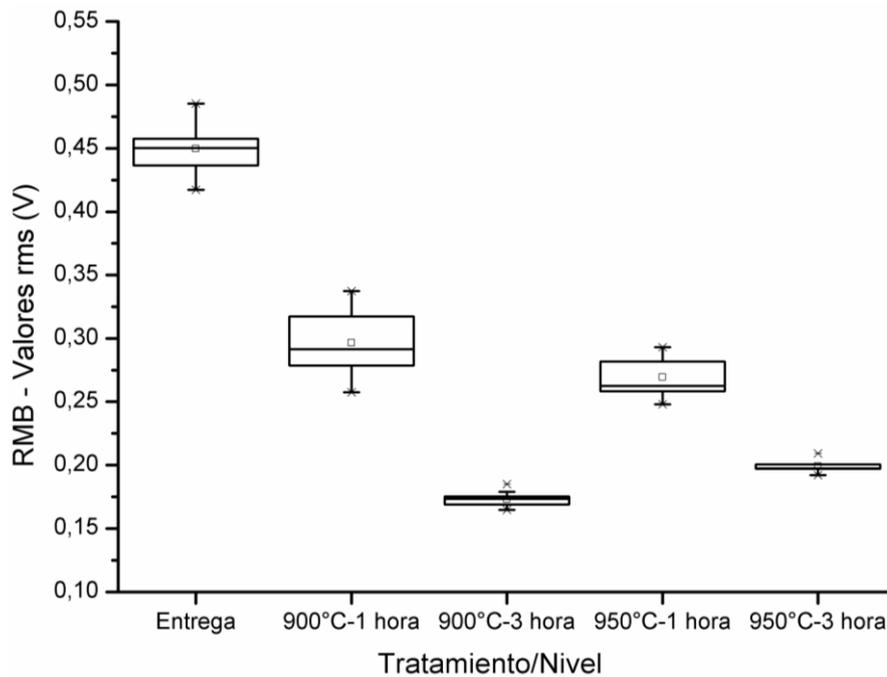


Figura 35. Diagrama de caja y bigotes para los valores *rms* a 10 Hz del acero AISI 8620 en la condición cementado en medio sólido

Se observa en la Figura 35 mayor dispersión de los datos para la condición sin tratamiento que para las piezas tratadas térmicamente, también se observan valores atípicos en el tratamiento a 900 °C - 3 hora y en el de 950 °C - 3 hora debido a diferencias en las réplicas. Además, se observa que la media de los valores *rms* de las señales de RMB en la condición cementado, no son iguales, para los diferentes tratamientos a pesar que están muy cerca los valores de desviación estándar entre los tratamientos a 900 °C y 950 °C con el mismo tiempo (1 hora). Se seleccionó el tratamiento (900 °C - 1 hora) de menor tiempo y menor temperatura como la condición de referencia y se comparó con cada una de las otras tres condiciones para evaluar el efecto de cada factor, así; para el efecto del tiempo con el tratamiento a (900 °C- 3 hora); se observó que los valores *rms* de las señales de RMB disminuyen, esto se debió, a que la microestructura martensítica de donde se originaron las señales, se encuentra con mayor contenido de carbono, producto de un aumento en el tiempo de permanencia durante la carburización, lo que provocó una mayor profundidad de capa cementada como se observó en la Figura 34, este carbono modifica la morfología de la martensita aumentando las tensiones internas y la dureza, por lo que el número de eventos de RMB se ve disminuido dado que las paredes de dominio magnético se encuentran ancladas al mayor número de dislocaciones asociadas a los listones de martensita, esta disminución causa una señal más angosta en la base, como se observa en la Figura 36.

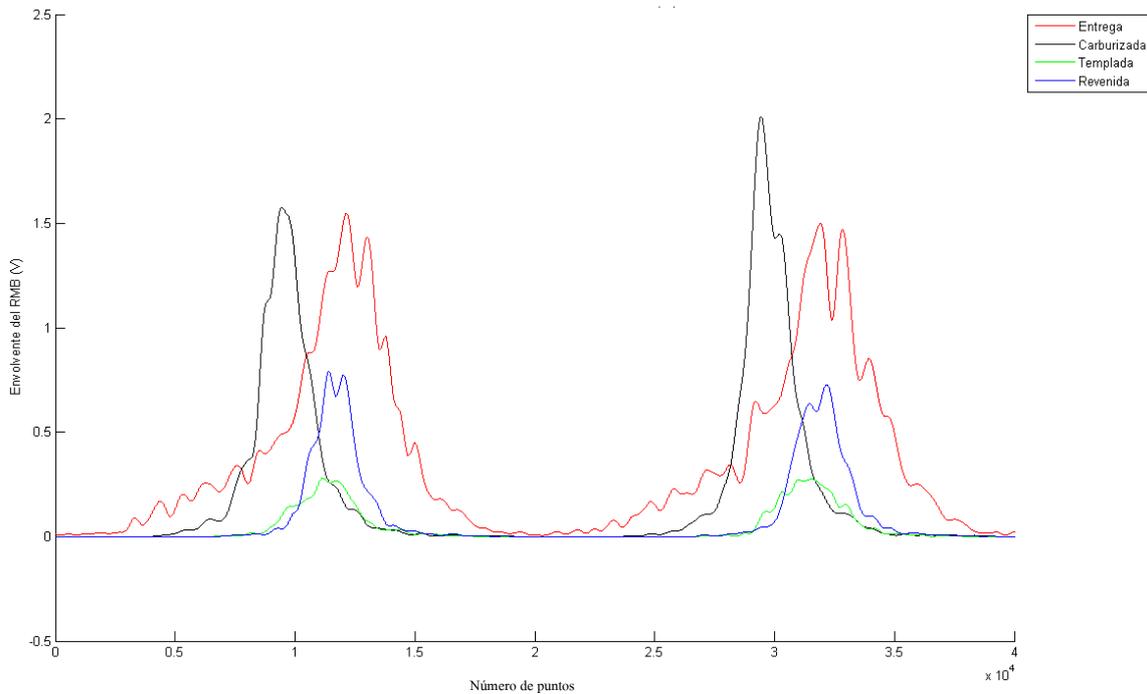


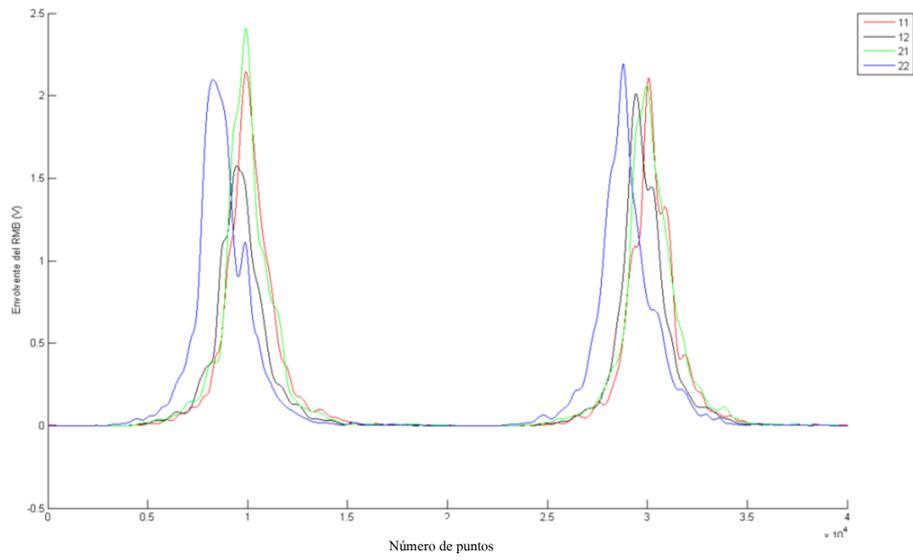
Figura 36. Envolventes de las señales de RMB del acero 8620 austenizado a 900 °C durante 3 horas en medio sólido

En la Figura 36 se presentan las envolventes de las señales de RMB en las condiciones sin tratamiento, carburizada, templada y templada más revenido del acero 8620 austenizado a 900 °C durante 3 horas en medio sólido, en ella se observa el comportamiento de las señales en cada condición, y se extrae que según estas curvas las condiciones revelan diferencias en la amplitud, el número de eventos de RMB, valor y posición de pico máximo, lo cual se ve reflejado en los valores de *rms* de las señales. En todos los tratamientos se presentó una señal más angosta y de mayor amplitud en la condición carburizado que en la condición sin tratamiento y de muy baja amplitud para la condición templada con respecto a las condiciones sin tratamiento y carburizada, la cual aumenta después del revenido debido al alivio de tensiones, como se observó en la Figura 33.

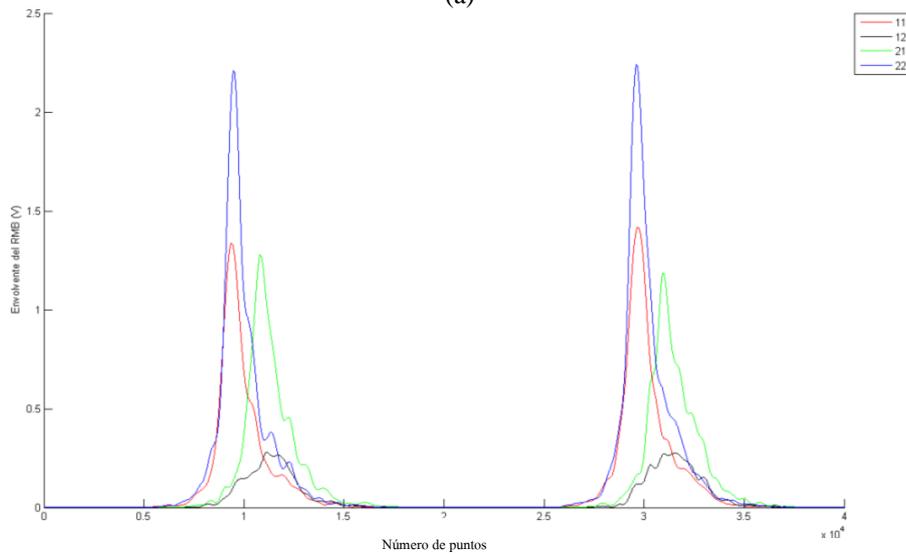
Al comparar con el tratamiento a 950 °C – 1 hora se encontró que la señal debía disminuir por una razón similar a la explicada en el tratamiento a 900 °C – 3 horas, pero esta razón compite paralelamente con el crecimiento de grano austenítico previo producto de una mayor temperatura de austenización que a su vez aumenta la respuesta de RMB dado la mayor distancia entre los sitios de anclaje de las paredes de dominio, lo que causa que el valor *rms* promedio de la señal para el tratamiento 21 disminuya pero no tanto como el tratamiento 12,

Por último al comparar con el tratamiento a 950° - 3 horas estos dos fenómenos compitieron paralelamente obteniéndose una disminución en el valor *rms* promedio superior al tratamiento 950°C - 1 hora pero menor al tratamiento 900°C - 3 horas, lo que indica que para estos rangos de temperatura y tiempo y para esta frecuencia de excitación es más significativo el efecto del tiempo que el efecto de la temperatura, para visualizar mejor estos resultados se comparan en la Figura 37 las envolventes de los cuatro tratamientos en las tres condiciones sin tratamiento, templada y templada más revenido.

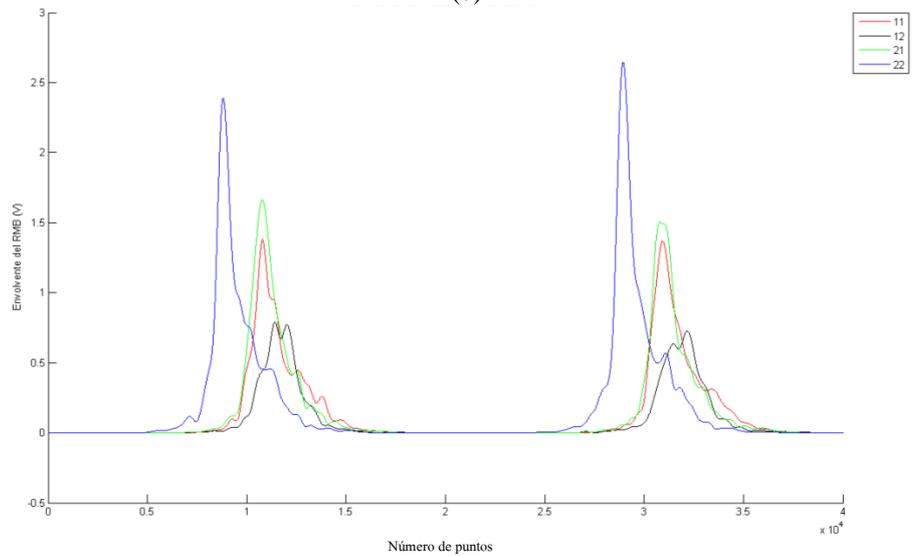
El gráfico de la Figura 37a revela similitudes entre las amplitudes en la condición sin tratamiento, lo cual es esperado dado que las muestras seleccionadas provienen de la misma barra de acero, las pequeñas diferencias observables se deben al número de defectos cristalinos que varía al interior de la misma barra. En la condición templada del gráfico en la Figura 37b se aprecian diferencias significativas pero en la condición templada más revenido de la Figura 37c se percibe mucha similitud entre el tratamiento 11 y el 21 en la amplitud, el número de eventos de RMB y la posición de pico máximo.



(a)



(b)



(c)

Figura 37. Envolvente de las señales de RMB de los cuatro tratamientos en las condiciones (a) sin tratamiento, (b) templado y (c) templado más revenido

Para verificar estos resultados se aplicó un análisis de varianza (ANOVA) de dos factores, el cual permitió contrastar la hipótesis nula de que las medias de todos los tratamientos son iguales, frente a la hipótesis alternativa de que por lo menos uno de los tratamientos difiere de los demás, y los resultados se presentan en la Tabla 18.

Tabla 18. Resultados ANOVA para los valores *rms* de las señales de RMB a 10 Hz en las muestras con cementantes sólidos

| Fuente de Variación | Grados de libertad | Suma de cuadrados | Cuadrado medio | F ₀ | Valor P |
|---------------------|--------------------|-------------------|----------------|----------------|------------|
| Tiempo | 1 | 0,13456 | 0,13456 | 594,44617 | 0 |
| Temperatura | 1 | 6,61511E-6 | 6,61511E-6 | 0,02922 | 0,86485 |
| Interacción | 1 | 0,01027 | 0,01027 | 45,35045 | 7,60946E-9 |
| Modelo | 3 | 0,16821 | 0,05607 | 247,69654 | 0 |
| Error | 59 | 0,01336 | 2,26362E-4 | | |
| Total | 62 | 0,18156 | | | |

Dados los valores P de la Tabla 18 se deduce que: Las medias poblacionales para el efecto del tiempo y la interacción de ambos factores son significativamente diferentes en el 95 % de los casos, lo cual sugiere que para ambos casos se rechaza la hipótesis nula y el alto valor del estadístico F₀ confirma esta afirmación, es decir que el RMB consigue diferenciar los cambios microestructurales y de profundidad de capa endurecida siempre que se modifique el tiempo de permanencia o el tiempo y la temperatura. Mientras que las medias poblacionales para el efecto de la temperatura no son significativamente diferentes, es decir se acepta la hipótesis nula. Esto apunta a que el RMB no es sensible al cambio en la microestructura y la profundidad de capa cementada al modificar la temperatura de austenización durante la carburización del acero 8620 en este rango de temperaturas y para esta frecuencia de excitación de campo, pero el bajo valor de F₀ de tan solo 0,029 no confirma esta afirmación, lo que indica que esto puede o no ser así.

Una posible causa de estos resultados pudo ser la selección de la frecuencia de excitación de campo magnético escogida, ya que a bajas frecuencias mayor la profundidad de donde proviene la información, y según las conductividad eléctrica y la permeabilidad magnética del material esta puede alcanzar la estructura del material base. Dado que para una frecuencia de excitación de 10 Hz se estimó una mayor profundidad de origen de los impulsos de RMB que para una frecuencia de excitación de 40 Hz, se optó por realizar el cálculo de la ANOVA para una frecuencia de 40 Hz, utilizando los valores de la Tabla 19.

Tabla 19. Valores *rms* de las señales de RMB para las frecuencias de excitación de 40 Hz

| Tratamientos | 40 Hz | Desviación estándar |
|---------------|---------|---------------------|
| 900 °C-1 hora | 0,50903 | 0,02498 |
| 900 °C-3 hora | 0,38665 | 0,01526 |
| 950 °C-1 hora | 0,46594 | 0,02021 |
| 950 °C-3 hora | 0,39772 | 0,02369 |

En la Tabla 20 se presenta los resultados de la ANOVA para el análisis mediante *rms* de las señales de RMB con la frecuencia de excitación de 40 Hz.

Tabla 20. Resultados ANOVA para los valores *rms* de las señales de RMB a 40 Hz en las muestras con cementantes sólidos

| Fuente de Variación | Grados de libertad | Suma de cuadrados | Cuadrado medio | F ₀ | Valor P |
|---------------------|--------------------|-------------------|----------------|----------------|-------------|
| Tiempo | 1 | 0,00294 | 0,00294 | 6,47325 | 0,01538 |
| Temperatura | 1 | 0,09299 | 0,09299 | 204,89196 | 2,22045E-16 |
| Interacción | 1 | 0,00673 | 0,00673 | 14,838 | 4,6324E-4 |
| Modelo | 3 | 0,10266 | 0,03422 | 75,40107 | 1,33227E-15 |
| Error | 36 | 0,01634 | 4,53836E-4 | | |
| Total | 39 | 0,119 | | | |

Los resultados presentados en la Tabla 20 demuestran que el RMB es sensible a los cambios en el tiempo, la temperatura y a la interacción de estos para un intervalo de confianza de 0,05, En este caso las medias poblacionales para el efecto del tiempo, la temperatura y la interacción son significativamente diferentes, es decir se rechaza la hipótesis nula y se opta por la hipótesis alternativa para los tres casos, demostrando que si hay un efecto significativo de cada factor sobre la respuesta de Barkhausen.

Estos resultados permiten concluir que mediante los valores *rms* y las envolventes de las señales es posible caracterizar diferencias microestructurales, perfiles de composición y perfiles de microdureza producidos mediante la modificación de los parámetros temperatura de austenización y tiempo de permanencia durante la cementación del acero AISI/SAE 8620 y que se deba seleccionar un intervalo óptimo de frecuencias de excitación para cada rango de profundidades de capa cementadas. Una alternativa para determinar la profundidad de capa cementada mediante la envolvente y los valores *rms* de las señales de RMB, puede ser realizar mediciones con dos frecuencias diferentes; una con alta frecuencia, que arroje información más cerca de la superficie, dentro de la capa y otra de baja frecuencia que la información provenga del núcleo, de ese modo al comparar los dos resultados se determine la profundidad de capa endurecida basados en las diferencias o similitudes de estos dos resultados.

6.3 RESULTADOS Y ANÁLISIS PARA CEMENTANTES LÍQUIDOS

En esta sección se presentan los resultados obtenidos y sus análisis, de la caracterización microestructural y por RMB para los tratamientos térmicos superficiales con cementantes líquidos en los aceros AISI/SAE 1020 y 8620,

6.3.1 Caracterización microestructural para los cementantes líquidos

Se obtuvieron 18 muestras en condición cementadas, 9 para cada tipo de acero, repartidas en 3 réplicas de cada una de las tres temperaturas 3, 4,5 y 8 horas. Las muestras presentaron una composición en la superficie próxima a 0,75 % de carbono, con un perfil de composición de carbono decreciente hacia el interior de las muestras, como lo revela la Figura 38.

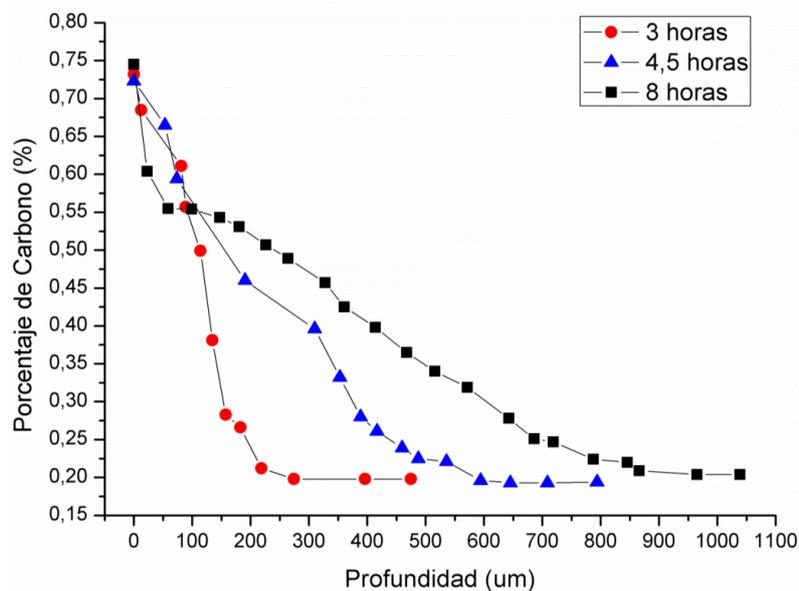


Figura 38. Perfil de composición para los tres niveles del acero 8620

La Figura 38 muestra el perfil de carbono vs profundidad desde la superficie de la pieza, correspondiente a cada tiempo de carburización para una de las tres réplicas, todas las réplicas arrojaron un perfil semejante al mostrado en la Figura 38. Estos perfiles de composición indujeron unos perfiles de fases microestructurales asociados a perfiles de microdureza. Se observa que a mayor tiempo de permanencia durante la carburización se obtiene mayor profundidad de capa cementada, tal y como lo indica la segunda ley de Fick y las ecuaciones de difusión. La profundidad de capa endurecida efectiva se limitó a aquella con una composición superior a 0,35 % de carbono como se

explicó en la sección 2.1, de este modo se promedió la profundidad de capa cementada entre todas las réplicas y los resultados se presentan en la Tabla 21.

Tabla 21. Profundidad de capa endurecida para cada tratamiento con cementantes líquidos

| Nivel | Profundidad (μm) | | | |
|-------|-------------------------------|---------------------|------|---------------------|
| | 8620 | Desviación estándar | 1020 | Desviación estándar |
| Bajo | 326 | 38,8 | 304 | 71,2 |
| Medio | 510 | 53,4 | 491 | 37,5 |
| Alto | 733 | 46,2 | 670 | 96,3 |

De la Tabla 21 se extrae que se obtuvo para mayor tiempo de permanencia durante la carburización mayor profundidad de capa cementada, y los altos valores de desviación estándar en el cálculo promedio de las profundidades se deben a la alta divergencia de los resultados entre las réplicas. Se realizó la caracterización en condición carburizado y cementado; después de la carburización las muestras presentaron en la superficie una estructura característica de un acero hipoeutectoide de alto contenido de carbono con presencia de perlita y poca ferrita muy cercana a la composición eutectoide y la microestructura va disminuyendo el porcentaje de perlita conforme se disminuye el porcentaje de carbono hacia el interior de la pieza, este perfil microestructural depende del tiempo según el nivel (bajo, medio o alto) utilizado en el diseño de experimentos; a mayor tiempo de permanencia, mayor profundidad de capa carburizada. La Figura 39 revela las imágenes metalográficas de las muestras en condición carburizadas durante 8 horas en sales cementantes y atacadas con Nital 2 %.

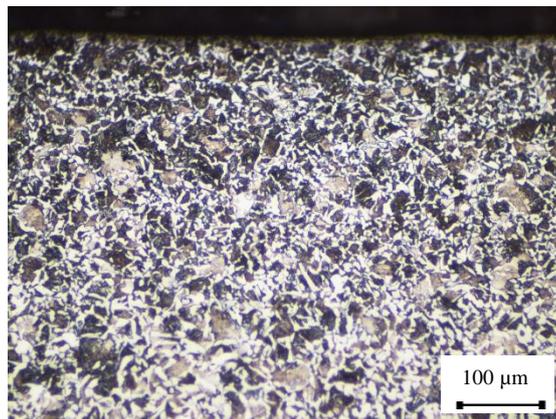


Figura 39. Microestructura muestra carburizada durante 8h. SAE 1020, Revelada con Nital 2 %.

La Figura 39 revela como aparecen islas de perlita rodeadas de ferrita alotriomorfa en el límite de grano y esta última va aumentando su porcentaje y cambiando la morfología a medida que se avanza hacia el interior de la muestra, hasta llegar al material base, la muestra del AISI/SAE 1020 carburizada durante 3 horas presenta una microestructura similar a la observada en la Figura 39 a los mismos aumentos con

diferencia en la profundidad donde pasa de la zona difusa hasta el material base. Esta profundidad fue mayor para el mayor tiempo de permanencia. Para concluir el tratamiento térmico de cementación después de carburizadas las muestras fueron templadas y revenidas, los resultados se exponen en la Figura 40. Estas imágenes corresponden a la condición carburizada, con tratamiento de 3 y 8 horas más un posterior temple y revenido.

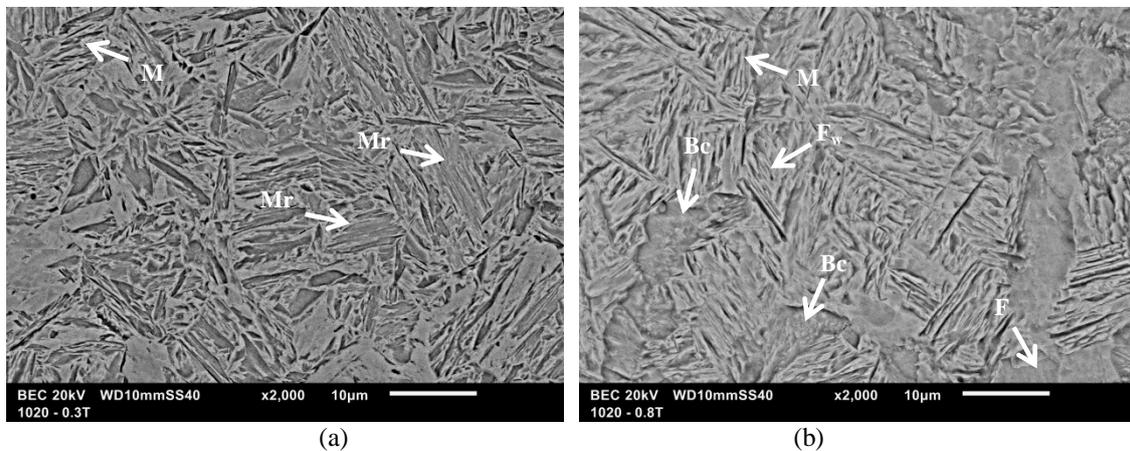


Figura 40. Imágenes MEB del AISI/SAE 1020 Cementado con tratamientos a 900 °C durante (a) 3 horas, y (b) 8 horas

Las imágenes de la Figura 40a y Figura 40b fueron tomadas a 200 y 400 µm respectivamente desde la superficie, a la misma profundidad ambas muestras presentaron microestructura de martensita acicular con morfología en forma de listones con un mayor tamaño cerca de la superficie en las muestras con 8 horas de tratamiento. En el núcleo de las muestras en condición cementadas se encuentra una estructura de ferrita alotriomorfa, ferrita tipo widmānstatten, bainita coalescida y martensita. La Figura 41 presenta la imagen por microscopía electrónica de barrido del acero SAE 1020 cementado con carburización de 8 horas, tomada a una distancia aproximadamente a 700 µm de la superficie, distancia un poco mayor a la profundidad de capa endurecida y representa las microestructuras obtenidas en el núcleo.

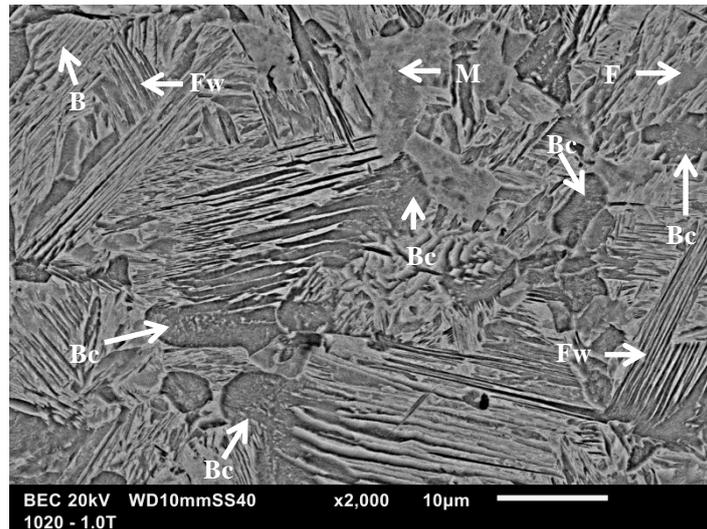


Figura 41. Imagen MEB de la muestra de acero SAE 1020, carburizada 8 horas en condición cementada, atacada con Nital 2 %

Se señala en la Figura 41 mediante flechas algunas de las fases presente a esta profundidad, perlita (P), ferrita (F), ferrita widmanstätten (Fw), bainita coalescida (Bc), bainita (B), martensita (M), las fases como P, F y Bc aumentan en cantidad hacia el interior de la muestra, mientras que fases como la martensita disminuyen. Para ambos aceros se obtuvieron microestructuras semejantes, en la Figura 42 se muestra la micrografía obtenidas para el acero SAE 8620 en condición cementada durante 4,5 horas.

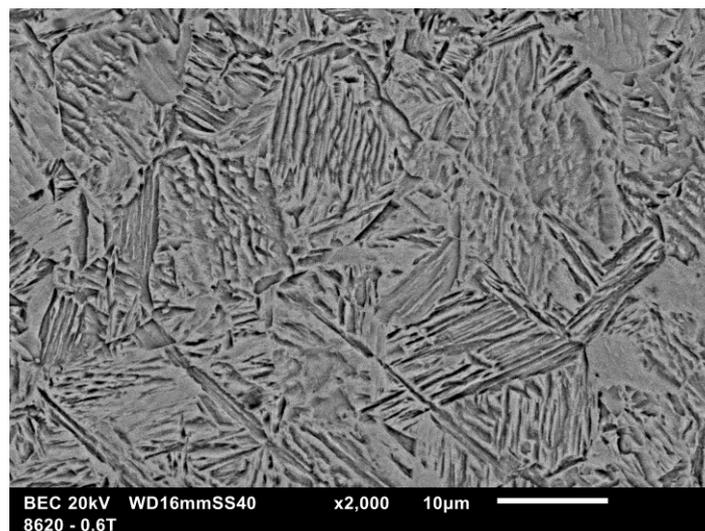


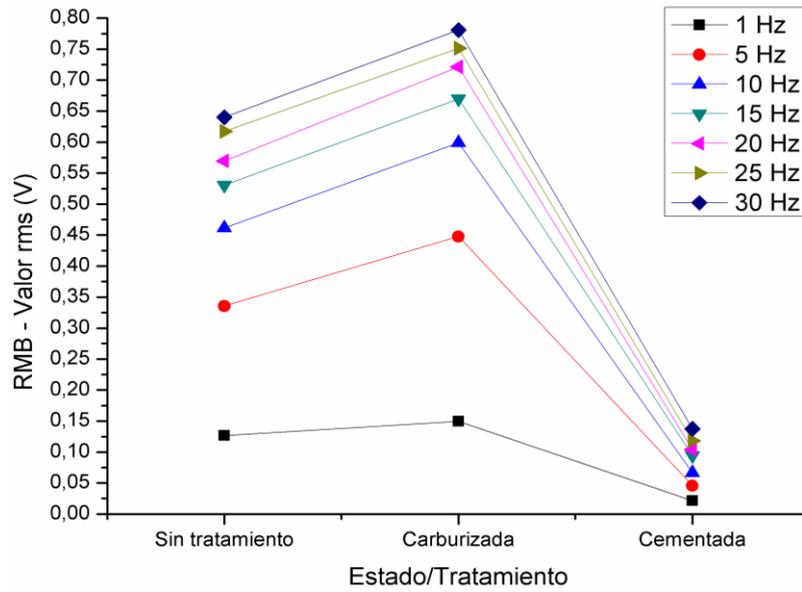
Figura 42. Imágenes MEB - SAE 8620 – Superficie condición cementado, durante 4,5 horas

La Figura 42 presenta una microestructura martensítica en la superficie, no se presenta la micrografía MEB del tratamiento a 4,5 horas para el AISI/SAE 1020 porque presenta una microestructura similar en morfología a la mostrada en la Figura 42.

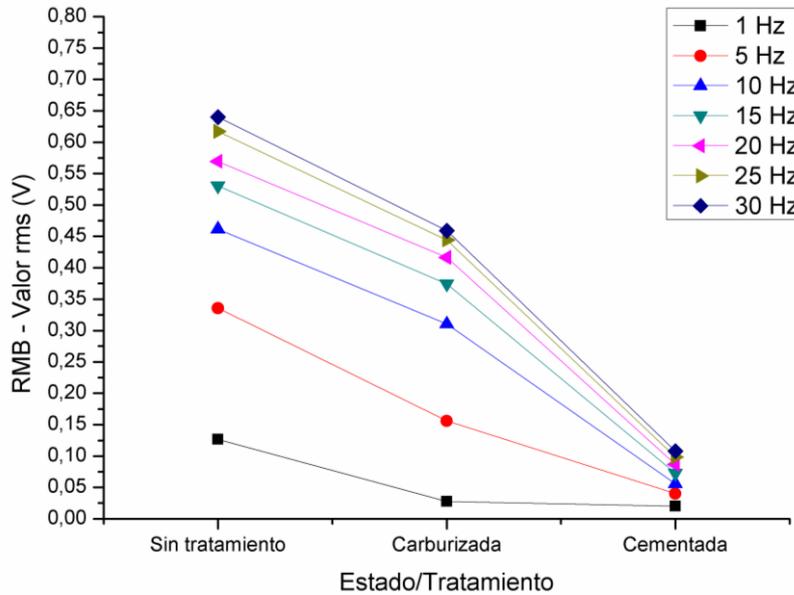
A analizar los resultados obtenidos de las muestras enviadas a la empresa Templamos S.A. se encontró que no son réplicas exactas entre sí, dado que a pesar que todas las muestras presentan una capa cementada y una dureza superficial aceptable a nivel industrial, las réplicas difieren en el porcentaje de carbono en la superficie y por lo tanto, en los perfiles de composición y de dureza, esto es debido a que a nivel industrial no se utiliza un control exacto de la composición de los baños de sales, además las muestras fueron sumergidas juntos con una gran cantidad de piezas en el proceso industrial afectando la distribución de los átomos de carbono dentro del baño y el posible contacto de estos con las muestras.

6.3.2 Caracterización mediante ruido magnético de Barkhausen

En esta sección se presentan los resultados obtenidos en las mediciones de RMB. Antes de estudiar el efecto del tiempo sobre las señales de RMB se examinó el comportamiento de las señales con diferentes frecuencias de excitación, Para esto se calcularon los valores *rms* de las señales de RMB para las frecuencias cada 5 Hz desde 1 hasta 30 Hz. En la Figura 43 se comparan los valores *rms* promedios de las señales de RMB presentados en la Tabla 22 para cada frecuencia de excitación de campo magnético desde 1 Hz hasta 30 Hz, en cada condición: de entrega, carburizado y cementado (templado más revenido) del acero AISI/SAE 1020 carburizado durante 3 y 8 horas.



(a)



(b)

Figura 43. Valores promedio del *rms* para todas frecuencias - SAE 1020, en las tres condiciones después de carburizado durante (a) 3 horas – Nivel bajo y (b) 8 horas – Nivel alto

Se observa en la Figura 43a que para todas las frecuencias, los valores *rms* de la señal de RMB aumentan después de la carburización durante 3 horas, debido a que la forma de estas señales es más angosta pero mayor amplitud, los tratamientos con tiempos de 4,5 y 8 horas en el 1020 así como los tratamientos a 3, 4,5 y 8 horas en el acero AISI/SAE 8620 siguen el comportamiento mostrado en la Figura 43b, debido a que las señales continúan siendo angostas pero de menor amplitud, la razón de estos resultados se debe a que el *rms* tiene en cuenta tanto la amplitud como el número de eventos (ancho) de las señales, por lo tanto, la forma de las señales obtenidas después de

la carburización y después del temple, y la presencia o no de un segundo pico en las envolventes de algunas señales relacionado a la formación de segundas fases definen el valor *rms* de la señal. Estos fenómenos serán explicados más adelante.

Después del temple y el revenido se obtuvo una microestructura de martensita revenida de mayor dureza y tensiones internas que ocasiona mayor obstrucción al movimiento y mayor cercanía entre puntos de anclaje de las paredes de dominio, provocando la disminución en amplitud y número de eventos de la señal de RMB, como se explicó en el capítulo 2, por lo tanto, se obtuvo valores de *rms* de las señales de RMB bastantes menores en comparación con las condiciones sin tratamiento y carburizado.

De la Figura 43a y b se destaca el comportamiento de los datos en las condiciones carburizadas y cementadas, a medida que aumenta la frecuencia de excitación, debido al perfil de composición de carbono obtenido y al efecto *skin depth*. Este efecto indica que a más altas frecuencias de excitación la respuesta del RMB proviene de zonas más cercanas a la superficie y en estas zonas se obtuvo mayor contenido de carbono de acuerdo a lo observado en el análisis metalográfico, por lo que al analizar la sensibilidad de la técnica al utilizar diferentes frecuencias de excitación magnética entre cualquiera de los dos estados, sin tratamiento o carburizado con el estado cementado se obtuvieron mayores pendientes entre los valores *rms* a mayores frecuencias. Mientras que a frecuencias más bajas se tienen mayor influencia de la información proveniente del núcleo y estos permanecieron casi con la misma proporción de fases en los tres tiempos de carburización, lo que originó señales similares y, por lo tanto, valores *rms* parecidos y de menor pendiente. El gráfico de la Figura 43 fue diferente para cada tiempo de permanencia dado que a la misma profundidad se obtuvieron porcentajes de carbono diferentes lo que ocasionó niveles de tensiones y morfologías diferentes tal y como se observó en la metalografías.

Considerando los resultados encontrados en la Figura 43, la buena relación entre la profundidad de donde proviene la información, el tiempo de obtención de los datos y las diferencias halladas entre las condiciones se optó por analizar el efecto de los factores con una frecuencia de excitación de 10 Hz dado que es la menor frecuencia que presenta mayor diferenciación entre los estados y porque a partir de esta frecuencia de excitación se observa la misma tendencia en las pendientes de los valores *rms* entre los tres estados. A continuación, se presentan los resultados de la caracterización mediante RMB con una frecuencia de excitación de 10 Hz, para los tratamientos de cementación en medio líquido con tiempos de carburización de 3, 4,5 y 8 horas, temperatura de 900

°C y potencial 0,75 % de carbono. En la Figura 44 se muestra un ejemplo representativo de la señal obtenida en las muestras de acero 1020 en condición carburizado y cementado, después de carburizado durante 3 horas, en las ordenadas el valor de voltaje del RMB y en las abscisas el tiempo. La línea azul continua, representa un ciclo completo de la onda sinusoidal en corriente para la creación del campo magnético externo.

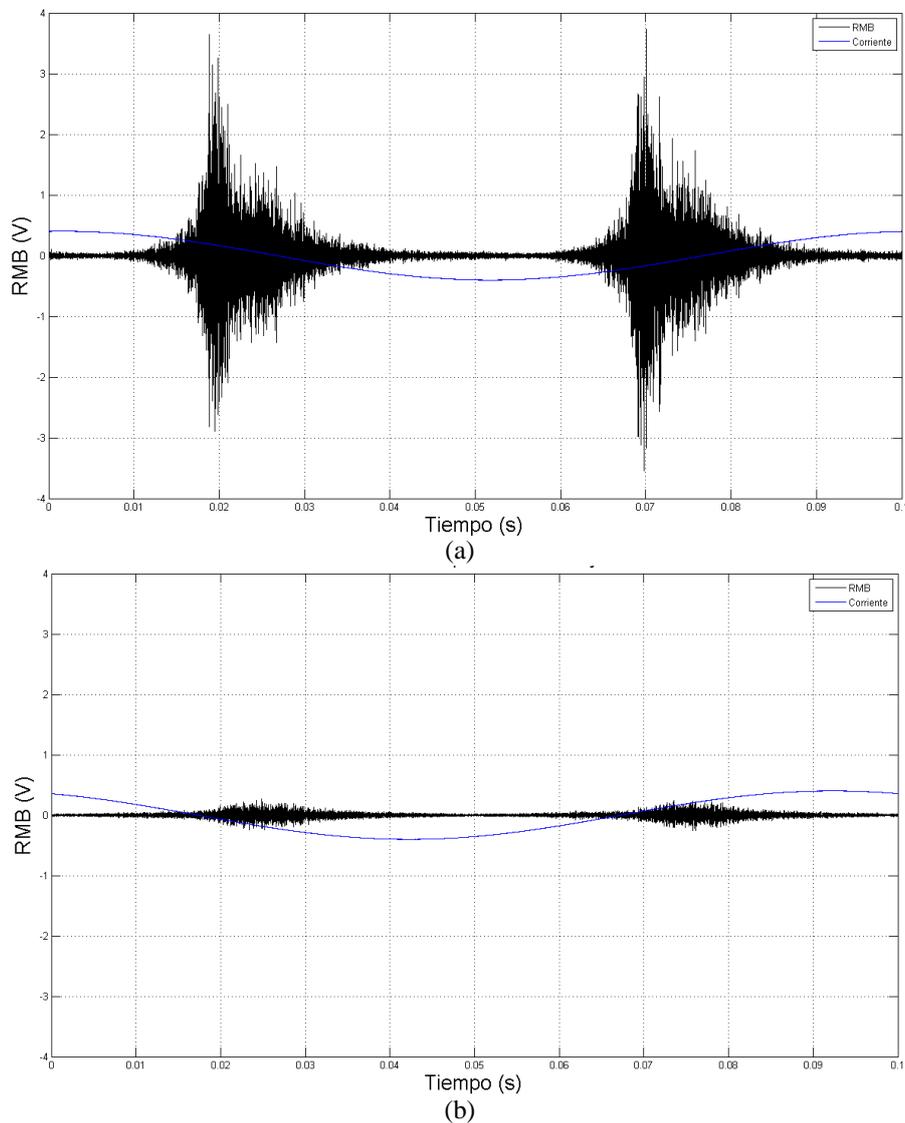


Figura 44. Señales del RMB vs el tiempo del acero AISI/SAE 1020 carburizado durante 3 hora (a) en condición carburizado y (b) en condición cementado

Se evidencia al comparar el gráfico de la Figura 24 con los de la Figura 44 que las señales correspondientes a cada condición (sin tratamiento, carburizado y cementado) presentan diferencias significativas en la forma de las señales de RMB obtenidas, estas diferencias se ven reflejadas en la envolvente y en los valores *rms* de las señales de RMB. Resultados similares se obtuvieron para los tiempos de 4,5 y 8, y para las tres

temperaturas de carburización del acero AISI/SAE 8620 como se muestra en la Figura 45.

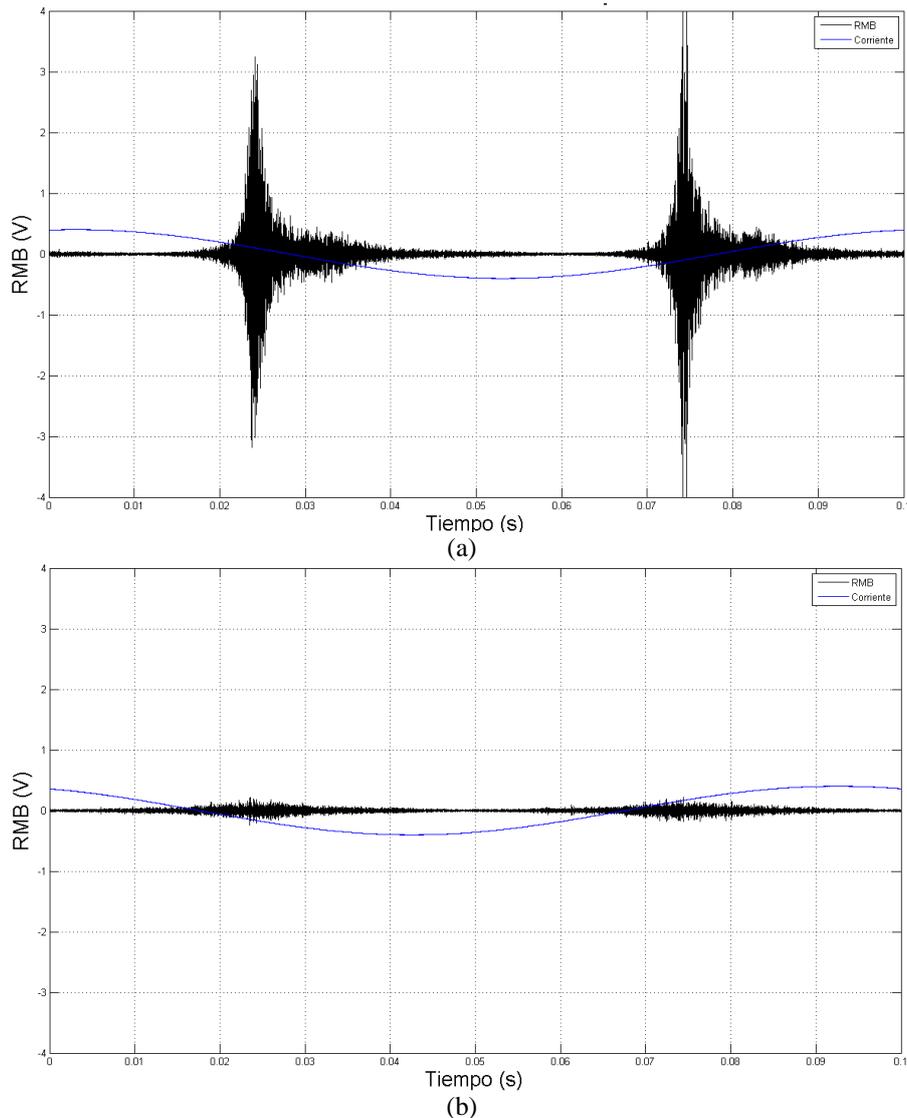


Figura 45. Señales del RMB Vs el tiempo del acero AISI/SAE 8620 carburizado durante 3 hora (a) en condición carburizado y (b) en condición cementado

Al comparar la Figura 44a con la Figura 45a, a pesar de que los análisis se realizaron sobre el *rms* y la envolvente de las señales se advierten diferencias visibles tanto en la amplitud como la posición respecto al tiempo del valor de pico máximo de las señales en ambos aceros en condición carburizado, debido al efecto de los aleantes presentes en el acero 8620, los cuales modifican la difusividad del carbono dentro de la red de hierro por la actividad termodinámica de estos aleantes y aumentan la dureza formando una solución sólida dentro de la ferrita, lo que obstruye el movimiento de las paredes de dominios e inducen un salto de mayor energía de los dominios magnéticos que reflejan una mayor amplitud de las señales. Mientras que en la condición cementado no se aprecia diferencias significativas en las señales, Figura 44b y Figura 45b. Estos

fenómenos se revelan al analizar las señales de RMB mediante el cálculo del valor cuadrático medio (*rms*) y la envolvente para cada tiempo de carburización con frecuencia de excitación de 10 Hz. En la Tabla 22 se muestran los valores *rms* de las señales obtenidas para los tres niveles de tratamiento (3, 4,5 y 8 horas), en condición carburizado y cementado para ambos aceros.

Tabla 22. Valores *rms* de las señales de RMB para muestras con cementantes líquidos

| Material | Condición | Nivel | Carburizada | | Cementada | |
|----------|-----------|-------|-------------------------------|---------------------|-------------------------------|---------------------|
| | | | Valor <i>rms</i> (V) promedio | Desviación estándar | Valor <i>rms</i> (V) promedio | Desviación estándar |
| 1020 | 3 horas | Bajo | 0,3820 | 0,026 | 0,0243 | 0,010 |
| | 4,5 horas | Medio | 0,3443 | 0,032 | 0,0313 | 0,019 |
| | 8 horas | Alto | 0,4164 | 0,018 | 0,0303 | 0,006 |
| 8620 | 3 horas | Bajo | 0,3036 | 0,017 | 0,0282 | 0,002 |
| | 4,5 horas | Medio | 0,2469 | 0,017 | 0,0100 | 0,006 |
| | 8 horas | Alto | 0,2155 | 0,065 | 0,0196 | 0,003 |

En la Tabla 22 se estima que los valores *rms* de la condición carburizada es de un orden de magnitud mayor que en la condición templado para ambos aceros. El aumento de los valores *rms* de las señales de RMB en la condición carburizado respecto al estado de entrega que fue de 0,2743 con desviación estándar de 0,0065 en el AISI 1020, se debe a dos razones, primero al crecimiento de granos dado por la exposición prolongada a altas temperaturas, lo que origina señales de mayor amplitud y segundo, por la aparición de un segundo pico asociado a la formación de la segunda fase que se traduce en aumento de la fase perlítica en la superficie de la muestra.

En el caso del acero AISI/SAE 8620 las muestras en condición carburizadas respecto a la condición sin tratamiento, aumenta los valores *rms* de la señal para el tiempo de carburización de 3 horas pero disminuye para los tratamientos con tiempo de carburización de 4,5 y 8 horas, esto se debe a que las señales para este acero presentan un pico mucho más delgado relacionado a un menor número de eventos de RMB pero de mayor amplitud, debido posiblemente a la presencia de los elementos aleantes de este acero, los cuales requieren de una mayor energía para que los dominios magnéticos superen estos puntos de anclaje, en el caso de la carburización durante 3 horas, además del apantallamiento del efecto de la segunda fase en el segundo pico, el cual es de muy baja amplitud. Lo que ocasiona valores de *rms* menores. Ambas condiciones presentan la misma microestructura con modificación en las cantidades y morfologías lo que ocasiona señales bastante diferentes, pero con valores *rms* muy cercanos entre ambas condiciones. Los valores *rms* en la condición carburizado del AISI/SAE 8620 van

disminuyendo a medida que aumenta el tiempo de permanencia, esto se puede asociar a la profundidad de capa cementada, dado que a mayor tiempo, mayor difusión hacia el interior de la pieza y mayor profundidad de capa obtenida, lo que promueve mayor obstáculos a los movimientos de las paredes de dominio magnético (D.C. Jiles, 2000), y causa disminución en la señal de Barkhausen.

6.3.2.1 Análisis para los valores rms de las señales de RMB

Para analizar los valores *rms* y comparar gráficamente los conjuntos de datos se escogió el diagrama de caja y bigotes, la Figura 46 muestra gráficos comparativos de los valores *rms* del RMB entre la condición carburizado y la condición cementado de ambos aceros.

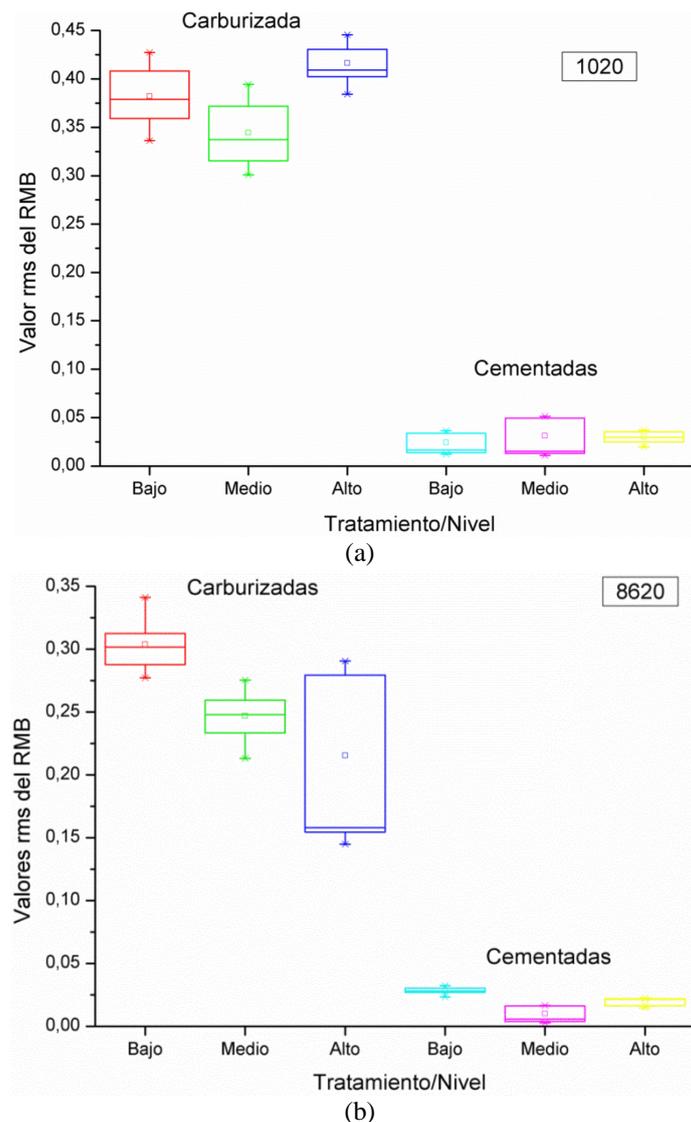


Figura 46. Diagrama de caja y bigotes comparativo entre todos los niveles de tratamientos en condición carburizado y cementado de los aceros (a) AISI 1020 y (b) AISI 8620

Se observa que no se presentan valores atípicos, también que las medias, los cuartiles y los extremos superiores e inferiores entre las condiciones carburizado y cementado no se entrecruzan entre sí, en ambos gráficos de la Figura 46, por lo tanto, se consigue diferenciar mediante los valores *rms* la condición carburizado de la condición cementado, y esto se debe a las diferencias microestructurales de cada uno explicadas anteriormente. Por otro lado, al comparar los dos grupos de tratamientos se destaca que los datos de las muestras en condición cementadas están más estrechamente agrupados y no presentan los bigotes (líneas que se extienden desde las cajas) en la condición cementado que para el carburizado en ambos aceros, siendo más notorio para el AISI 8620 (Figura 46b), esto arroja información de cuan similares fueron los tratamientos y cuan homogéneas quedaron las réplicas entre sí. También arroja indicios de que tiene que ver con el tipo de microestructura dado que para la condición carburizado los datos fueron más simétricos y las medianas se ubicaron en el centro del rectángulo excepto para el tratamiento de 8 horas en el AISI 8620.

Se observa también que a pesar que algunos cuartiles se entrecruzan al analizar el efecto de los tres tiempos dentro del mismo estado las medias de los datos no son iguales, demostrando que el RMB puede ser usado como técnica de END para la identificación de profundidad de capa endurecida, que es una consecuencia directa del efecto del tiempo de permanencia en la cementación de los aceros. Después de seleccionar la frecuencia de excitación de campo magnético externo, las señales de RMB provienen de la misma profundidad y esta contiene diferentes porcentajes de carbono de acuerdo al tiempo de permanencia durante la carburización del acero, esta composición provoca cambios microestructurales y de dureza después del temple y el revenido en la superficie del material que afectan de forma diferente las envolventes y los valores *rms* de las señales de RMB. A mayor profundidad de capa endurecida, mayor cantidad de carbono atrapado en la microestructura martensítica del material lo que provoca mayor dureza a la profundidad de donde provienen las señales y por lo tanto, menor actividad de RMB.

6.3.2.2 Análisis para las envolventes

Para entender mejor los resultados obtenidos en el análisis de los valores *rms* se realizó paralelamente el análisis de las envolventes de las señales de RMB dado que el valor *rms* depende totalmente de la forma de la señal. En la Figura 47 se muestran las

envolventes en las tres condiciones del AISI/SAE 1020 y del 8620 carburizado durante tres horas. Señales similares se obtuvieron para los tiempos de 4,5 y 8 horas.

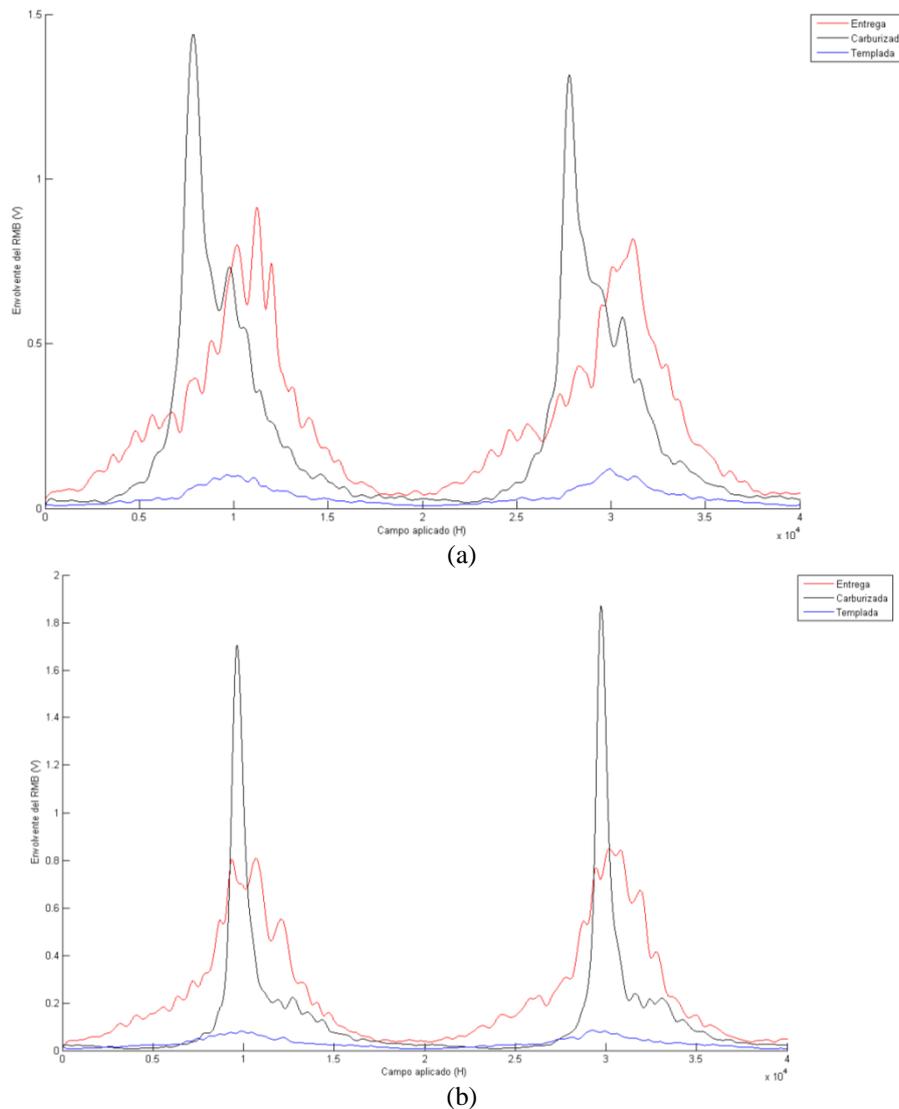


Figura 47. Envolvente de la señal de RMB en las condiciones, sin tratamiento, carburizado y cementado carburizado durante 3 horas de los aceros (a) AISI/SAE 1020 y (b) AISI/SAE 8620

Se aprecia en la Figura 47 que las envolventes de las señales en las condiciones de entrega, carburizada y templada en ambos aceros presentan diferencias en la forma, la amplitud y la posición de pico máximo acorde a las diferencias microestructurales y de valores *rms* encontrados. Estas diferencias son explicadas desde las microestructuras, pues en la condición sin tratamiento se tiene una estructura de ferrita equiaxial con aproximadamente 20 % de fase perlítica que originan una señal más simétrica con mayor número de eventos de RMB de menor amplitud. Mientras que en la condición carburizado, la microestructura con un perfil de fase perlita desde casi 100 % en la superficie hasta cerca del 20 % en el material base, esto origina menos eventos de RMB pero de mayor amplitud dado que no se originan nuevos dominios magnéticos y que se

presenta mayor restricción al crecimiento y rotación de los dominios precisando de mayor energía para superar los puntos de anclaje. Otro aspecto importante que se resalta en la Figura 47 es la aparición de segundos picos en el estado carburizado que no se evidencian en el estado cementado, debido a la interacción con la segunda fase y a la reversión de los dominios magnéticos. En la condición cementado se presentó en la superficie de las muestras una estructura martensítica en forma de listones que provoca mayor dureza, tensiones internas y mayor obstrucción movimiento de las paredes de dominio, lo que se traduce en un mayor número de eventos de RMB, pero de muy baja amplitud dada la cercanía de los puntos de anclaje, como se explicó en la sección 2.3.3. Estos resultados fueron más evidentes al comparar las envolventes promedio entre la condición sin tratamiento con la condición cementado de cada uno de los tres niveles de tratamiento, como se muestra en la Figura 48.

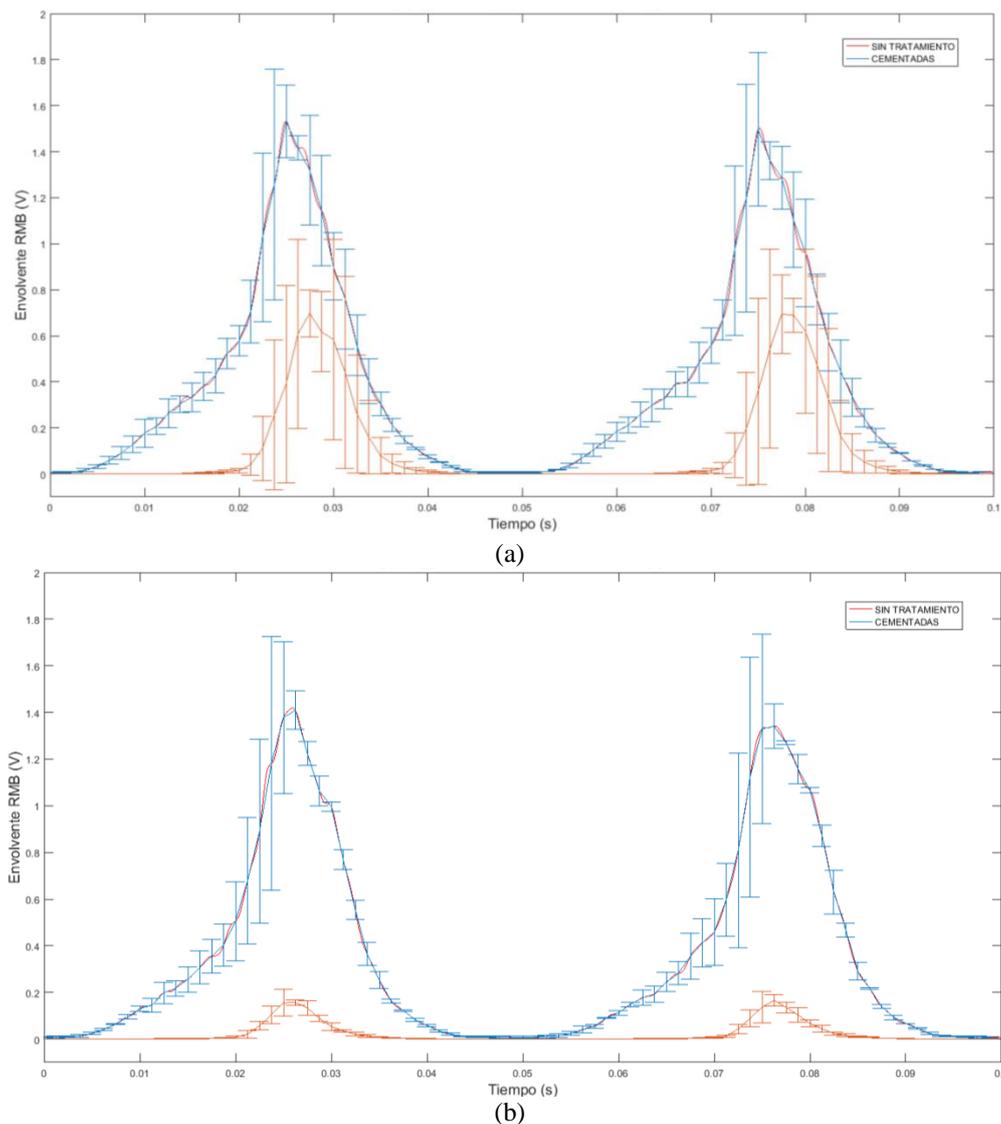


Figura 48. Comparativo de las envolventes entre las condiciones sin tratamiento y cementado carburizado durante 3 horas, de los aceros (a) AISI/SAE 1020 (b) AISI/SAE 8620,

Se destaca de la Figura 48 que el promedio de las dos señales difiere en la amplitud, el valor y posición de pico máximo, así como en la forma misma de la señal para ambos aceros.

Al comparar las envolventes promedio entre las señales en condición sin tratamiento con las cementadas para el SAE 1020 (Figura 48a) con 3 horas de sostenimiento durante la carburización, se observa que si bien algunas desviaciones estándares de las envolventes en la condición cementado se entrecruzan con la condición sin tratamiento en general se trata de dos señales diferentes. Resultados similares se obtuvieron para los tratamientos con 4,5 y 8 horas. Para el caso del SAE 8620 con tratamiento de 3 horas de sostenimiento durante la carburización de la Figura 48b se perciben claras diferencias en la forma de las señales, entre el promedio de las envolventes de ambas condiciones, siendo estas diferencias mayores para los tratamientos con 4,5 y 8 horas, este resultado se explica porque aumenta el porcentaje de carbono en la martensita a una misma profundidad para mayores tiempos de sostenimiento, lo que produce un martensita con más tensiones, y, a su vez provoca mayor obstrucción a la rotación y crecimiento de las paredes de dominio, ocasionando señales de menor amplitud con el aumento del tiempo de cementación, permitiendo así diferenciar los tratamientos mediante la envolvente del RMB. Cabe aclarar que el perfil de carbono se midió en estado cementado.

6.3.2.3 Análisis del efecto del tiempo sobre los valores rms y las envolventes de las señales

Mientras que mediante los valores *rms* y las envolventes de las señales del RMB con una frecuencia de excitación de 10 Hz se consiguen diferenciar las condiciones sin tratamiento, carburizado y cementado de manera fácil y eficiente, es más complejo si se intenta diferenciar los tres tiempos de carburización. La Figura 49 muestra los valores *rms* de las señales promedio de todas las réplicas para cada nivel de tratamiento en ambos aceros.

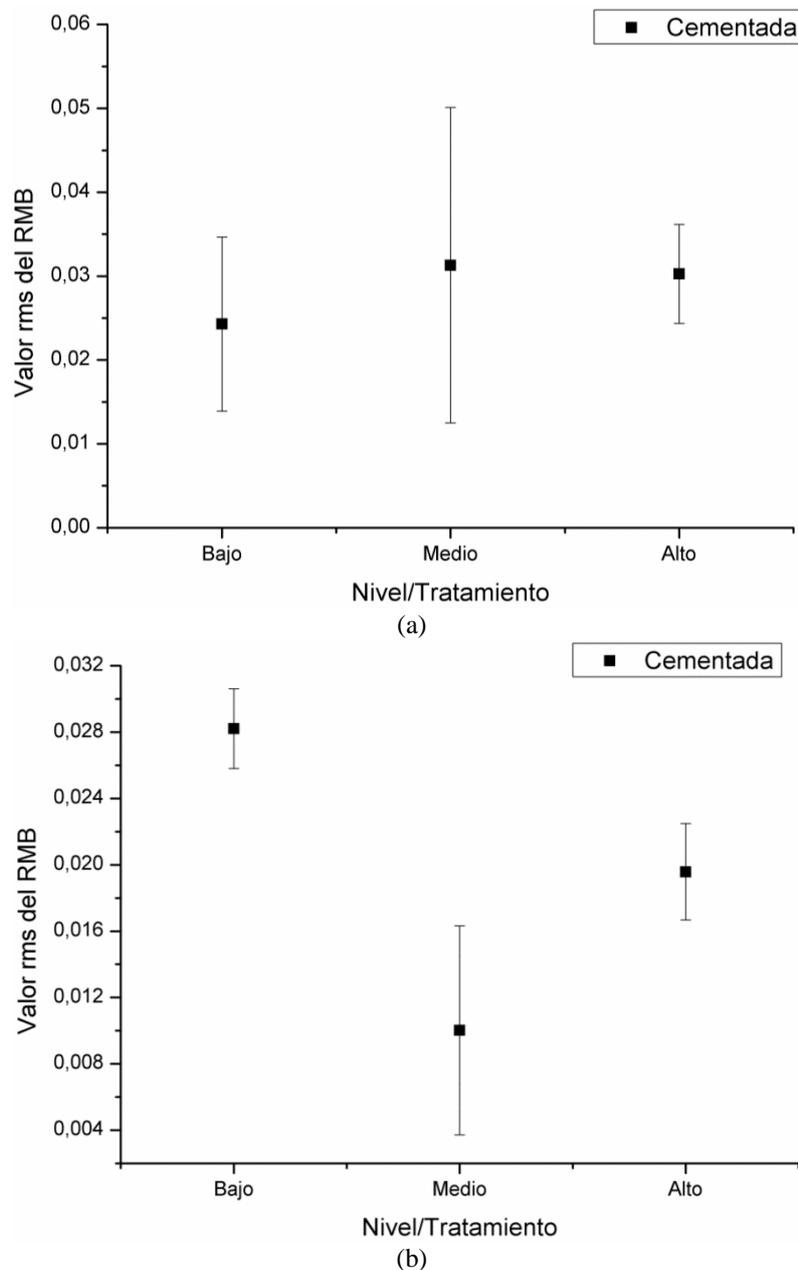


Figura 49. Valores *rms* promedio de cada nivel de tratamiento (3, 4,5 y 8 horas) en condición cementado para los aceros (a) AISI 1020 y (b) AISI 8620

Se aprecia en la Figura 49a que para el acero AISI 1020 las desviaciones estándares superpuestas indican que no hay diferencias significativas entre los tres tiempos de carburización utilizados, pero que las medianas de estos valores no son del todo iguales, tal y como se observó en la Figura 46a, también se resalta que las desviaciones son bastante altas sobre todo para el tratamiento con 4,5 horas de carburización, producto de la heterogeneidad en los tratamientos, lo que demuestra que los tratamientos no fueron iguales para todas las réplicas, y ocasionó error en las medidas del experimento, por esta razón se decidió analizar por métodos estadísticos si las medias de los datos de cada nivel de tratamiento son significativamente diferentes entre sí. Mientras que para el

AISI 8620 de la Figura 49b se percibe diferencias considerables entre los tres tiempos de carburización utilizados. Sin embargo, se aplicaron métodos de análisis estadísticos para constatar estos resultados.

Resultados similares se obtuvieron al analizar las envolventes promedio de las señales para los tiempos de 3, 4,5 y 8 horas. La Figura 50 compara las envolventes promedio de las señales de RMB para los tres tiempos de tratamiento de ambos aceros en condición cementado.

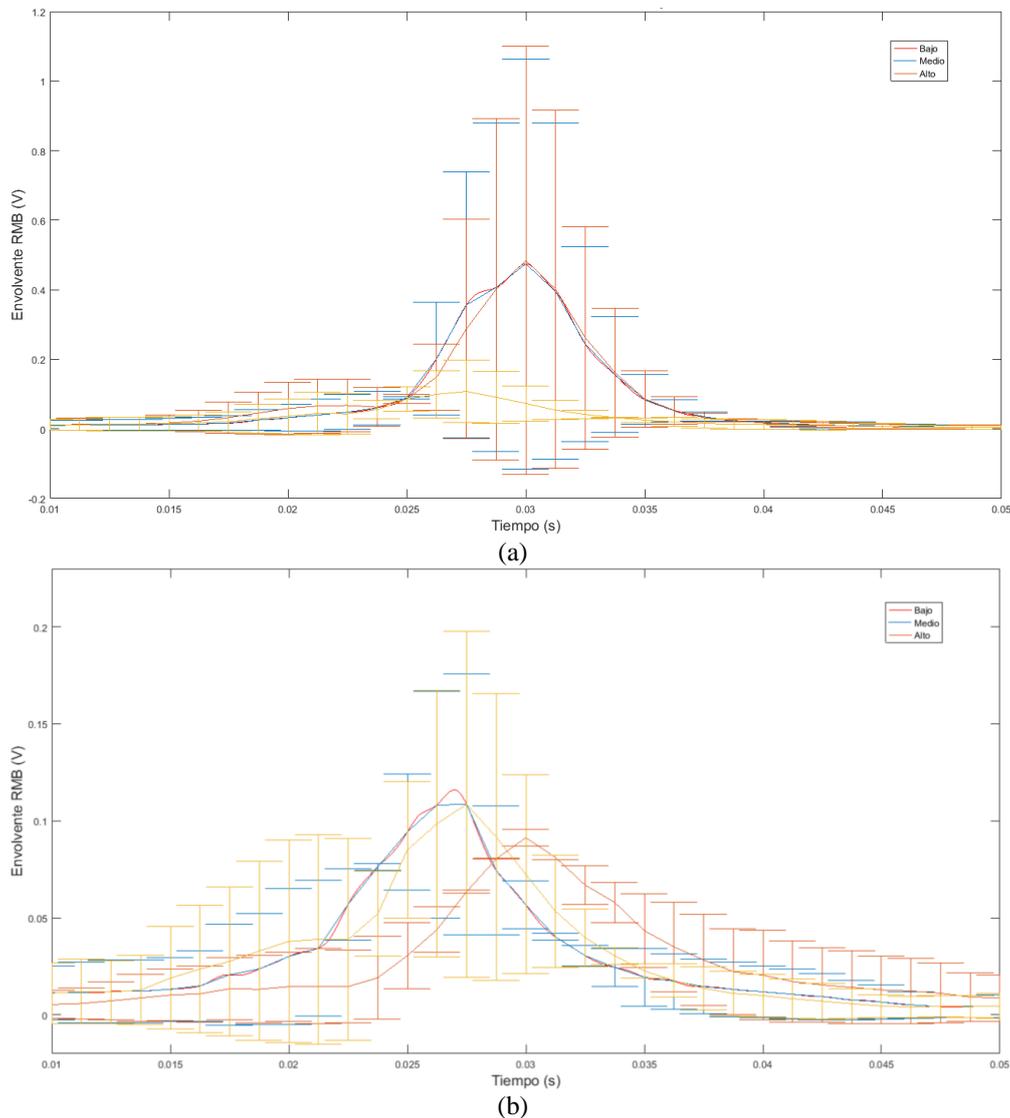


Figura 50. Promedio de las envolventes para los tres niveles de tratamiento en condición cementado (a) AISI/SAE 1020 y (b) AISI/SAE 8620

En el acero AISI 1020 mostrado en la Figura 50a se percibe similitud entre las envolventes promedio de los tratamientos con 3 y 4,5 horas de carburización, mientras que la envolvente del tratamiento con 8 horas presenta menor amplitud y menor valor de pico máximo y la posición de éste se obtuvo posicionada hacia la izquierda de la otras dos, estos resultados se explican desde el estado microestructural de la martensita donde

se originan las señales de RMB. Para la frecuencia de excitación de 10 Hz los tres tratamientos presentan microestructuras similares en fases y cantidades de estas a las profundidades de donde provienen las señales a pesar de tener profundidades de capas diferentes. Otro factor que produjo estos resultados es la alta desviación estándar de la media de las profundidades y los valores *rms*, debido a no homogeneidad en el proceso de carburización, muchas de estas desviaciones se entrecruzan entre sí. Se percibe mayor similitud entre los tratamientos con 3 y 4,5 horas, posiblemente por la cercanía entre los dos tiempos, la diferencia es de tan solo 1,5 horas y para un tiempo de carburización de 8 horas la martensita presenta mayor composición de carbono, lo que ocasiona que las señales sean de muy baja amplitud y que se originen muy cerca del campo magnético cero (justo después de la inversión del campo magnético externo) afectando tanto la rotación como el crecimiento de los dominios magnéticos (Blaow et al., 2005). A pesar que las desviaciones estándares de las envolventes promedio en los tres tiempos de carburización se tocan entre sí, se destaca en la Figura 50b las diferencias entre las amplitudes, las posiciones y valores de pico máximo ellas, así como las similitudes entre los números de eventos de RMB, debido a las diferencias en profundidad de capa cementada y en perfiles de composición y dureza. Estos resultados proporcionan la posibilidad de identificar la profundidad de capa endurecida, que es el principal efecto del tiempo, mediante los valores *rms* y las envolventes de las señales. Para constatar se planteó la prueba de hipótesis que se explica a continuación.

6.3.3 Análisis estadístico de los resultados

El objetivo de estos análisis es demostrar estadísticamente si el RMB consigue diferenciar los tres tiempos de carburización con un nivel de confianza de $\alpha = 0,05$, en esta sección se muestran los resultados obtenidos del análisis estadístico de las muestras tratadas térmicamente con cementantes líquidos. Se analizó estadísticamente el promedio entre las diez mediciones de las tres réplicas para los valores de *rms* de las señales. En primer lugar, se realizó la prueba de hipótesis para comparar la interacción entre dos niveles por vez, finalmente se calculó la ANOVA para los niveles de cada acero. Se planteó la hipótesis nula (H_0), que las medias de los valores *rms* de las señales de RMB promedio de las muestras y las réplicas entre los tres niveles de tratamiento son iguales para todos los niveles del experimento, es decir que el RMB no consigue

diferenciar estadísticamente los tiempos de carburización de 3, 4,5 y 8 horas de muestras cementadas. Por lo tanto, las hipótesis nula y alternativa serían así:

$$H_0: \mu_1 = \mu_2 = \mu_3$$

$$H_1: \mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$$

Quedando como hipótesis alternativa (H_1) que las medias son diferentes, es decir el RMB consigue diferenciar estadísticamente los tres tiempos de carburización. Donde μ_1 es el valor *rms* promedio para todas las muestras y las réplicas del nivel más bajo de tratamiento (3 horas), μ_2 para el nivel medio (4,5 horas) y μ_3 para el alto (8 horas). H_1 se llamó hipótesis alternativa de dos colas porque sería verdadera si $\mu_1 < \mu_2$ o si $\mu_1 > \mu_2$ lo mismo para μ_1 y μ_3 y para μ_2 y μ_3 .

Para probar esta hipótesis se calculó un estadístico de prueba, para los cementantes líquidos se escogió la prueba t de dos muestras y estos resultados se compararon con el valor P de los tres niveles. Se seleccionó el estadístico de prueba pero no sin antes verificar que los datos cumplieran con los supuestos, de que las muestras se tomaron de poblaciones independientes, que pueden escribirse con una distribución normal, que las desviaciones estándar o las varianzas de las poblaciones son iguales y que las observaciones son variables aleatorias independientes, este último supuesto se verificó dado la aleatorización en el orden de las corridas, y los supuestos de normalidad e igualdad de varianza mediante la gráfica de probabilidad (d) normal, mostrada en la Figura 51.

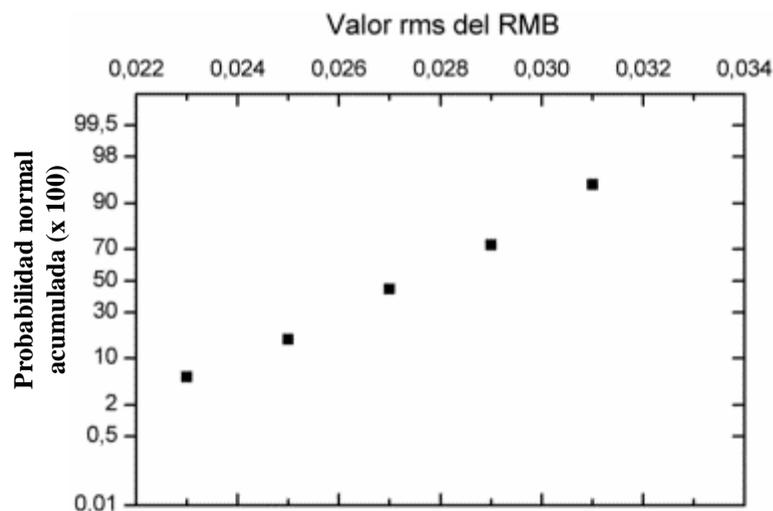


Figura 51. Gráfico de probabilidad normal acumulada para el nivel bajo cementada del SAE 8620

En un examen visual subjetivo al trazar una línea recta entre los cuartiles 25 y 75 de la Figura 51 se observa que una distribución normal describe de manera adecuada estos

datos. Los gráficos obtenidos para cada uno de los niveles siguieron una distribución semejante a la Figura 51. Se calculó la prueba t para parejas entre los tres niveles de tratamiento, comparando dos niveles por separado con un coeficiente de confianza de $\alpha = 0,05$, es decir que el método usado produce declaraciones correctas en el 95 % de las veces. En este caso se comparó t_0 con la distribución t , 34 grados de libertad debido el número total de mediciones, así: se rechazó la hipótesis nula siempre que $t_0 < -t$ o si $t_0 > t$, en este caso los valores rms promedios de cada tratamiento difieren entre sí. La Tabla 23 destaca los resultados del cálculo de los estadísticos t y t_0 en las parejas de niveles del SAE 1020,

Tabla 23. Resultados cálculo de los estadísticos t y t_0 en las parejas de niveles del SAE 1020

| Parejas | Distribución t con 34 grados de libertad | Estadístico de prueba (T_0) | Acepta/Rechaza H_0 |
|------------|--|---------------------------------|----------------------|
| Bajo/Medio | -1,38276 | 0,17575 | Acepta |
| Bajo/Alto | -2,12241 | 0,04117 | Rechaza |
| Medio/Alto | 0,22321 | 0,82471 | Acepta |

La Tabla 23 arrojó que el valor de $t_0 = 0,04117$ es el único que se encuentra fuera de la región crítica t y que por lo tanto, se rechazó la hipótesis nula con un nivel de significancia de 0,05, es decir la media de los valores rms de estos dos niveles son diferentes, para los otros casos son iguales. Dada la cercanía de los valores, estos resultados debieron ser confirmados con el enfoque del valor P , este se define como el nivel de significancia menor que llevaría a rechazar la hipótesis nula. Por lo tanto, se consideró rechazar la hipótesis nula siempre que $P < 0,001$ y los valores bajos de F_0 lo respalden. La Tabla 24 muestra los resultados del análisis de varianza para los valores rms obtenidos con una frecuencia de excitación de 10 Hz en los niveles bajo, medio y alto del acero SAE 1020,

Tabla 24. ANOVA para los niveles bajo, medio y alto del SAE 1020 cementado

| Fuente de Variación | Grados de libertad | Suma de cuadrados | Cuadrado medio | F_0 | Valor P |
|---------------------|--------------------|-------------------|----------------|---------|-----------|
| Métodos | 2 | 5,16E-04 | 2,58E-04 | 1,55473 | 0,22109 |
| Error | 51 | 0,00847 | 1,66E-04 | | |
| Total | 53 | 0,00898 | | | |

El valor $P = 0,221 > 0,001$ de la Tabla 24, verifican que se acepta la hipótesis nula, es decir la media de los valores rms de las señales de RMB para los tres niveles de tratamiento no son significativamente diferentes para un nivel de confianza de $\alpha = 0,05$, Pero, el valor bajo de $F_0 = 1,55$ indica que no confirma totalmente esta

afirmación. Acorde a dos de los resultados obtenidos en la prueba *t*, dado que esta prueba sesga el modelo y no considera todas las interacciones. Un procedimiento similar fue realizado para evaluar los resultados en el acero SAE 8620, La Tabla 25 se presenta los resultados para la prueba *t* en el 8620.

Tabla 25. Resultados del cálculo de los estadísticos *t* y *t*₀ de las parejas de niveles del SAE 8620

| Parejas | Distribución <i>t</i> con 34 grados de libertad | Estadístico de prueba (<i>T</i> ₀) | Acepta/Rechaza <i>H</i> ₀ |
|------------|---|---|--------------------------------------|
| Bajo/Medio | 11,50059 | 2,89E-13 | Rechaza |
| Bajo/Alto | 9,79115 | 2,00E-11 | Rechaza |
| Medio/Alto | -5,87292 | 1,26E-06 | Rechaza |

Los resultados de la Tabla 25 revelan el rechazo de la hipótesis nula para todas las parejas de los niveles del factor tiempo, es decir las medias de los valores *rms* de cada nivel son estadísticamente diferente entre sí. La ANOVA presentada en la Tabla 26 confirma estos resultados.

Tabla 26. ANOVA para los niveles bajo, medio y alto del SAE 8620 cementado

| Fuente de Variación | Grados de libertad | Suma de cuadrados | Cuadrado medio | <i>F</i> ₀ | Valor <i>P</i> |
|---------------------|--------------------|-------------------|----------------|-----------------------|----------------|
| Métodos | 2 | 0,00298 | 0,00149 | 83,78419 | 1,11022E-16 |
| Error | 51 | 9,07014E-4 | 1,77846E-5 | | |
| Total | 53 | 0,00389 | | | |

Dado que el valor *P* mostrado en la Tabla 26 es menor que 0,001 se rechaza la hipótesis nula y este resultado es respaldado por el alto valor de *F*₀ obtenido del coeficiente entre el cuadrado medio y la suma de cuadrados. Estos resultados pueden verse de manera más clara si se observa el diagrama de cajas y bigotes para ambos aceros, como se muestra en la Figura 52, en esta se revelan las similitudes entre las medias del acero SAE 1020 y las diferencias entre estas del SAE 8620, además la prueba de Levene sobre la desviación absoluta demuestra que las varianzas poblaciones son significativamente diferentes para ambos aceros dado los valores *F* = 240,78 y *P* = 0 para el SAE 1020 y los valores *F* = 83,78 y *P* = 1,11022E – 16 para el 8620. Lo que justifica el mal desempeño en la prueba *t* para detectar algunas diferencias entre las medias y pone de manifiesto que el modelo sin interacción es inadecuado.

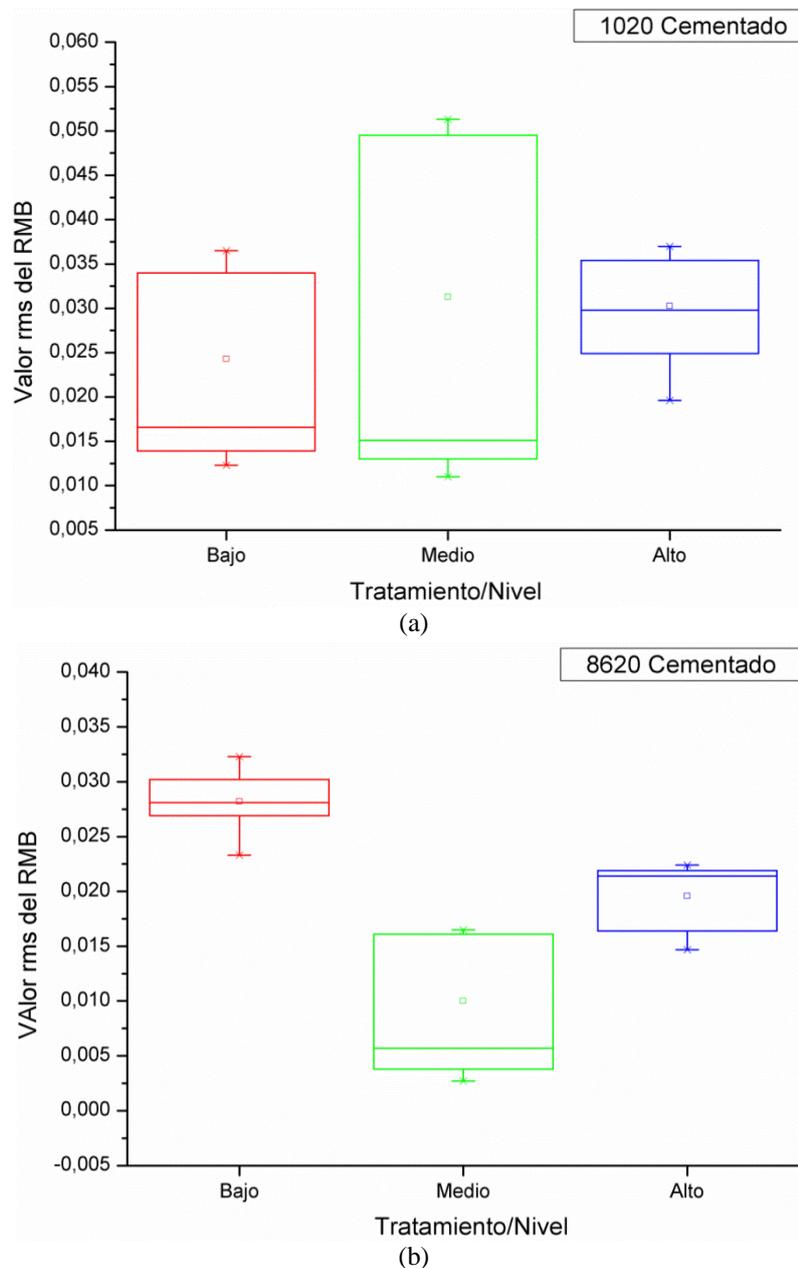


Figura 52. Gráfico de cajas y bigote para los valores *rms* de las señales de RMB para los tres tiempos en condición cementado del AISI/SAE (a) 1020 y (b) 8620.

Se concluye entonces que mediante los valores *rms* y la envolvente de las señales de RMB con una frecuencia de excitación de campo magnético de 10 Hz, se consigue:

Diferenciar las condiciones sin tratamiento, carburizado y cementado en los aceros AISI/SAE 1020 y 8620 de muestras cementadas en medio líquido para todos los tiempos de carburización.

Distinguir en el 95 % de los casos, la profundidad de capa endurecida que es el principal efecto de un cambio en el tiempo de carburización, con tiempos de 3, 4,5 y 8 horas, en el acero AISI/SAE 8620 con una frecuencia de excitación de 10 Hz, debido a que la cantidad de carbono que ingresa produce perfiles diferentes de dureza y

composición en función del tiempo de carburización, modificando la morfología de la martensita en la superficie de los aceros endurecidos y los aleantes del SAE 8620 maximizan estos efectos, dado que mejoran la templabilidad de este acero con respecto al AISI 1020, No se consiguió diferenciar el efecto del tiempo en el acero AISI/SAE 1020 con los parámetros seleccionados mediante los valores *rms* y las envolventes de las señales posiblemente por la frecuencia de excitación utilizada, dado que a frecuencias bajas mayor profundidad de origen del RMB, y es muy posible que el resultado esté siendo afectado por las fases del núcleo, una opción es evaluar con frecuencias de excitación más altas.

6.4 RESULTADOS Y ANÁLISIS PARA CEMENTANTES GASEOSOS

En esta sección se presentan los resultados de la caracterización microestructural y por RMB de las muestras cementadas en atmósfera gaseosa con dos potenciales de carbono de 0,8 % y 1,2 %, dos temperaturas de austenización de 900 °C y 930 °C y dos tiempos de sostenimiento de 30 y 60 minutos. Los tratamientos se realizaron sobre los aceros AISI/SAE 1020 y 8620. Por otro lado, a pesar de que se obtuvieron dos potenciales de carbono, la concentración de carbono no fue exactamente la misma en las dos temperaturas seleccionadas, lo que limitó comparar el efecto de la interacción triple entre los factores, temperatura, tiempo y potencial de carbono, no obstante se realizó el análisis de los factores tiempo y potencial de carbono para las dos temperaturas por separado y se compararon los resultados.

6.4.1 Caracterización microestructural

Se obtuvieron tres réplicas de cada uno de los ocho tratamientos para cada acero, lo que arrojó un total de 48 muestras con tratamiento térmico superficial más las muestras en condición sin tratamiento. Estas muestras se caracterizaron mediante MO, MEB, ensayo de microdureza y composición química para obtener los perfiles de composición y microdureza. En esta sección se exhiben los resultados de los ensayos de cementación gaseosa a 900 °C, comparando entre los tratamientos 111, 112, 121 y 122 en las tres condiciones; sin tratamiento, carburizado y cementado para el SAE 8620, posteriormente se compararon estos resultados con los obtenidos para la temperatura de 930 °C (tratamientos 211, 212, 221 y 222) y luego con el SAE 1020. Los números en las etiquetas de los tratamientos representan, el primer número el nivel en la

temperatura, 1 para el nivel bajo 900 °C, 2 para el nivel alto 930 °C, el segundo número para los niveles en el tiempo (1 para 30 y 2 para 60 minutos), el último número para el potencial de carbono (1 para 0,8 % y 2 para 1,2 % de carbono).

En la caracterización mediante MO y MEB en ambos aceros en condición carburizado se encontró que en todos los tratamientos las muestras presentaban una capa carburizada con diferentes profundidades, sin embargo, estas profundidades fueron más consistentes entre las réplicas para el SAE 8620 que para el ASI/SAE 1020 lo cual aumenta la desviación estándar de los resultados y puede afectar las conclusiones. En la Figura 53 se presentan las micrografías obtenidas en el acero AISI/SAE 8620 representativas de las cuatro condiciones de tratamientos correspondientes a la temperatura de austenización de 900 °C.

Se observa en las imágenes de la Figura 53 un perfil microestructural desde altas cantidades de perlita y hasta cementita proeutectoide, asociadas a altos contenidos de carbono, hasta una estructura ferrítico-perlítica en el material base con 25 % de perlita, asociada a una baja concentración de carbono. Se determinó que la Figura 53d correspondiente al tratamiento con más alto nivel de tiempo y potencial de carbono presenta mayor profundidad de capa carburizada, mientras que la Figura 53a correspondiente a las más bajas condiciones de tratamiento presenta menor profundidad de capa, acorde a la segunda ley de Fick, estos resultados se presentan más adelante en la Tabla 29.

Al analizar detalladamente las micrografías en estado carburizado se observó gran cantidad de perlita entre las fases obtenidas, la mayoría de las muestras presentaron cementita proeutectoide en los límites de granos de la perlita, esta fase se obtuvo gracias a que el contenido de carbono superó el 0,77 % que es la máxima solubilidad del carbono en la reacción eutectoide y el carbono restante se precipita en forma de carburo en los límites de grano, como lo muestra la Figura 54b.

Solo dos de los niveles de tratamientos contienen ferrita proeutectoide, la presencia de esta fase sucede en aceros con un porcentaje menor al 0,77 % de carbono, y se debe a que la reacción eutectoide consume el carbono disuelto en la austenita durante el enfriamiento, dejando una fase pobre de carbono que forma ferrita, como lo muestra la Figura 54a.

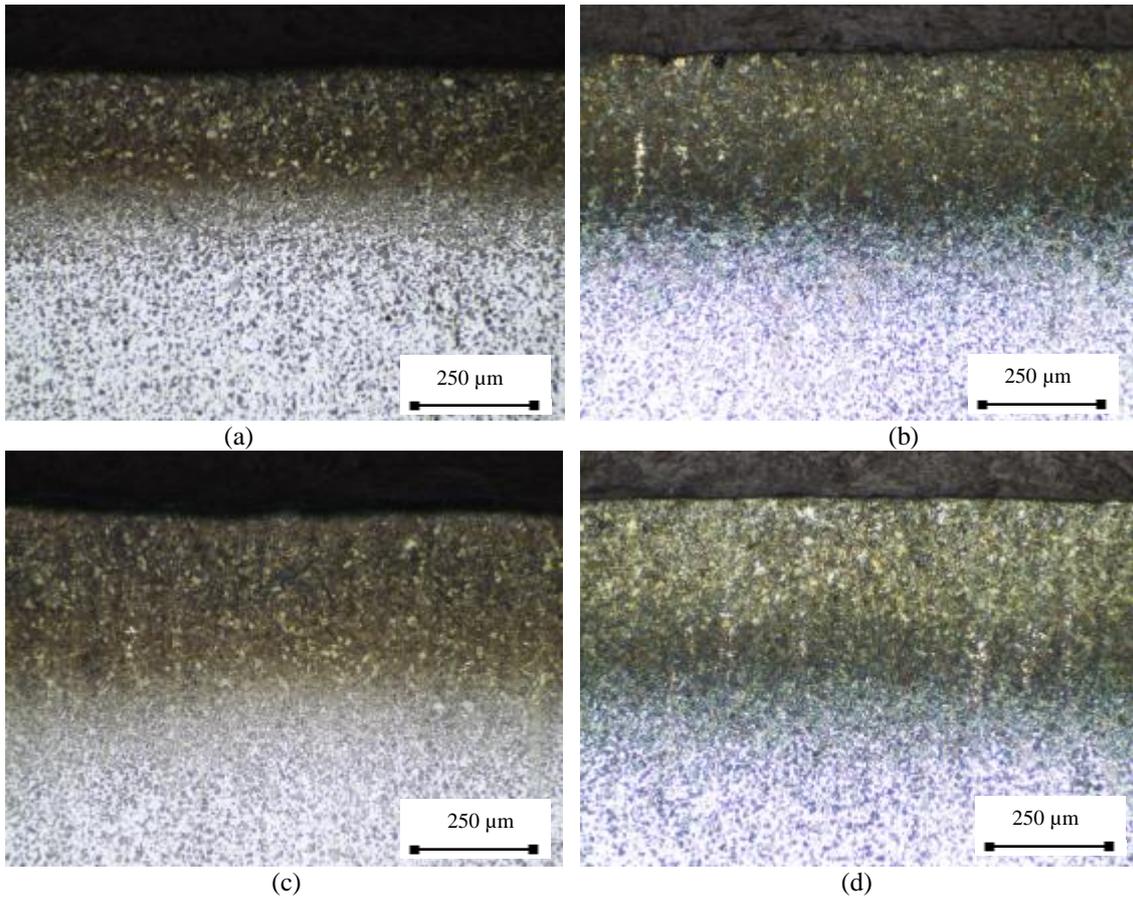


Figura 53. Micrografías ópticas del SAE 8620 carburizado a 900 °C y atacado con Nital 2 %, de los tratamientos (a) 111, (b) 112, (c) 121 y (d) 122

En la Figura 54 se presentan detalles a mayores aumentos de las micrografías obtenidas en los tratamientos 212 y 122 del acero AISI 8620 en condición carburizado.

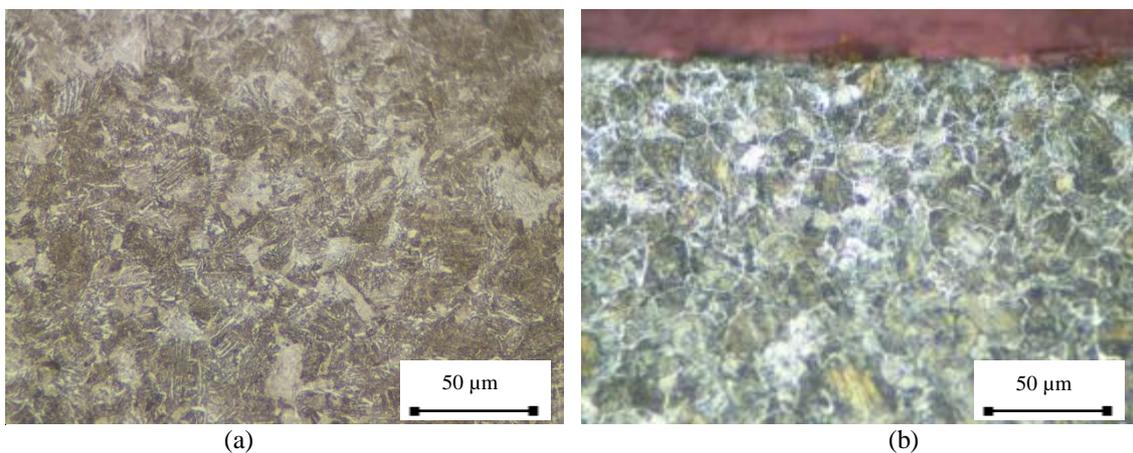


Figura 54. Micrografía óptica del AISI 8620 en condición carburizado con tratamientos (a) 212 y (b) 122, revelada con Nital al 2 %.

Las regiones claras dentro de las colonias en la Figura 54a corresponden a perlita gruesa obtenida con un menor rango de enfriamiento, mientras que las regiones oscuras pertenecen a perlina más fina. La perlita fina presenta mayor dureza y resistencia mecánica dado que presenta más límites de fases entre la cementita y la ferrita lo que

provoca mayor restricción al movimiento de las dislocaciones (International. & Committee., 1991).

Por otro lado, las regiones blancas en los límites entre las colonias de perlita en la Figura 54b son de cementita proeutectoide, muy presente en los aceros hipereutectoides. La micrografía de la Figura 54a correspondiente al tratamiento con 30 minutos, a 930 °C y 1,2 % sin embargo no se alcanzó esta composición por el poco tiempo de reacción que ocasionó el aumento en el flujo de los gases. Mientras que la micrografía de la Figura 54b presenta un porcentaje en peso de 7,28 % de cementita proeutectoide propio de un acero con 1,2 % de carbono según la cantidad de fases calculadas mediante procesamiento de imágenes microestructurales y mostradas en la Tabla 27, en esta se muestran los microconstituyentes y las principales características de las fases presentes en el AISI/SAE 8620, que se obtuvieron mediante la cuantificación y caracterización con MO. La segunda fase hace referencia a la cantidad de ferrita o cementita proeutectoide.

Tabla 27. Fases y tamaño de grano austenítico presentes para cada tratamiento en condición carburizado del acero AISI/SAE 8620

| Condición | Perlita (% en peso) | Segunda fase (% en peso) | Porcentaje de carbono calculado | Tamaño de grano austenítico |
|-----------|------------------------|--------------------------------|---------------------------------------|-----------------------------------|
| 111 | 97,79 | 2,21 | 0,90 | 8,56 |
| 112 | 99,10 | 0,90 | 0,82 | 9,10 |
| 121 | 98,80 | 1,20 | 0,84 | 11,72 |
| 122 | 92,72 | 7,28 | 1,19 | 13,75 |
| 211 | 99,30 | 0,70 | 0,81 | 8,93 |
| 212 | 90,62 | 9,37* | 0,70 | 9,26 |
| 221 | 99,17 | 0,83 | 0,82 | 10,84 |
| 222 | 83,93 | 16,0* | 0,65 | 11,39 |

* Ferrita Proeutectoide

De la Tabla 27 se extraen los resultados para las dos temperatura (900 °C y 930 °C), los dos tiempos (30 y 60 minutos) y los dos potenciales de carbono (0,8 % y 1,2 %), se presenta el porcentaje de carbono equivalente (calculado) y el tamaño de grano austenítico previo. Se observa también que el contenido de carbono calculado mediante MO no concuerda con el definido en la atmósfera del horno, la razón de este resultado es que estos valores son calculados incluyendo la capa descarburada en la superficie del material y porque corresponden a valores promedios entre las réplicas de la misma condición de tratamiento.

El propósito de la etapa de carburización durante la cementación es obtener capas con alto contenido de carbono sin enriquecimiento de carbono en el núcleo, tal y como

se obtuvo en las piezas carburizadas, en el núcleo de estas piezas se identificó una estructura ferrítico-perlítica como la mostrada en Figura 55.

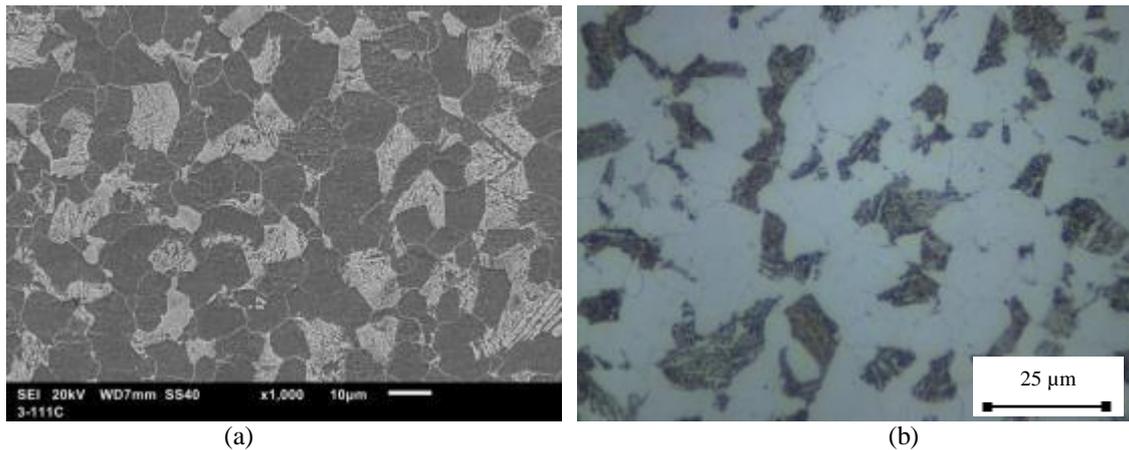


Figura 55. Microestructura del SAE 8620, en el tratamiento 111 a 3000 μm de la superficie, (a) MEB y (b) MO. Nital 2 %

El análisis de microscopía óptica reveló una microestructura ferrítico-perlítica con 23,69 % de fase eutectoide laminar en el AISI 1020 y 25,43 % en el AISI 8620, ambas calculadas a partir de las micrografías y son correspondientes a un acero hipoeutectoide de 0,2 % de carbono. Se distingue en la región oscura de la Figura 55a granos equiaxiales de ferrita proeutectoide con límites de grano visibles, esta fase es el constituyente más blando de los aceros y corresponde a las regiones claras de la Figura 55b. La otra fase que se presenta en la Figura 55 es perlita.

Después del endurecido, en la condición templada y revenida las piezas presentaron una estructura de martensita revenida en la superficie, dado el rápido enfriamiento desde la temperatura de austenización como la mostrada en la Figura 56. Esta transformación martensítica es adifusional por lo tanto, la microestructura obtenida contiene la misma cantidad de carbono de la austenita previa, en este caso el mismo perfil de composición obtenida durante la carburización este perfil puede cambiar un poco dado que continua difundiendo el carbono hacia el interior de la pieza durante la temperatura de austenización para la temple. Las diferencias morfológicas de la martensita dependen principalmente del contenido de carbono, de los elementos aleantes y del tamaño de grano austenítico previo. El tamaño de grano austenítico se midió mediante MEB a una profundidad de 1000 μm y los resultados se presentan en la Tabla 27. En la Figura 56 se muestra las micrografías en la superficie de los tratamientos 112 (Figura 56a) y 122 (Figura 56b) en condición templada y revenida.

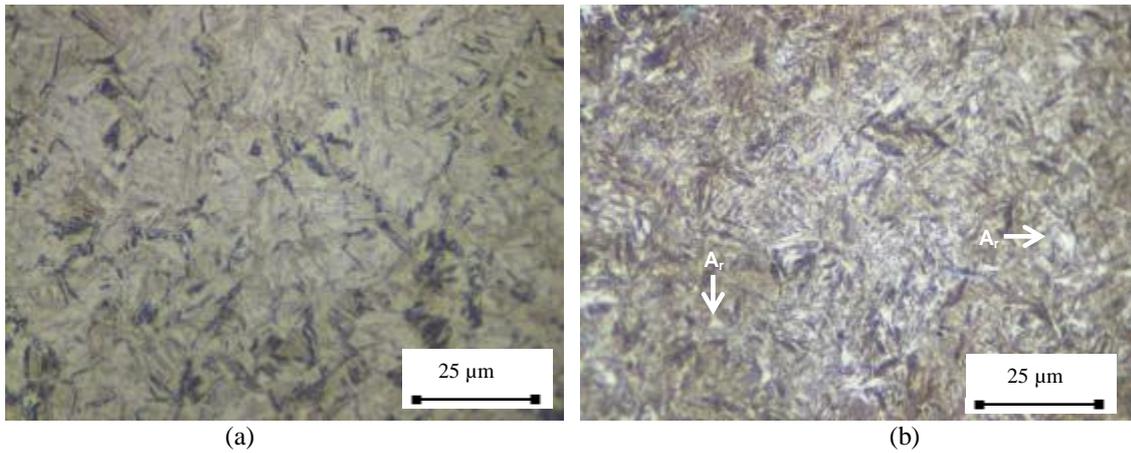


Figura 56. Micrografías cerca de la superficie en el AISI/SAE 8620 de los tratamientos (a) 112 y (b) 122 en condición cementadas, reveladas con Nital al 2 %

En la Figura 56a se observa una microestructura de martensita en listones con morfología similar pero de menor tamaño que la presentada en la Figura 56b, en esta se identifican listones de martensitas en diferentes orientaciones, martensita en forma de láminas y pequeñas regiones con austenita retenida (A_r) señaladas en la Figura 56b, debido al gran contenido de carbono, los porcentajes de austenita retenida presentes en estas muestras corresponden a las cantidades de carbono mostrados en la Tabla 27, presentándose en algunos casos 0 %.

La mayor cantidad de austenita retenida provoca disminución de la dureza en la superficie del tratamiento 122 respecto al tratamiento 112 pero un perfil de dureza de mayor profundidad, como se aprecia en la Figura 58. Microestructuras similares se obtuvieron en los tratamientos 111 y 121 templadas y revenidas. En el núcleo de los tratamientos 111, 112, 121 y 122 en condición templada y revenida se identificó bainita como un agregado no laminar de ferrita y carburo en forma de placa, esta bainita se nucleó en los límites del grano austenítico y creció en forma de grupos de listones o listones que nuclearon adyacentes entre sí por nucleación simpática. La Figura 57 muestra la microestructura obtenida en condición templada más revenido del tratamiento 121 cerca al núcleo.

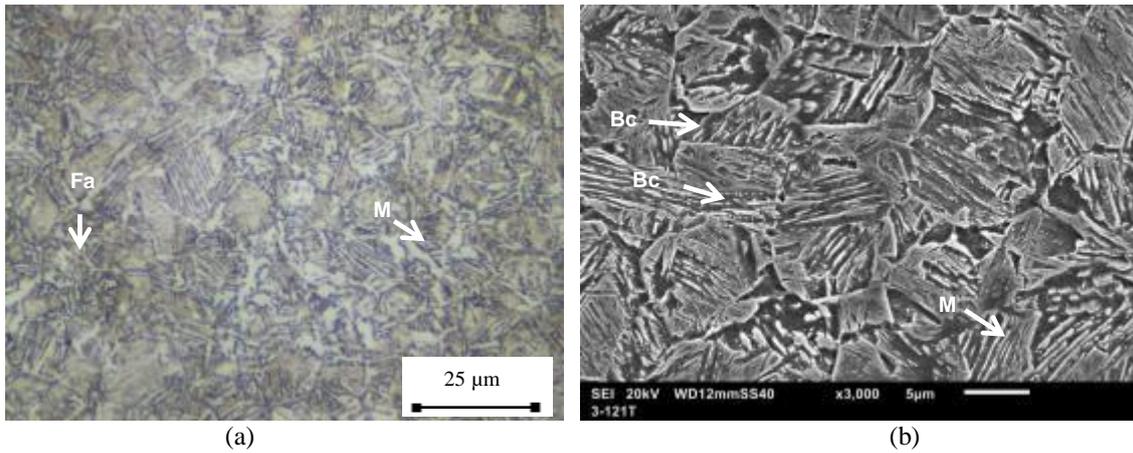


Figura 57. Micrografías cerca al núcleo del tratamiento 121 en condición templada y revenida, Nital 2 %, (a) MO y (b) MEB.

En la Figura 57 además de la bainita se identificó ferrita alotriomorfa (Fa), de tipo widmånstatten (Fw), bainita coalescida (Bc), martensita (M) y perlita (P), como se indican en la figura. Estos perfiles microestructurales obtenidos en la condición templada y revenido, están asociados al perfil de carbono que se obtuvo en cada uno de los niveles de tratamientos térmicos de carburización, estos perfiles de composición fueron determinados mediante EEO siguiendo el procedimiento descrito en la sección 5.5.1 de la metodología, y basados en estos perfiles se determinó la profundidad de capa endurecida. En la Tabla 28 se muestra el porcentaje de carbono en la superficie de las muestras de cada nivel de tratamiento determinado mediante EEO.

Tabla 28. Porcentaje de carbono en la superficie por EEO

| Condición | Porcentaje de carbono en la superficie por EEO | Desviación estándar |
|-----------|--|---------------------|
| 111 | 0,89 | 0,03 |
| 112 | 1,02 | 0,07 |
| 121 | 0,64 | 0,18 |
| 122 | 1,03 | 0,03 |
| 211 | 0,89 | 0,04 |
| 212 | 0,88 | 0,03 |
| 221 | 0,60 | 0,23 |
| 222 | 0,89 | 0,04 |

De la Tabla 28 se observa que se obtuvo menores contenidos de carbono en la superficie de las piezas para 930 °C que para 900 °C, la razón de este resultado fue que a mayor temperatura mayor velocidad de reacción, lo que provoca menor tiempo de estancia de cada partícula de gas dentro de la recámara, además, para aumentar el potencial de carbono en la atmósfera se aumentó el flujo de acetileno lo que acrecentó el carbono disponible en la atmósfera pero disminuyó aún más el tiempo de contacto de los gases con la superficie de la muestra. Por esta razón no se consiguió el tiempo

suficiente para que el carbono reaccionara en la superficie y se difundiera hacia el interior de las muestras, sin embargo, se obtuvo perfiles de composición y microdureza diferentes para cada nivel de tratamiento, lo que permitió evaluar cada factor mediante el RMB. Las microestructuras y los perfiles de composición obtenidos, arrojan los perfiles de dureza mostrado en la Figura 58. Los perfiles de microdureza fueron medidos cada 50 μm de la sección transversal de todas las réplicas de cada tratamiento, hasta conseguir una microdureza constante, esto sucedió aproximadamente a 800 μm pero se tomaron medidas hasta 1100 μm . El gráfico de la Figura 58 muestra el perfil de microdureza para cada uno de los tratamientos a 900 °C en el acero SAE 8620 en condición templado y revenido.

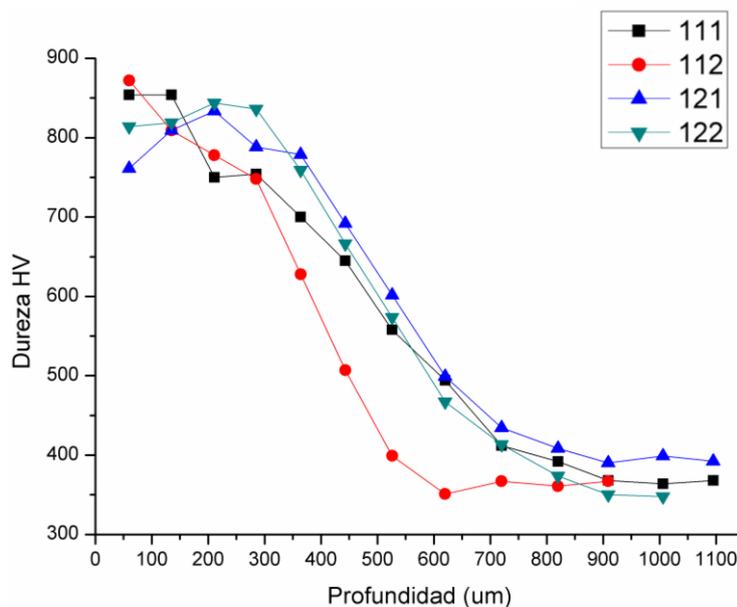


Figura 58. Perfil de microdureza de todos los tratamientos del acero SAE 8620 a 900 °C

En el gráfico de la Figura 58 se perciben las diferentes pendientes dadas por la variación de la cantidad de carbono, el tiempo y la temperatura de austenización durante la carburización dado que la temperatura y tiempo de permanencia durante el temple y el revenido fueron los mismos para todos los tratamientos. Se aprecia en la Figura 58 que las muestras con los tratamientos 111 y 112 presentan un perfil decreciente desde la superficie hacia el interior de la pieza, mientras que las muestras de los tratamientos 121 y 122 comienzan aumentando la dureza hacia el interior de la pieza y luego disminuye hasta el material base, esto se debe a que los valores de dureza medidos en las piezas cementadas responden al porcentaje de carbono así; en los aceros de baja aleación la dureza va aumentando a medida que aumenta el porcentaje de carbono hasta alcanzar una composición de 0,8 %, donde se consigue la máxima dureza, superior a esta

composición la dureza disminuye por la presencia de austenita retenida en la condición cementada, dependiendo directamente del tipo de aleantes, mientras que en el aceros al carbono la dureza aumenta hasta 1,0 % de carbono (Valencia, 2009). Un patrón similar siguió el gráfico de la Figura 59 para la temperatura de 930 °C. De la baja dureza de la pieza con tratamiento 121 de la Figura 58 se vio afectada por la presencia de una pequeña capa descarburada en la superficie, estos resultados en algunas réplicas afectaron negativamente el promedio. Dicha descarbonación fue debido al tiempo que tomó desocupar los gases explosivos de la recámara al finalizar la carburización, y es propia del proceso, esto provocó una caída de la concentración de carbono y de la dureza, esta zona varió de cero (0) hasta cincuenta micrómetros según el tratamiento. Se presenta en la Figura 59 el perfil de dureza de todos los tratamientos a 930 °C.

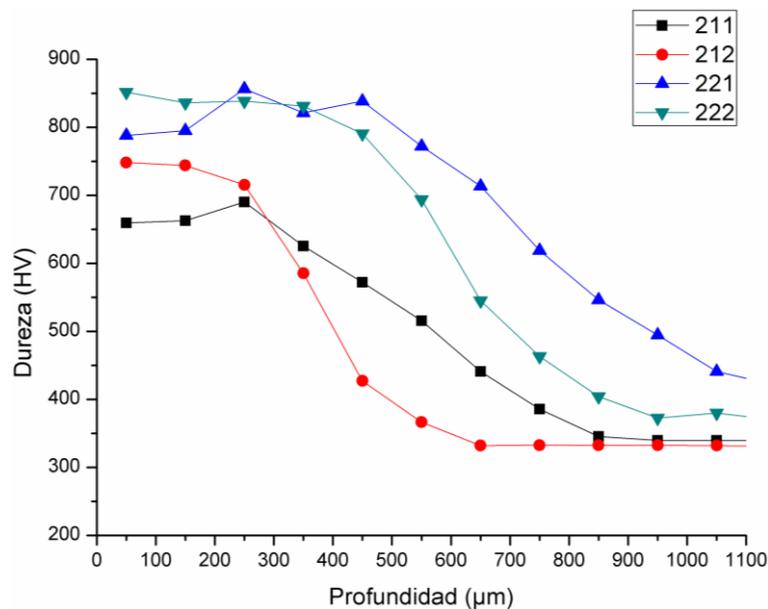


Figura 59. Perfil de microdureza para el acero 8620 cementado en todos los tratamientos, a temperatura de 930 °C

Al comparar la Figura 58 con la Figura 59 se extrae que se obtuvo mayor profundidad de capa endurecida con mayor temperatura de austenización debido a que en la ecuación 2 de la sección 2,1,1, la temperatura aparece en el denominador del exponente, y este exponente es negativo en la expresión para la difusividad lo que causa que a mayor temperatura, haya mayor excitación de los átomos y por lo tanto, mayor energía de activación, indicando que la sustancia difusora puede sobrepasar más fácilmente la restricción entre los átomos del solvente, es decir a mayor temperatura mayor velocidad con la cual se difunden los átomos de carbono en la red cristalina del hierro. Esta difusión de carbono produjo transformaciones de fases, perfiles microestructurales y de dureza hasta profundidades mayores obteniéndose martensitas

con diferente estado de tensiones, producto de la diferencia en contenido de carbono entre las piezas con diferentes temperaturas y tratamientos. Por otra parte los gráficos en ambas figuras no corresponden al promedio de los perfiles de dureza sino a una sola de las réplicas, no obstante, estos resultados representan el comportamiento general de los perfiles. De ambas figuras también se deduce que el aumento del flujo de acetileno para aumentar el potencial de carbono en la superficie ocasionó una disminución en el tiempo de estancia que produjo (no en todos los casos) menores contenidos de carbono en la superficie de las muestras, pero sí perfiles de composición más superficiales para las piezas que debían tener mayor potencial de carbono. De los perfiles de composición de carbono, medidos por espectrometría de emisión óptica cada 50 μm desde la superficie y hasta profundidades donde la composición permaneció constante a 0,2 % de carbono, se determinó la profundidad de capa cementada para cada tratamiento. Se definió la capa cementada efectiva como aquella cuyo contenido de carbono sea superior a 0,35 % de carbono (Valencia, 2009), dado que a partir de esta composición se consigue durezas superiores a 450 HV (ASM Handbook Committee, 1991). Basados en este criterio se trazó el perfil de composición y se calculó la profundidad de capa endurecida para cada tratamiento, paralelamente se trazaron curvas de microdureza como lo muestra la Figura 60 y se compararon estos resultados. Este procedimiento se realizó para todos los niveles de tratamientos.

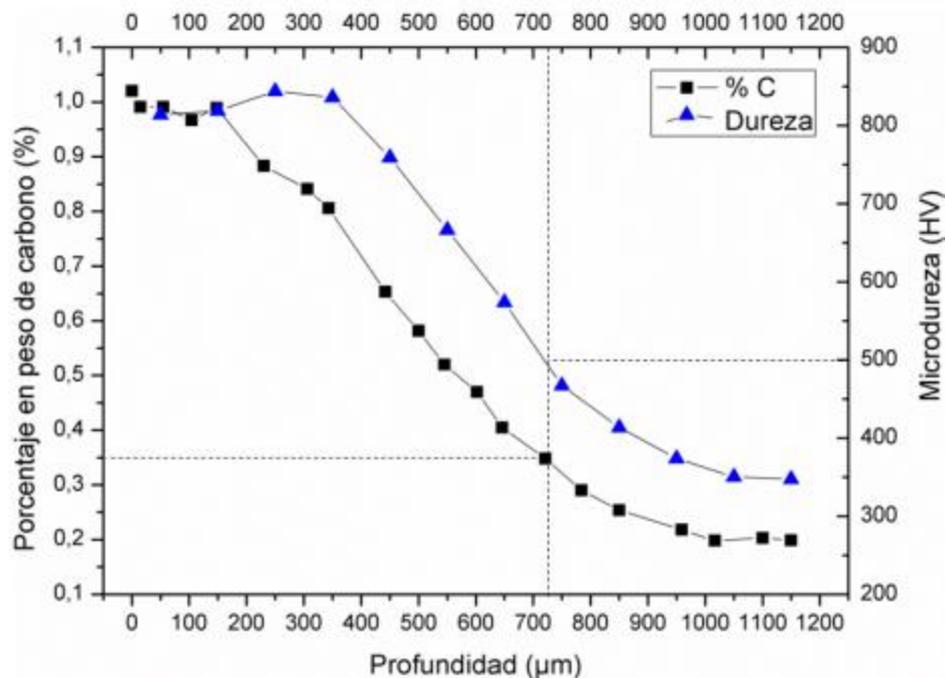


Figura 60. Perfil de composición y de microdureza para la muestra de acero 8620 cementada con tratamiento 222

Se presenta en la Figura 60 el perfil de carbono y de microdureza versus la profundidad de la muestra de acero 8620 cementada con el tratamiento 222, se utilizaron líneas punteadas para la determinación de la profundidad de capa cementada, en este caso se obtuvo una profundidad de capa de aproximadamente 720 μm y coincide con una dureza cercana a 500 HV. En la Tabla 29 se recopila la profundidad de capa cementada y el valor de dureza en la superficie para las muestras de acero 8620 en condición cementadas a 900 °C y 930 °C para todos los niveles de tratamientos.

Tabla 29. Profundidad de capa endurecida y dureza superficial de todos los niveles de tratamientos

| Tratamiento | Profundidad de capa cementada (μm) | Desviación estándar | Dureza Superficie (HV) | Desviación estándar |
|--------------------|---|----------------------------|-------------------------------|----------------------------|
| 111 | 375 | 21,3 | 855 | 8,9 |
| 112 | 520 | 23,4 | 875 | 13,0 |
| 121 | 550 | 35,6 | 765 | 18,7 |
| 122 | 650 | 17,9 | 815 | 18,2 |
| 211 | 430 | 42,5 | 660 | 15,7 |
| 212 | 618 | 32,3 | 750 | 17,9 |
| 221 | 663 | 40,0 | 787 | 27,6 |
| 222 | 724 | 23,8 | 850 | 31,0 |

De la Tabla 29 se observa un aumento en la profundidad de capa cementada a medida que aumentan los valores de temperatura, tiempo y potencial de carbono, tal y como lo expresa la segunda ley de Fick. Se observa que la profundidad de capa obtenida mediante los perfiles de composición, difieren si se comparan con las profundidades alcanzadas en los perfiles de dureza, la razón de esto es que se puede alcanzar diferentes valores de dureza para una misma cantidad de carbono dependiendo del porcentaje de transformación martensítica que se obtenga, como se ilustra en la Figura 61 y esta transformación además de la proporción de carbono depende de la temperatura de austenización, el tiempo de permanencia y la velocidad de pérdida de calor definida por el medio enfriamiento. Por esta razón se utiliza el perfil de composición en vez del perfil de microdureza para la determinación de la capa efectiva.

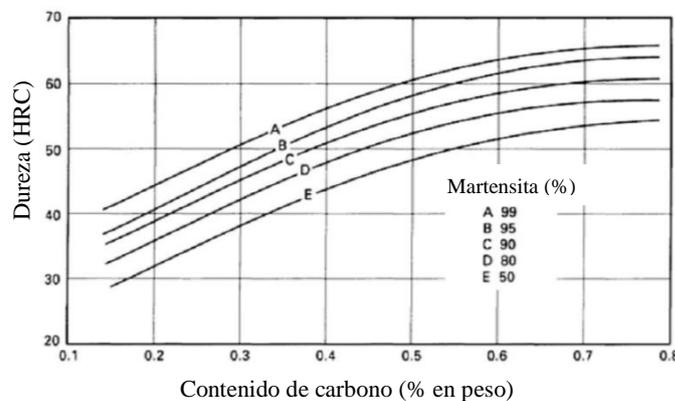


Figura 61. Relación entre la cantidad de martensita, la dureza y el porcentaje de carbono (Ortiz Cárdenas & López, 2012)

Al comparar mediante la Figura 61 los resultados de la Tabla 27 y la Tabla 29 se observa que algunos valores de dureza no corresponden a los porcentajes de carbono, esto se debe a que los valores presentados en estas tablas son valores promedios entre las réplicas de cada nivel de tratamiento, lo que causa una desviación estándar propia del proceso para los valores de la profundidad de capa y para la dureza en la superficie. Estas diferencias entre las réplicas fueron causadas por factores como la posición de la pieza, distribución de la temperatura, corrientes térmicas, y/o puntos calientes dentro del horno, así como la variación de flujo (perfil de flujo), es posible que a menores flujos el fluido presentara un flujo laminar, donde las partículas siguen trayectorias definidas y todas siguen la misma trayectoria, mientras que para incrementar el potencial de carbono se aumentó el flujo de acetileno, lo que acrecentó el gradiente de velocidad, aumentando la fricción entre las partículas vecinas dentro del fluido y haciendo que adquieran una rotación, la cual cambia su trayectoria y provoca que choquen entre sí, esto hace que el fluido se comporte más como un flujo turbulento que como un flujo laminar lo que induce cambios en la velocidad de reacción en la superficie de la pieza y por lo tanto, en el perfil de composición.

6.4.2 Resultados y análisis de la caracterización mediante RMB

En esta sección se exponen los resultados y análisis obtenidos de la caracterización mediante RMB en todos los tratamientos térmicos superficiales de los aceros AISI 8620 y 1020, dado los resultados obtenidos en la caracterización microestructural se decidió analizar para los dos grupos de potenciales de carbono conseguidos esto es para cada una de las temperaturas de 900 °C y 930 °C. Primero se presentan los resultados y análisis para el acero SAE 8620 a 900 °C posteriormente se realizó una comparación con los resultados obtenidos a 930 °C y finalmente se realizó un procedimiento similar

para el acero SAE 1020. No, sin antes evaluar el efecto de la frecuencia de excitación de campo magnético y seleccionar la frecuencia para el análisis de los datos.

6.4.2.1 Resultados y análisis para diferentes frecuencias de excitación de campo

De la misma manera que se hizo con los cementantes líquidos y sólidos, se evaluó el efecto de diferentes frecuencias de excitación de campo externo, para esto se realizaron mediciones de RMB con las frecuencias de 5, 10, 20, 30 y 40 Hertz sobre las muestras en todas las condiciones y niveles de tratamiento. Se estimó que a bajas frecuencias de excitación se obtuvieron campos magnéticos de mayores profundidades e información de zonas por debajo de la capa cementada, mientras que con frecuencias mayores se obtuvieron campos magnéticos más superficiales e información de la capa endurecida, sin considerar los perfiles microestructurales y de composición de las piezas, dado que se obtuvieron perfiles de composición desde un acero con 1,2 % de carbono hasta un acero con 0,2 %. Por lo tanto es necesario considerar la variación de carbono desde la superficie hacia el interior de la pieza, la cual altera los valores de conductividad eléctrica y permeabilidad magnética, así como a las propiedades magnéticas del núcleo, lo cual afecta los resultados en las mediciones de RMB. A continuación, se muestran los gráficos de los valores *rms* de las señales de Barkhausen vs las frecuencias de excitación del campo magnético externo utilizado en cada condición de tratamiento. La Figura 62 corresponde a la condición sin tratamiento térmico, la Figura 63 a la condición carburizada y la Figura 64 a la templada más revenido (cementada).

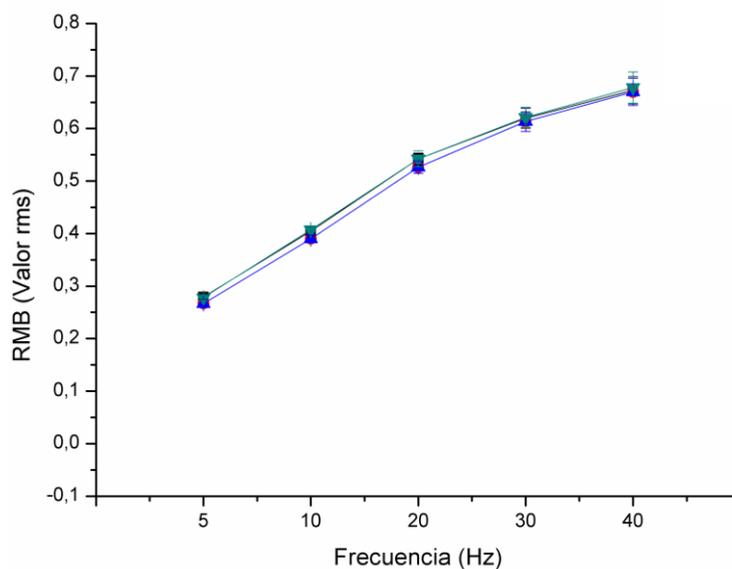


Figura 62. Valores *rms* para cada frecuencia de excitación en condición de entrega para los todos los tratamientos del acero SAE 8620

Se observa en el gráfico de la Figura 62 que todas las muestras en condición sin tratamiento térmico presentan valores de *rms* similares para cada una de las frecuencias utilizadas, debido a que las muestras provienen de una misma barra de acero y por lo tanto, presentan propiedades químicas y microestructurales semejantes. No obstante estos valores empiezan a tornarse diferentes después de realizar carburización superficial con diferentes condiciones de tiempo y composición para la temperatura de 900 °C, como se muestra en la Figura 63.

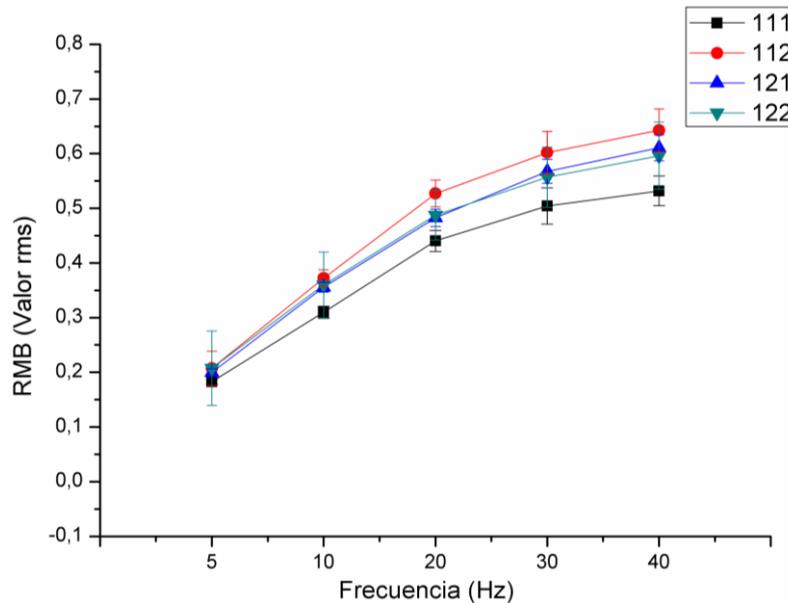


Figura 63. Valores *rms* para cada frecuencia de excitación en condición carburizado a la temperatura de 900 °C, para los todos los tratamientos del acero SAE 8620.

De la Figura 63 Se resalta que los valores de *rms* de las señales de Barkhausen van cambiando a medida que se aumenta la frecuencia de excitación. Esto se relaciona con efecto *skin depth*, debido a que las muestras presentan perfiles de composiciones químicas y microestructurales diferentes. A bajas frecuencias los valores *rms* de las señales de RMB son muy próximos entre sí, porque las señales provienen de capas más profundas y se observó en la caracterización microestructural que en todos los niveles de tratamiento el núcleo presentó microestructuras similares de granos de perlita y ferrita equiaxiales (ver Figura 55). Por otra parte a medida que se utilizaron frecuencias de excitación más altas, los valores *rms* de las señales se fueron diferenciando entre los diferentes tratamientos, debido a que a mayor frecuencia la información proviene de zonas más cerca de la superficie y la caracterización microestructural reveló que algunas muestras presentaron mayor cantidad de cementita proeutectoide en los límites de grano de la perlita, lo que sugiere diferentes contenidos de carbono en la misma profundidad de donde proviene la respuesta de RMB (Figura 54). De la Figura 63 se percibe que el

tratamiento 112 se aleja más que las demás del tratamiento 111 lo que sugiere que en la condición carburizada es más significativo el cambio en el potencial de carbono de la atmósfera que en el tiempo de permanencia y que la interacción de ambos factores.

Después del temple y el revenido, en los cuales la microestructura que se obtuvo en la superficie fue martensita, se evidencia una mayor divergencia en los valores *rms* del RMB con el aumento de la frecuencia de excitación como se observa en la Figura 64.

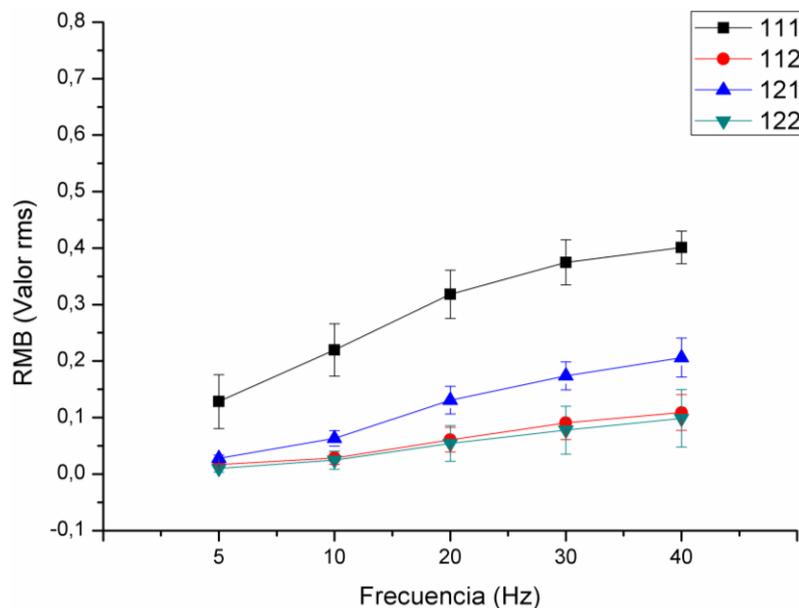


Figura 64. Valores *rms* para cada frecuencia de excitación en condición cementado para todos los tratamientos del acero SAE 8620

En la Figura 64 se obtuvo un comportamiento contrario a lo observado en condición carburizada de la Figura 63, en este caso las piezas que presentaron mayor cantidad de carbono, en condición cementada se posicionaron hacia el inferior de la gráfica, mientras que en el estado carburizado se encuentran hacia la parte superior, esto se debe a que los niveles de tratamiento con mayores contenido de carbono en la superficie en la condición carburizada son los que presentaron más puntos de anclaje al movimiento de las paredes de dominio y por lo tanto, mayores valores *rms*. Estos mismos niveles de tratamientos son los que en condición cementada ahora presentan mayor estado de tensiones internas, mayor densidad de dislocaciones y una martensita con mayor contenido de carbono, provocando mayor número de eventos de RMB, pero de muy baja amplitud, lo que se traduce en menores señales de RMB. Esto conlleva a que en tratamiento 112 que fue el más diferencial en la condición carburizado lo sea también en la condición cementado. Este comportamiento es correspondiente a las cantidades de fases identificadas en cada nivel de tratamiento mostradas en la Tabla 27. Y corresponde con la cantidad de carbono presente en cada nivel de tratamiento (ver

Figura 56 y Figura 57). Por último, se extrae de las tres figuras que los valores *rms* de las señales de RMB son estadísticamente diferentes cuando se evalúa el efecto de la composición, el tiempo y la interacción, entre las tres condiciones de tratamiento.

Importante de resaltar que para una frecuencia de 40 Hz se presentan mayores diferencias entre las muestras cementadas debido a que la información de las señales de RMB provienen de zonas cercanas a la superficie, con una microestructura martensítica diferente en morfologías y dureza, debido a los perfiles de composición, microestructurales y dureza obtenidos, sin embargo, los resultados conservan la misma tendencia que en las frecuencias de 10, 20 y 30 Hz. Por lo tanto, se revela que a mayor frecuencia de excitación mayor sensibilidad del RMB a los cambios en la composición y tiempo de carburización para estas condiciones de tratamiento térmico superficial. Del mismo modo se obtuvo que a partir de una frecuencia de 10 Hz se consigue diferenciar los tratamientos, por lo que se puede utilizar esta frecuencia para los análisis estadísticos, dado que se obtiene mayor profundidad de respuesta del RMB con lo que se consigue mayor información del núcleo y de la capa, y puede ser utilizada para la caracterización de capas más profundas.

6.4.2.2 Resultados para los valores rms de las señales de RMB

Después de obtener las señales de todos los tratamientos se graficaron y se calcularon los valores *rms* de las señales de RMB utilizando la Ecuación 15 de la sección 2,2,2, La Figura 65 muestra los gráficos de los cuatro niveles de tratamiento, en el eje de las ordenadas los valores de voltaje de las señales de RMB obtenidas a 10 Hz para cada tratamiento en cada uno de las condiciones, y en el eje de las abscisas el tiempo hasta un valor de 0,1 segundo, para el AISI/SAE 8620 a 900 °C. En color rojo la condición sin tratamiento, en azul la condición carburizado y en negro la condición templada más revenido (cementada).

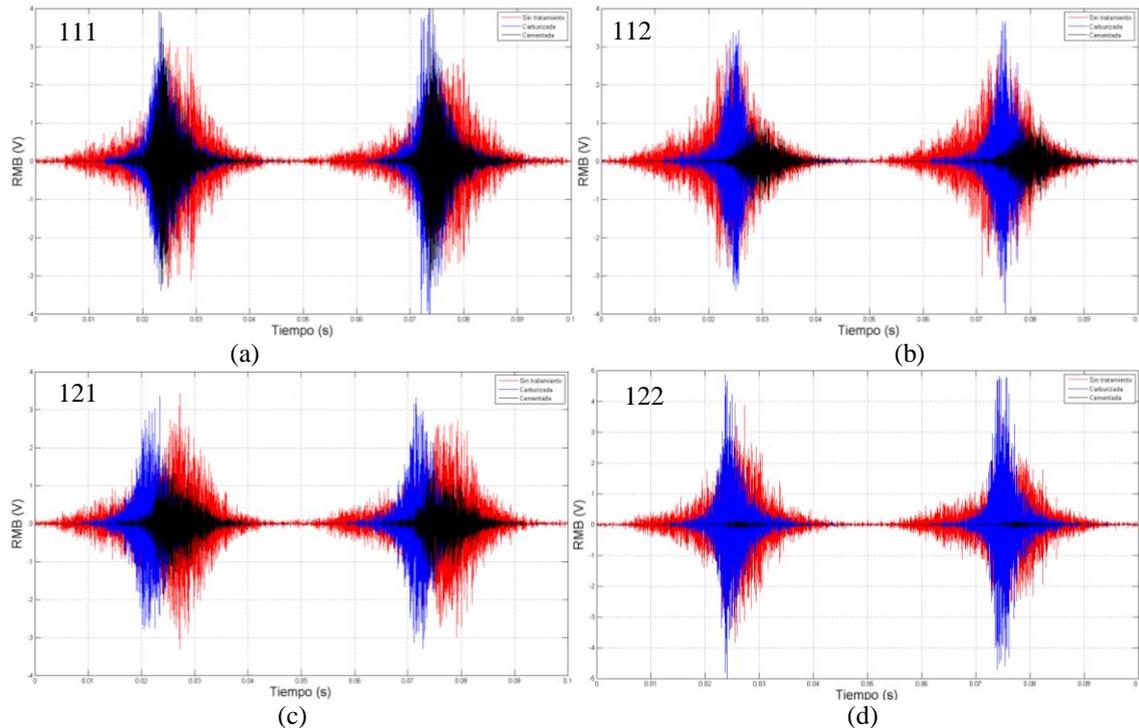


Figura 65. Gráfico de las señales de RMB en las condiciones sin tratamiento, carburizado y cementado para todas las combinaciones de los niveles a 900 °C. (a) 111, (b) 112, (c) 121 y (d) 122

De la Figura 65 se extrae que las señales en condición sin tratamiento (roja) permanecen inalterables, debido a que todas las muestras provinieron de la misma barra de acero. En la condición carburizada se aprecian más angosta y de mayor amplitud dado la mayor presencia de perlita como segunda fase, que ocasiona menor número de eventos de Barkhausen y hace que los dominios magnéticos necesiten mayor energía para la rotación y el crecimiento, además, no todas son iguales en amplitud, número de evento y posición como la Figura 65c donde se presenta más desplazada hacia la izquierda que el resto, debido a que en cada nivel de tratamiento se alteró un factor diferente, en esta fue mayor tiempo de permanencia durante la carburización. Mientras que en el caso de las señales en condición templada más revenido se perciben desplazadas hacia la derecha, de menor tamaño y amplitud, debido al cambio de fase. Las muestras pasaron de una estructura ferrítico-perlítica a una estructura martensítica en la superficie, que presenta mayor estado de tensiones, mayor número de dislocaciones que favorecen la formación de nuevos dominios magnéticos, pero de muy poca amplitud dada las cercanías de las dislocaciones (alta densidad de dislocaciones). También se resalta las diferencias en el número de eventos, la amplitud, valor y posición de pico máximo de las señales en cada nivel de tratamiento, por ejemplo, aquella que presenta menor señal es la Figura 65d que fue tratada a temperatura de 900 °C, con un potencial de 1,2 % de carbono en la superficie y durante un tiempo de 60 minutos

(tratamiento 122), justamente la de mayores condiciones de potencial y tiempo. Mientras la señal de la pieza en condición templada y revenido del menor nivel de tratamiento (111) mostrada en la Figura 65a, es la que destaca mayor amplitud. Tomando la señal de esta última como condición de referencia se comparó con la Figura 65b para el evaluar el efecto del potencial de carbono. Al comparar con la Figura 65c se evaluó el efecto del tiempo de permanencia durante la carburización. Las diferencias observadas en ambos tratamientos se deben al mayor porcentaje en peso de carbono a través de todo el perfil transversal de la superficie y sobre todo en fases a la profundidad donde se originaron las señales de RMB y a la profundidad de capa cementada.

De manera análoga se procesaron los datos para la temperatura de 930 °C, se obtuvieron resultados muy similares a los obtenidos a 900 °C, con la diferencia que al aumentar la temperatura variaron aún más las posiciones de los picos máximos entre las tres condiciones como se muestra en la Figura 66.

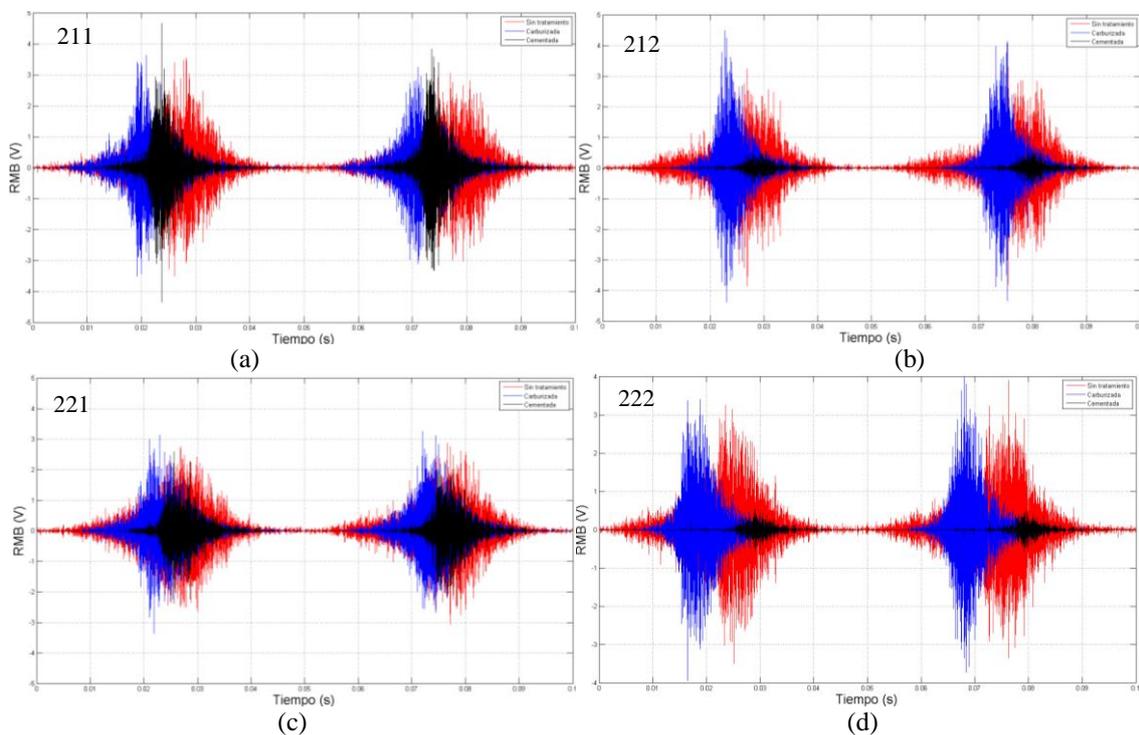


Figura 66. Gráfico de las señales de RMB en las condiciones sin tratamiento, carburizado y cementado para todas las combinaciones de los niveles a 930 °C. (a) 211, (b) 212, (c) 221 y (d) 222

Lo mostrado en la Figura 66 conserva la misma tendencia que lo presentado en la Figura 65 aunque varía un poco la amplitud y la posición de pico máximo, porque a mayor temperatura mayor vibración entre los átomos lo que ocasiona mayor velocidad de difusión de los átomos del soluto en el solvente, haciendo más revelador el efecto del tiempo de permanencia y del potencial de carbono durante la carburización y por lo tanto, sobre las respuestas de RMB, lo cual se refleja en los valores *rms* de las señales

presentados en la Tabla 30. Las señales de la Figura 65 y Figura 63 fueron procesadas en el dominio del tiempo y en la Tabla 30 se presentan los valores *rms* promedio entre las diez mediciones de las tres réplicas.

Tabla 30. Valores *rms* de las señales a 10 Hz en las tres condiciones a 900 °C y 930 °C del SAE 8620

| Tratamiento | Sin Tratamiento | Desviación estándar | Carburizada | Desviación estándar | Cementada | Desviación estándar |
|-------------|-----------------|---------------------|-------------|---------------------|-----------|---------------------|
| 111 | 0,3993 | 0,010 | 0,3245 | 0,023 | 0,2196 | 0,047 |
| 112 | 0,3950 | 0,008 | 0,3608 | 0,021 | 0,0286 | 0,011 |
| 121 | 0,3940 | 0,009 | 0,3580 | 0,011 | 0,0633 | 0,014 |
| 122 | 0,4074 | 0,010 | 0,3030 | 0,015 | 0,0245 | 0,016 |
| 211 | 0,3985 | 0,009 | 0,3623 | 0,024 | 0,2750 | 0,049 |
| 212 | 0,3979 | 0,007 | 0,3747 | 0,017 | 0,0375 | 0,007 |
| 221 | 0,3891 | 0,011 | 0,3418 | 0,007 | 0,1927 | 0,016 |
| 222 | 0,3980 | 0,011 | 0,3719 | 0,018 | 0,0275 | 0,010 |

De la Tabla 30 se advierte que los valores *rms* de las señales de RMB corresponden con el comportamiento de las señales mostrado en la Figura 65 y Figura 63 donde a mayor contenido de carbono a una misma profundidad ya sea por el aumento del tiempo de permanencia o el potencial de carbono, mayores valores de *rms* en la condición carburizado y hasta un orden de magnitud menor en la condición cementada tal y como se explicó anteriormente. Por lo tanto, son similares los valores *rms* en la condición sin tratamiento, dado que provienen de la misma barra de acero, mientras que en la condición carburizado se presentan diferencias por el aumento del tiempo, el potencial de carbono o la interacción de ambos factores, estas mudanzas originaron diferencias en los valores de *rms* más marcadas en la condición cementado y se vieron reflejadas en las envolventes de las señales.

6.4.2.3 Resultados para las envolventes de las señales de RMB

Se calcularon las envolventes de las señales de RMB de la Figura 65 siguiendo el procedimiento descrito en la sección 2.2.2, obteniendo resultados similares para la temperatura de 930 °C de la Figura 63. Se presenta en la Figura 67 las envolventes de las señales de RMB en las condiciones (a) sin tratamiento, (b) carburizada y (c) cementada para las frecuencias de excitación de 10 Hz. Las etiquetas 111, 112, 121 y 122 que se presentan en la Figura 67a, son solo para indicar cuál de estas curvas sin tratamiento térmico corresponden a los tratamientos de la Figura 67b y Figura 67c, en condiciones carburizadas y cementadas. Tal y como lo explicado con el gráfico de las

señales y los valores *rms* obtenidos se perciben bastante similitudes entre las envolventes en la condición sin tratamiento de la Figura 67a, mientras que las envolventes de la Figura 67b en condición carburizada presentan, según se observan en las envolventes, mayor amplitud pero señales más angostas en comparación con la condición sin tratamiento. Además, presenta diferente amplitud, número de eventos, valor y posición de pico máximo para cada condición de tratamiento, esto se debe a que cada condición de tratamiento le corresponde un perfil de concentración de carbono dentro de la estructura que promueve un perfil de microestructuras desde mayores durezas en la superficie hasta microestructuras más blandas en el núcleo, esto ocasiona diferente composición de carbono y microestructura a la profundidad donde se originan las señales de RMB, mostrándose mayores envolventes para los tratamientos con potencial de carbono de 1,2 % y tiempos de 30 y 60 minutos.

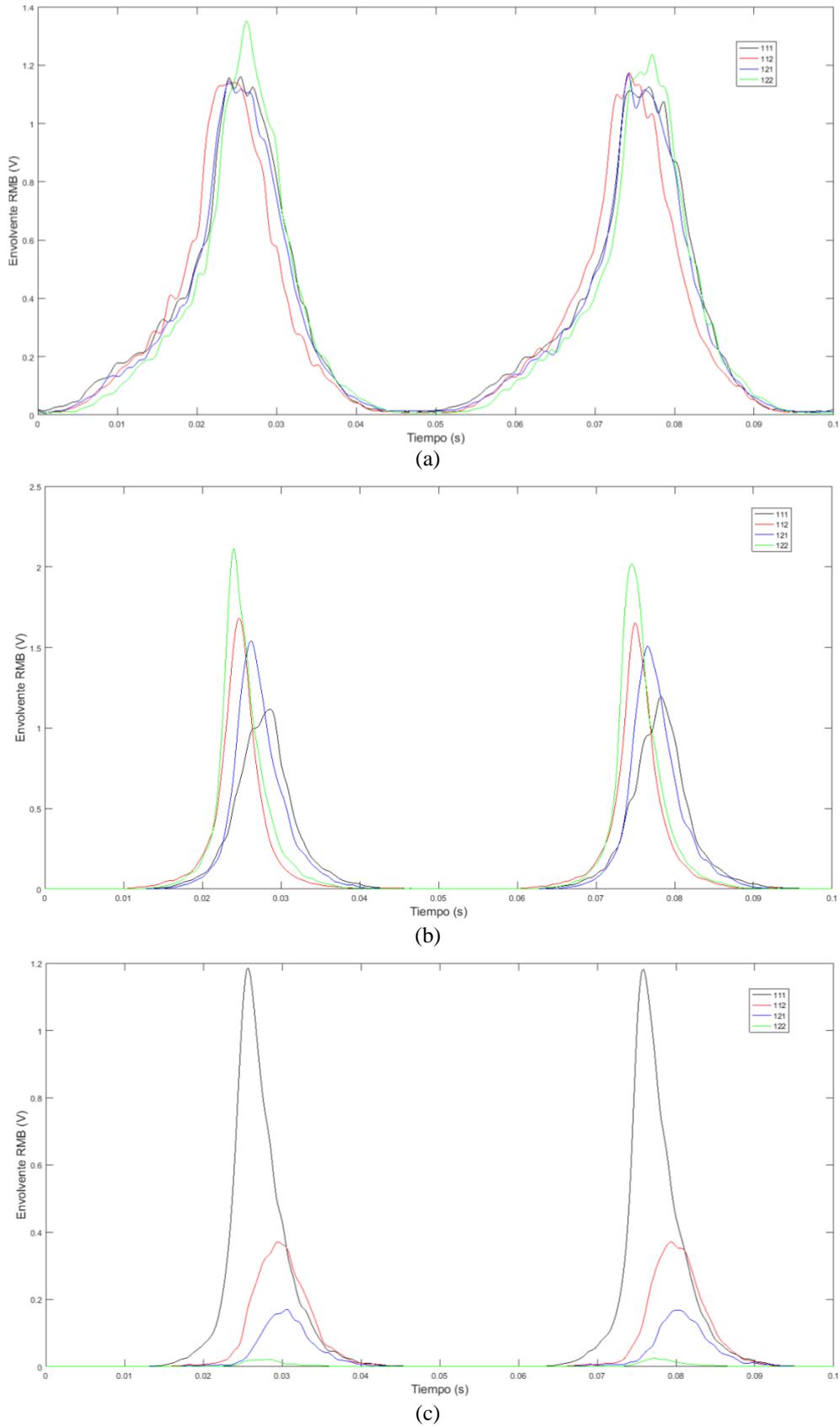


Figura 67. Envolvente de las señales de RMB de los tratamientos 111, 112, 121 y 122 del acero 8620 en condición (a) Sin tratamiento, (b) carburizada y (c) cementada a 10 Hz.

Las envolventes de la Figura 67b que presentaron mayor amplitud dado el más alto contenido de perlita en la condición carburizada, en la condición cementada de la Figura 67c presentan menor amplitud dado que ese contenido de carbono tensiona más los listones de martensita tetragonal. Estos resultados se explicarán más adelante con un análisis de cada factor por separado. Estos mismos gráficos se realizaron para la frecuencia de excitación de 40 Hz obteniéndose la misma tendencia resultados con mayores diferencias entre los niveles de tratamientos.

Los resultados en los gráficos, los valores *rms* y las envolventes de las señales de RMB explicados anteriormente revelan gran sensibilidad de la técnica en la caracterización de capas cementadas mediante el procesamiento en el dominio del tiempo de las señales. Es tanta la sensibilidad de la técnica RMB que consiguió detectar los problemas ocasionados por los factores no controlables como la ubicación y posición exacta de la pieza dentro de la recámara o lo laminar o turbulento del flujo de los gases dentro del reactor, que ocasionaron que algunas réplicas no presentaran las mismas condiciones de tratamiento térmico, y produjeran altas desviaciones estándares en los resultados.

Como ejemplo de esta sensibilidad se expondrá los hallazgos en el tratamiento 121 y se explicará la razón por la cual fueron desechadas algunas réplicas. Al observar las tres réplicas con tratamiento térmico de cementación a 930 °C, 60 minutos y potencial de carbono de 0,8 % en el acero 8620, se observó que tanto la réplica uno como la tres, presentaron microestructuras parecidas de martensita en la superficie, con algunas diferencias en la morfología pero sin decarburización de la superficie, mientras que la réplica dos presentó una microestructura con presencia de ferrita, ferrita alotriomorfa, bainita coalescida y martensita en muy pocas cantidades, lo que sugiere diferente tratamiento térmico para la réplica dos respecto a las otras dos. En la Figura 68 se muestran las imágenes de microscopía electrónica de barrido de las réplicas (a) tres y (b) dos, con tratamiento 121.

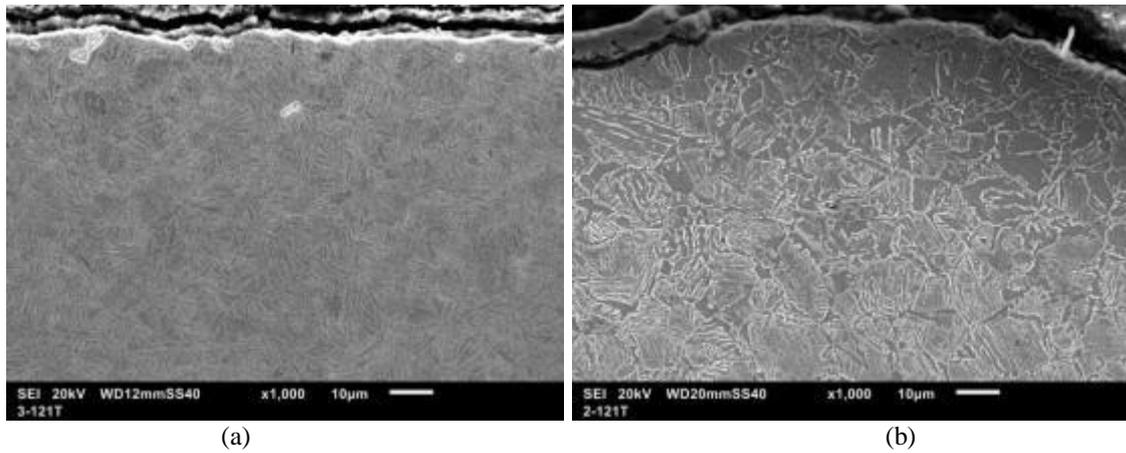


Figura 68. Tratamiento 121, (a) réplicas tres y (b) réplica dos, ambas en condición cementada.

En la imagen de la Figura 68a se advierte una estructura martensítica en la superficie al igual que en la réplica uno, mientras que en la Figura 68b una superficie descarburada sin presencia de martensita y el RMB fue sensible a estas diferencias, en la

Figura 69 se comparan las envolventes de todas las réplicas del tratamiento 121,

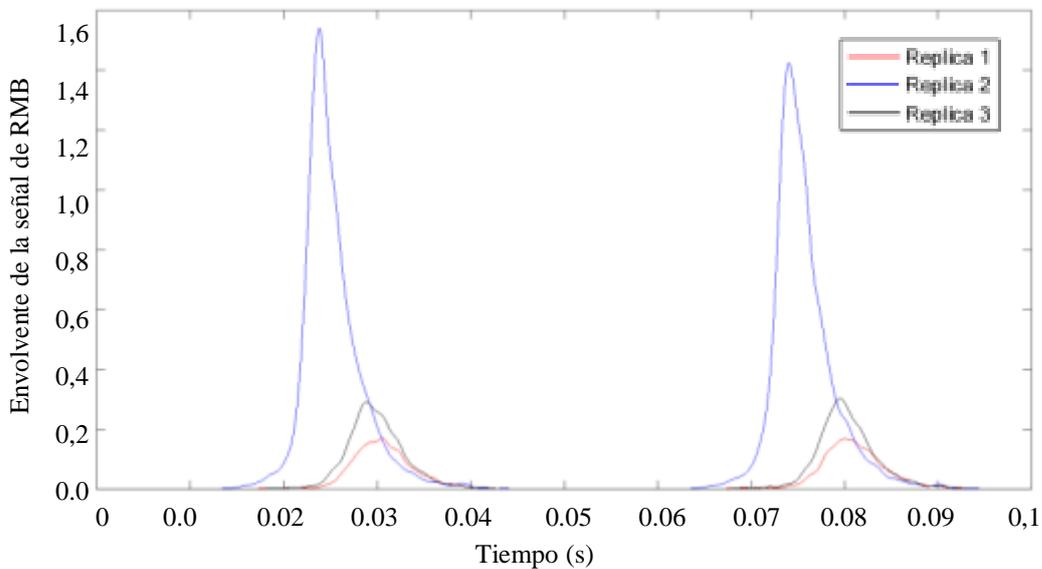
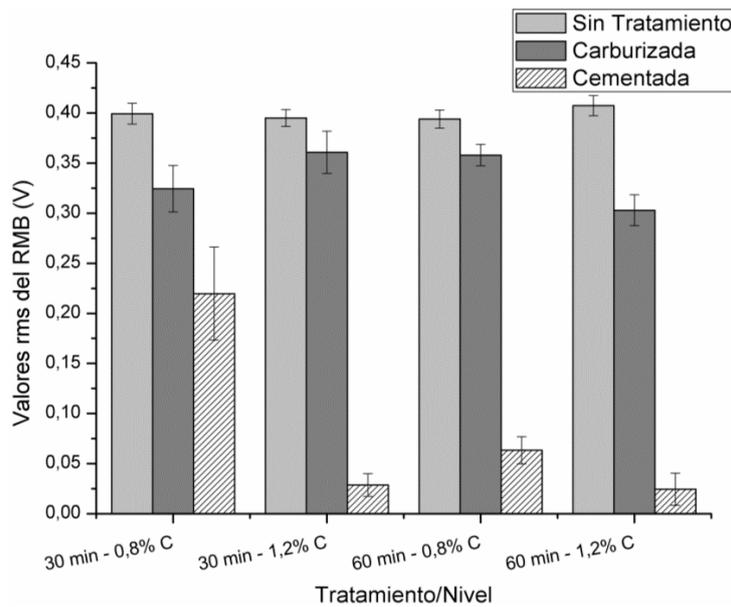


Figura 69. Envoltura de las señales de RMB de todas las réplicas del tratamiento 121 en el acero 8620 en condición cementada

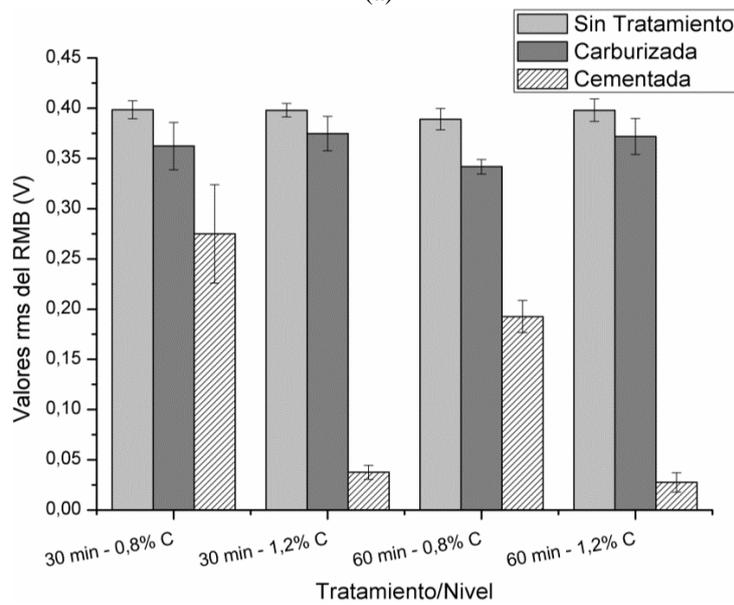
El gráfico de la Figura 69 es bastante revelador en cuanto a la forma de la envolvente de la señal de RMB de la réplica dos respecto a las otras dos y los resultados se ven reflejados en el análisis de las señales y en los valores *rms* de estas. Mientras que los valores *rms* para las réplicas uno y tres fueron 0,050 y 0,076 respectivamente, para la muestra dos fue de 0,298, un orden de magnitud mayor, lo que difiere en gran medida dado que la ferrita presenta mayor amplitud de las señales de Barkhausen que fases más duras como la martensita. Esto condujo a la repetición de esta réplica y de todas aquellas que presentaron altas desviaciones en los resultados.

6.4.3 Análisis de resultados de los valores *rms* de las señales de RMB

En esta sección se comparan los resultados obtenidos en los valores *rms* y las envolventes de las señales de todos los niveles de tratamiento en condición cementada. Primero el análisis para los valores *rms* y posteriormente el análisis de las envolventes para los aceros AISI/SAE 1020 y 8620 a 900 °C y 930 °C. Para el análisis de los valores *rms* de las señales de RMB primero se realizó un diagrama de barras los datos de la Tabla 30 se puede observar el comportamiento de las señales de RMB expresado en sus valores *rms*. Las imágenes en la Figura 70 muestran los diagramas de barras para las temperaturas (a) 900 °C y (b) 930 °C.



(a)



(b)

Figura 70. Valores *rms* de las señales de RMB para las condiciones sin tratamiento, carburizado y cementado de todos los niveles de tratamiento en el AISI/SAE 8620 a (a) 900 °C y (b) 930 °C.

De la Figura 70 se observa la disminución de los valores *rms* de las señales de RMB al pasar la condición sin tratamiento al estado carburizado, debido al aumento en la cantidad de perlita en la superficie de las muestras, esta presenta una estructura laminar que exhibe mayor restricción al movimiento de las paredes de dominio magnético, lo que hace que se requiera mayor energía para sobrepasar el punto de anclaje, originando señales de mayor amplitud pero mucho más angostas, lo que se traduce en menor número de eventos de RMB.

Esta disminución no fue igual para todos los tratamientos, porque todos los niveles de tratamiento fueron medidos con la misma frecuencia de excitación, ocasionando que la respuesta de RMB se originara cerca de una misma profundidad, y a esta distancia las muestras presentaron diferente composición de carbono, que se traduce en diferentes perfiles microestructurales y de dureza que finalmente definen el comportamiento de las señales de RMB.

Una mayor disminución se ostenta en la condición cementada, debido al cambio en la microestructura de la superficie de ferrita y perlita a martensita, la cual disminuye aún más la señal de RMB, dado la alta densidad de dislocaciones y al alto estado de tensiones de esta fase, sin embargo, se hace mucho más diferenciable el efecto de cada factor en la respuesta del RMB.

Por ejemplo, se consigue una mayor disminución del *rms* al aumentar el potencial de carbono en la superficie que al aumentar el tiempo de permanencia, dado que al pasar a un tiempo de 60 minutos se tiene mayor tiempo de difusión de los átomos hacia el interior de la muestra y se estimula el crecimiento del tamaño de grano austenítico previo, lo que produce listones de martensita de mayor tamaño y mayor distancia entre los puntos de anclaje de las paredes de dominio, es decir mayor amplitud de la señal, mientras que el aumento en el potencial de carbono genera mayor cantidad de carbono atrapado en la estructura tetragonal de la martensita, provocando mayor tensión residual, mayor dureza y por lo tanto, menor respuesta del RMB.

Al aumentar la temperatura (Figura 70b) para ambos factores, se ven masificados los efectos de los factores explicados anteriormente. En los resultados a 930 °C de la Figura 70b además de mantener la misma tendencia que los obtenidos a 900 °C en la Figura 70a en la condición cementadas, se destaca el aumento de la señal de RMB para el tratamiento con 60 minutos de sostenimiento y 0,8 % de carbono (121), debido a la cooperación conjunta del crecimiento de grano austenítico con el alivio de tensiones residuales que provocan la exposición a 930 °C durante un tiempo mayor. Al comparar

los valores *rms* de las señales de RMB para las temperaturas de 900 °C y 930 °C en la Figura 71, se observa un comportamiento similar de los resultados en cada nivel de tratamiento.

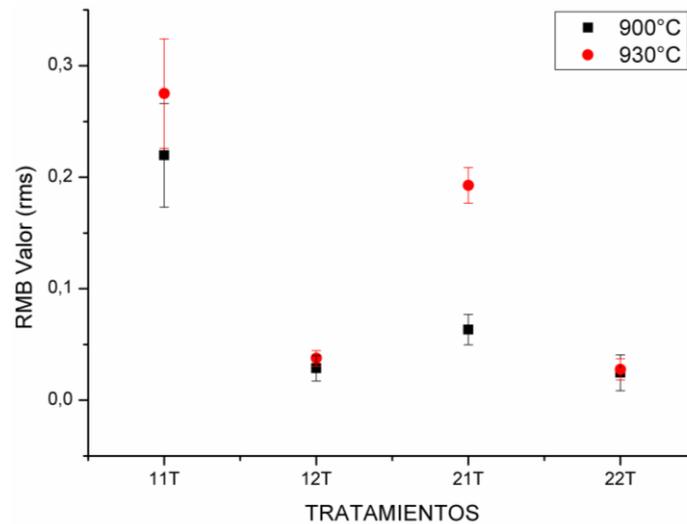


Figura 71. Valores *rms* del RMB a 900 y 930 °C para todos los tratamientos en condición cementado

Los valores *rms* de las señales de RMB mostrados en la Figura 71 alcanzan a identificar los cambios microestructurales causados por la presencia de mayor cantidad de átomos de carbono a una misma profundidad en la red cristalina del hierro por efecto de un mayor potencial de carbono o el tiempo de permanencia, así como el efecto del crecimiento del grano austenítico previo y una posible oxidación de los contornos de grano por causa de una prolongada exposición a altas temperaturas, lo que produce mayores valores de *rms*. Cuando se analizaron los valores *rms* de las señales en ambas temperaturas mediante un diagrama de caja y bigotes, se obtuvo información del comportamiento de los datos. La Figura 72 muestra el diagrama de cajas y bigotes de los valores *rms* de cada nivel de tratamiento a (a) 900 y (b) 930 °C.

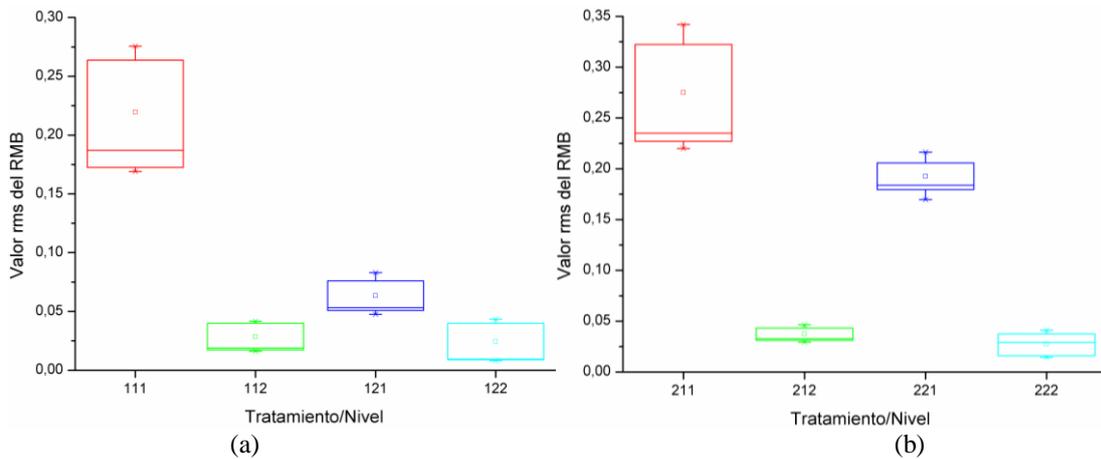


Figura 72. Diagrama de cajas y bigotes para la condición cementada del acero 8620 a (a) 900 y (b) 930 °C

Se resalta en la Figura 72 que aunque los datos no presentan una distribución normal, es decir son asimétricos, dado que la mayoría de los datos se ubican en la parte inferior de la gráfica y la mediana de los datos no está ubicada en el centro de la caja, la razón de esta asimetría se debe a las mediciones en una de las réplicas, no se observan valores atípicos y las medianas son diferentes para cada nivel de tratamiento indicando diferencias entre los grupos de datos. Que las medias no se crucen para una misma temperatura sugiere que el parámetro *rms* de las señales de RMB es sensible al cambio en el tiempo de permanencia y en el potencial de carbono durante la carburización en la obtención de capas cementadas en el acero SAE 8620. El *rms* también fue sensible al efecto de la temperatura y se hizo más evidente para el cambio en el tiempo de permanencia que para el potencial de carbono. En la Figura 72 se observa también bastante dispersión entre los datos sobre todo para el nivel de tratamiento con 30 minutos y 0,8 % de carbono, para comprobar que tan significativa es esta varianza se realizó en los análisis estadísticos una prueba de varianzas iguales.

6.4.4 Análisis de las envolventes de las señales de RMB

El análisis de las envolventes se realizó mediante comparación en un gráfico del promedio de las envolventes entre las 30 mediciones (10 de cada réplica) con su respectiva desviación estándar de cada nivel de tratamiento, para los aceros AISI/SAE 1020 y 8620 a 900 °C y 930 °C. La Figura 73 muestra las envolventes de las señales de RMB del AISI 8620 a 900 °C en condición cementada, variando el tiempo de permanencia y el potencial de carbono en la atmósfera del horno.

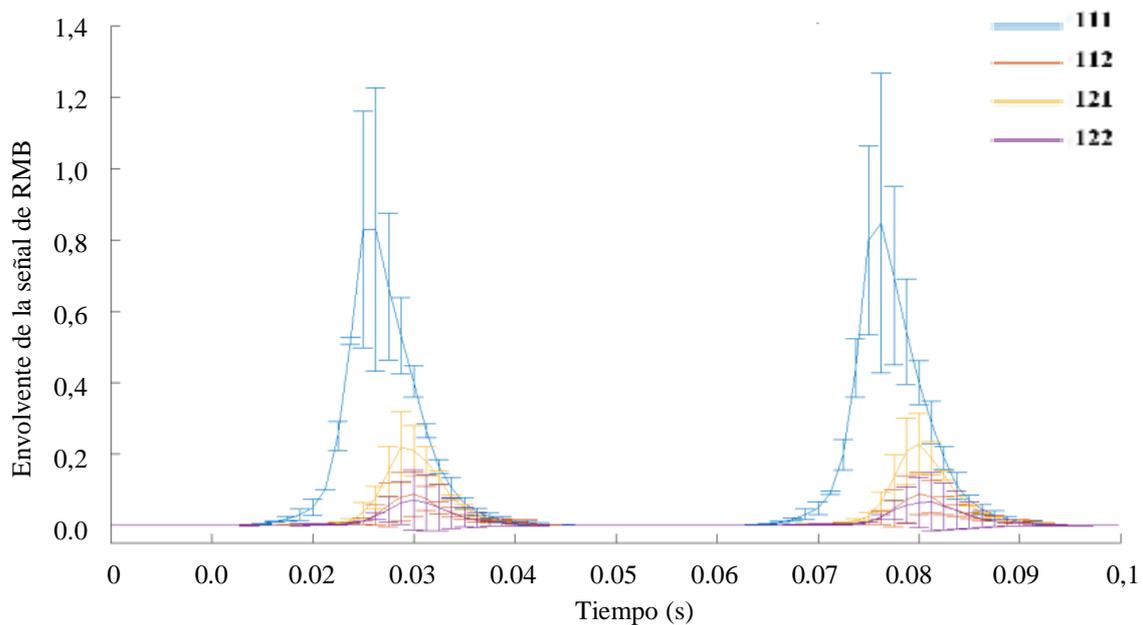


Figura 73. Envoltorio promedio de las señales de RMB de todos los tratamientos del acero 8620 en condición cementada con cementación gaseosa

Si se compara en la Figura 73 el comportamiento de la señal del tratamiento con tiempo de permanencia de 30 minutos y potencial de carbono de 0,8 % de carbono (tratamiento 111), con los tratamientos 112, 121 y 122 se puede correlacionar la forma, el ancho y la altura máxima de la señal con los perfiles de composición, microestructura y dureza obtenidos en cada nivel de tratamiento. Al aumentar a 60 minutos el tiempo de permanencia (tratamiento 121) se promueve que los átomos de carbono se difundan por más tiempo a través de la red cristalina del hierro, alcanzando mayor profundidad de capa endurecida, a su vez se logra alcanzar la composición de la superficie en zonas más profundas dentro de las muestras, consiguiendo así, mayor cantidad de carbono en la zona donde se están generando los impulsos de RMB. En el caso de la superficie promueve una estructura martensítica más tetragonal con mayor densidad de dislocaciones, mayor estado de tensiones y por lo tanto, más dura, lo que produce señales de RMB de muy baja amplitud debido a la cercanía de los puntos de anclajes.

De la Figura 72 también se extrae que mediante las envolventes de las señales se consigue diferenciar el efecto del tiempo de permanencia, del potencial de carbono en la superficie y de la interacción entre ellos, dado que en cada uno se obtuvo una envolvente cuyas desviación estándar no se cruzó con el tratamiento 111 tomado como referencia. De la misma forma se observa que es más significativo el efecto del potencial de carbono que el tiempo de permanencia. Estos mismos resultados se observaron en el promedio de las envolventes para la temperatura de 930 °C, solo con mayor distancia entre las curvas. Por otro lado al comparar los resultados de ambos

aceros en condición cementado en medio gaseoso de la Figura 89 con la condición sin tratamiento del estado de entrega (Figura 25) se aprecian diferencias significativas que suponen un buen uso de la técnica RMB como ensayo no destructivo en la caracterización de capas cementadas y logra diferenciar los cambios en los factores tiempo y composición en ambos aceros.

6.4.5 Análisis para cada uno de los factores

En esta sección se realizó un análisis de los valores *rms* y la envolvente para cada factor por separado, manteniendo constante los otros dos factores y sin considerar la interacción entre ellos. Primero se comparó el efecto del potencial de carbono y del tiempo de permanencia en el acero SAE 8620 para la temperatura de 900 °C, posteriormente se compararon los resultados con la temperatura de 930 °C, seguido de los resultados en el AISI /SAE 1020, para finalizar con lo que sucede al aumentar la frecuencia de excitación.

6.4.5.1 Efecto del potencial de carbono con tiempo de permanencia de 30 minutos

Para evaluar el efecto del potencial de carbono en la atmósfera se compararon los tratamientos térmicos a 900 °C y 30 minutos de sostenimiento con los dos potenciales de carbono (tratamientos 111 y 112) mediante las envolventes (Figura 74) y los valores *rms* de la señales de RMB (Figura 75).

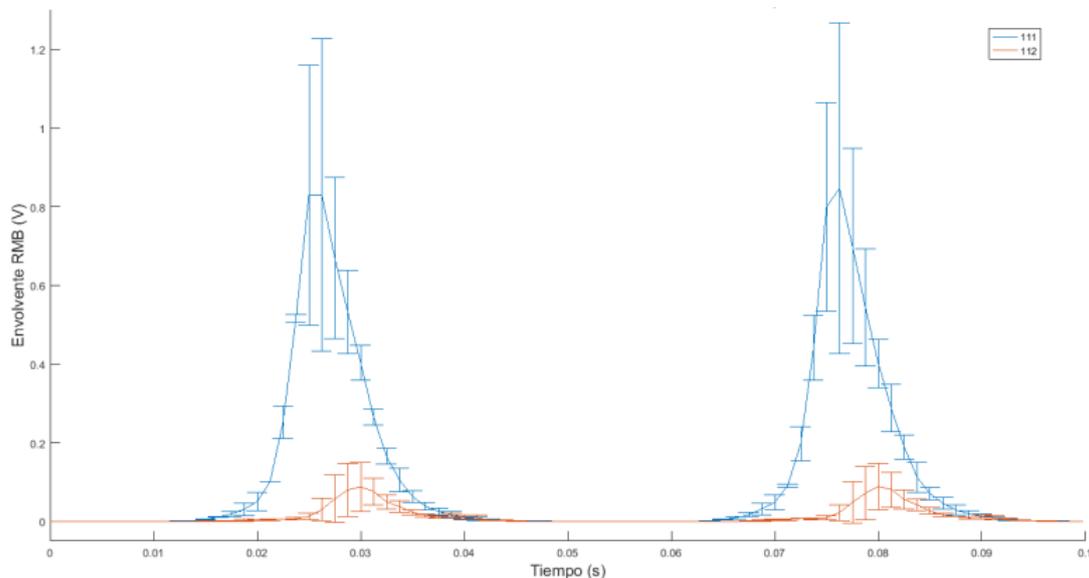


Figura 74. Envolventes comparativas al aumentar el potencial de carbono de 0,8 % a 1,2 % del AISI/SAE 8620 a 900 °C y 30 minutos de sostenimiento en condición cementado.

De la Figura 74 se observa que el tratamiento con 0,8 % de carbono presentó una señal de mayor amplitud y número de eventos que el tratamiento a 1,2 % de carbono debido a la cantidad de carbono contenido en la microestructura de donde provinieron las señales. A mayor cantidad de defectos microestructurales (en este caso átomos intersticiales de carbono) menor amplitud y número de evento de las señales de RMB. Se advierte que las desviaciones estándares entre los dos tratamientos no se tocan entre sí, demostrando diferencia estadística entre ellos. Este resultado fue respaldado al comparar los valores *rms* de las señales de RMB de estos tratamientos, ver Figura 75.

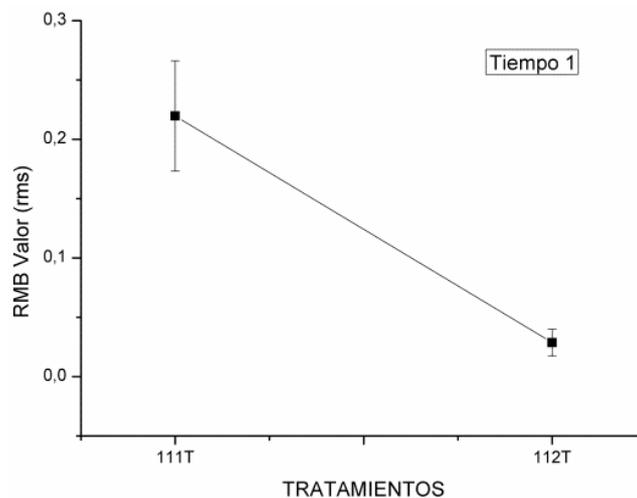


Figura 75. Valores *rms* de las señales de RMB comparativos al aumentar el potencial de carbono de 0,8 % a 1,2 % en AISI/SAE 8620, durante 30 minutos a 900 °C, condición cementada.

Se observa en la Figura 75 que al aumentar la composición de la atmósfera cementante durante la carburización manteniendo constante la temperatura (900 °C) y el tiempo (30 minutos), la señal del RMB decrece considerablemente, este comportamiento se explica a la luz de la microestructura. En la Figura 76 se presenta las microestructuras obtenidas a diferentes profundidades (a) en la superficie, (b) 50 μm (c) 900 μm en los tratamientos con 0,8 % de carbono a la izquierda y 1,2 % a la derecha

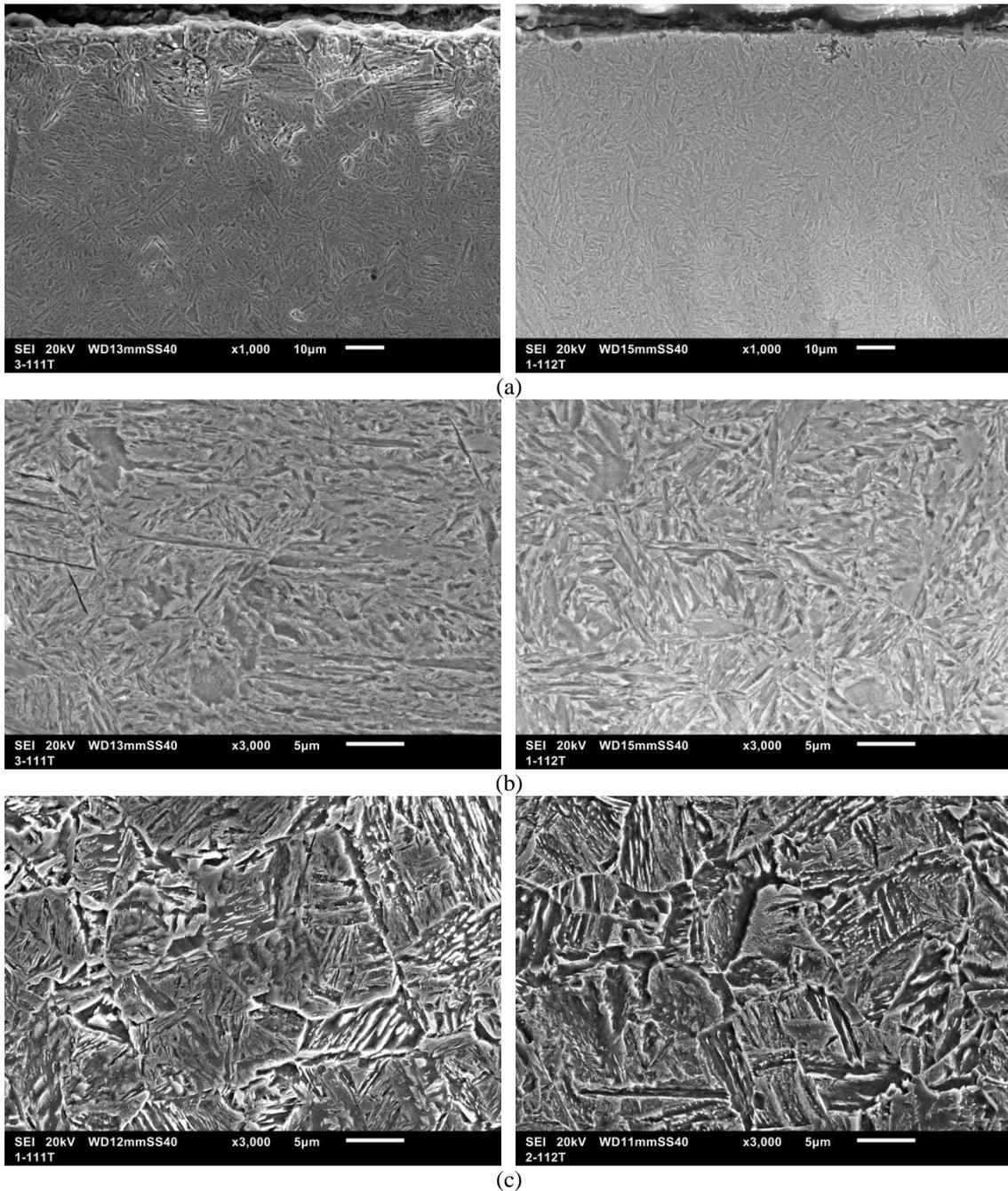


Figura 76. Comparación entre las imágenes MEB de los tratamientos a la izquierda con 0,8 % de carbono y 1,2 % a la derecha en la (a) superficie, (b) a 50 μm y (c) a 900 μm de la superficie.

En la Figura 76a se advierte que la mayor diferencia entre los tratamientos 111 y 112 se encuentra muy cerca de la superficie, en capas con profundidades inferiores a 50 μm . Ambas presentan una estructura martensítica, no obstante en la imagen de la izquierda correspondiente al tratamiento con 0,8 % de carbono se revelaron los granos austenítico previo con bainita coalescida en los límites de granos, producto de una pequeña

decarburiación en la superficie, cabe aclarar que este fenómeno no se presentó en la demás réplicas pero ayuda a explicar los altos valores en la desviación estándar.

Si bien la imagen de la derecha en la Figura 76a con 1,2 % de carbono presenta una estructura más homogénea en la superficie a partir de 50 μm (Figura 76b) ambas piezas ostentan microestructuras similares de martensita pero con diferente morfología debido a los perfiles de composición y microdureza desiguales descrito en la caracterización microestructural. En ambas imágenes de la Figura 76c a 900 μm de la superficie se aprecia una microestructura similar al núcleo de ambos tratamientos, una microestructura con mayor cantidad de bainita, bainita coalescida, ferrita widmanstätten y perlita. Se advierte también diferencias en las cantidades de fase en cada tratamiento, estas junto con los diferentes perfiles de composición y microdureza obtenidos para los tratamientos con 0,8 % y 1,2 % de carbono que provocaron profundidad de 375 μm y de 520 μm respectivamente, proveen la explicación del comportamiento de los valores *rms* y las envolventes de las señales de RMB. Estos resultados a su vez revelan valores estadísticamente diferentes, con alta replicabilidad y reproducibilidad, dados que fueron obtenidos del promedio de mediciones de réplicas aleatorizadas.

6.4.5.2 Efecto del potencial de carbono con tiempo de permanencia de 60 minutos

Para el análisis del efecto del potencial de carbono con mayor tiempo de permanencia, se pasó de una composición de 0,8 % a una de 1,2 % de carbono con temperatura de austenización de 900 °C y un tiempo de 60 minutos, se compararon los tratamientos 121 y 122, En la Figura 77 se presentan las envolventes de estos tratamientos.

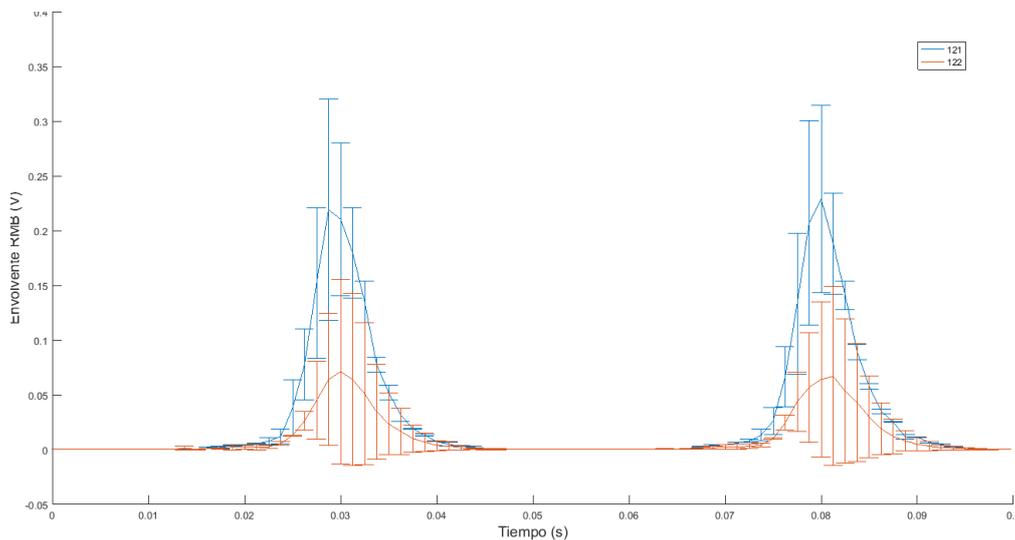


Figura 77. Comparativo entre las envolventes a 10 Hz de los tratamientos 121 y 122 con dos potenciales de 0,8 % y 1,2 % de carbono en la atmósfera cementante del AISI/SAE 8620, con sostenimiento de 60 minutos a 900 °C, en condición cementada.

En la Figura 77 no se alcanza a diferenciar a simple vista si son estadísticamente diferentes pero conserva la misma tendencia de los resultados obtenidos en la Figura 74 a la menor temperatura, demostrando que al aumentar el potencial de carbono disminuye la señal de RMB debido a que ingresa mayor número de átomos de carbono intersticialmente en la red cristalina del hierro, este al igual que otros defectos cristalinos obstruyen el giro de las paredes de Bloch. Se encontró que la diferencia entre las envolventes de los dos potenciales de carbono con un mayor tiempo de permanencia es mucho menor debido a que se alcanza la composición de carbono en la superficie a profundidades mayores provocando menores diferencias en composición a la profundidad donde se originan las señales de RMB, se entiende entonces que a frecuencias de excitación mayores estas envolventes serán más parecidas a medida que se aumente el tiempo de permanencia. Los valores *rms* de las señales de RMB de la Figura 78 revelan estos resultados.

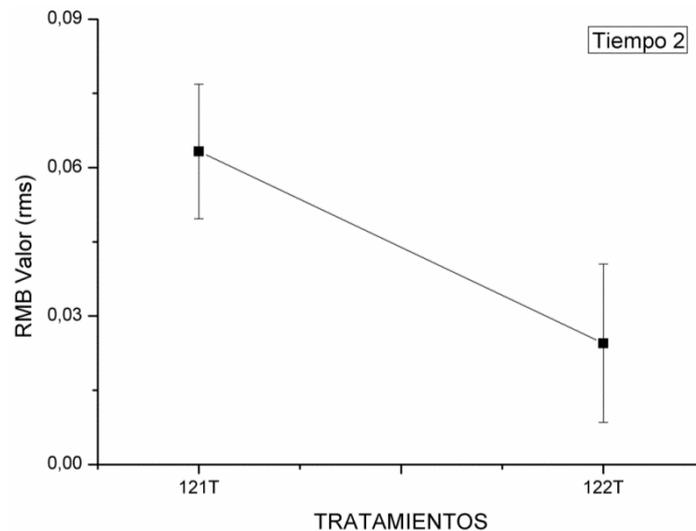


Figura 78. . Valores *rms* de las señales de RMB comparativas entre los tratamientos 121 y 122 del AISI/SAE 8620, carburizado durante 60 minutos a 900 °C.

En la Figura 78 se advierte que al igual que la envolvente los valores *rms* de las señales presentan una disminución al aumentar el potencial de carbono, pero en este caso más próximos entre sí que al comparar con la Figura 75, además, el gráfico de la Figura 78 muestra valores de *rms* muchos menores con tiempos de sostenimiento de 60 minutos debido a que con mayor tiempo de permanencia se consiguieron perfiles de composición y microdureza más profundos al igual que una mayor profundidad de capa cementada de 550 y 650 μm para los tratamientos 121 y 122 respectivamente. Entonces al comparar el efecto de la composición para estos dos tiempos se observa que en ambos casos la señal disminuye al aumentar el potencial de carbono en la atmósfera, pero a un mayor tiempo de permanencia otros factores como el crecimiento de grano austenítico previo por la mayor exposición a la temperatura de austenización provocan mayor distanciamiento entre los puntos de anclaje de las paredes de dominio magnéticos lo que debía producir señales de mayor amplitud pero este fenómeno se vio eclipsado por la mayor cantidad de átomos de carbono en las microestructuras donde se originaron las señales de RMB, demostrando mayor sensibilidad de la técnica a los cambios de composición de carbono que al crecimiento de grano austenítico, aunque este efecto se analizará más adelante.

6.4.5.3 Efecto del tiempo de permanencia durante la carburización para los dos potenciales de carbono a temperatura constante.

El tiempo de permanencia durante la carburización toma especial relevancia en la profundidad de capa endurecida, es decir en la profundidad a la cual se alcanza la

concentración C_x de la Ecuación 1 mostrada en el capítulo 2, dado que se están comparando dos muestras con el mismo potencial de carbono en la superficie y la misma temperatura de carburización es decir con el mismo delta de composición y la misma velocidad de difusión de los átomos. Estas muestras solo se diferencian en el tiempo durante el cual se difundieron los átomos de carbono hacia el interior de las piezas, ocasionando dos perfiles de composición, microestructuras y microdurezas diferentes y por lo tanto, dos profundidades de capas endurecidas, La Figura 79 presenta las envolventes de estos dos tratamientos.

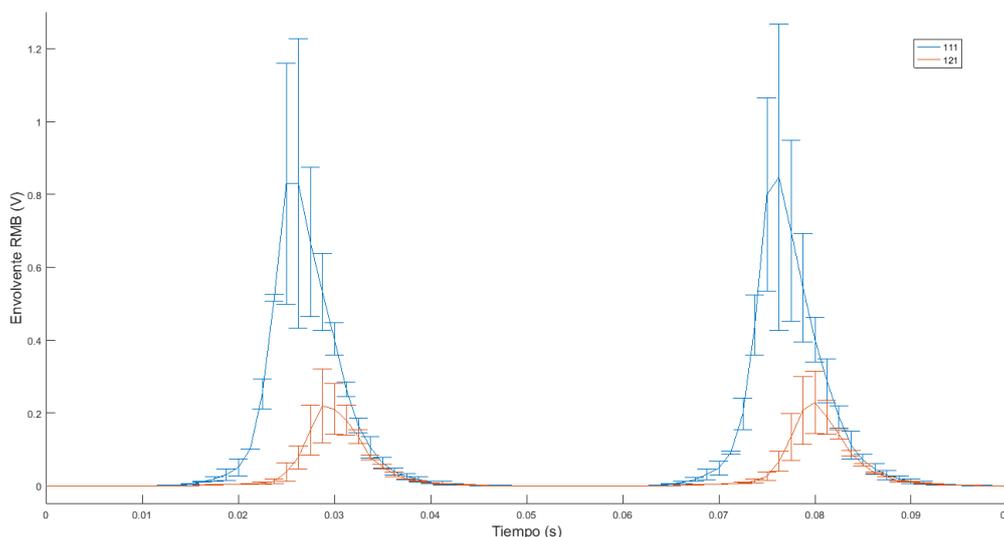


Figura 79. Comparativo entre las envolventes de los tratamientos 111 y 121 con dos tiempos de sostenimiento de 30 minutos (línea azul) y 60 minutos (línea roja) con temperatura constantes y el menor potencial de carbono

De la Figura 79 se aprecia menor envolvente de la señal de RMB para los tratamientos con sostenimiento de 60 minutos que para los de 30 minutos, debido a que a mayor tiempo de permanencia, mayor difusión y por lo tanto, mayor contenido de carbono atrapado dentro de la microestructura martensítica, provocando mayor densidad de dislocaciones, mayor estado de tensiones y mayor dureza, lo que a su vez impide la nucleación de nuevos dominios magnéticos afectando también la rotación y el crecimiento de estos, por lo que obtiene señales de baja amplitud dada la cercanía de las dislocaciones. Por otro lado, que las barras de desviaciones estándares no se toquen en las envolventes de la Figura 79, demuestra independencia estadística y sensibilidad de la técnica RMB al cambio en el tiempo de permanencia, lo cual es confirmado mediante los valores *rms* de los mismos niveles de tratamiento. La Figura 80 muestra los gráficos comparativos entre los dos tiempos de sostenimiento 30 y 60 minutos para las composiciones (a) 0,8 % y (b) 1,2 % de carbono.

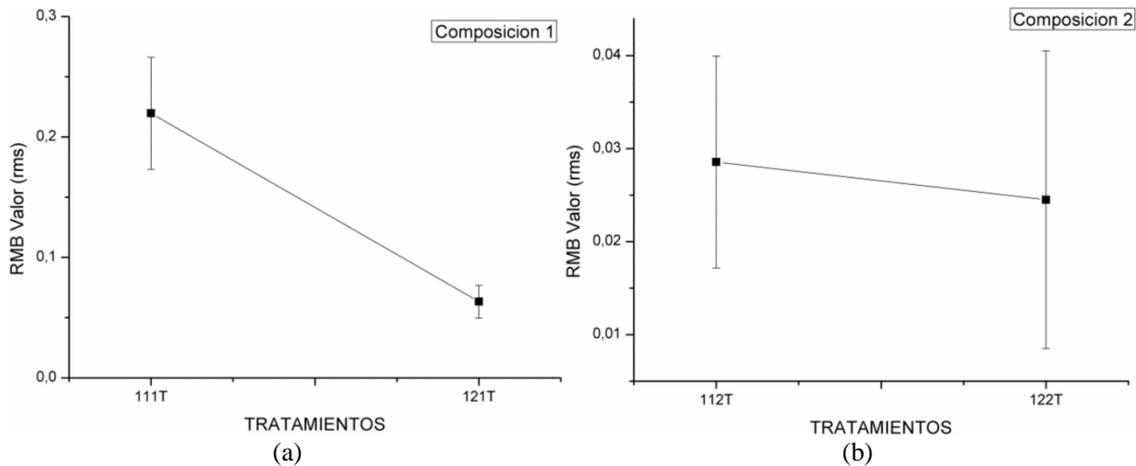


Figura 80. Comparativos entre valores *rms* los tratamientos con tiempos de sostenimiento de 30 y 60 minutos en el AISI/SAE 8620 para los potencial de carbono (a) 0,8 % y (b) 1,2 %.

De la Figura 80a se extrae que mediante los valores *rms* de las señales de RMB obtenidas con frecuencia de excitación de 10 Hz se consiguen diferenciar los dos tiempos de sostenimiento utilizados durante la carburización con un potencial de 0,8 % de carbono a 900 °C, dado que los tiempos de 30 y 60 minutos producen perfiles de composición y microdureza con diferente contenido de carbono a la profundidad donde se originaron los impulsos de RMB, obteniéndose señales con diferentes amplitudes y números de eventos. Sin embargo bajo estas mismas condiciones los valores *rms* de las señales no consiguen diferenciar los dos tiempos cuando se usó una composición de 1,2 % carbono en la superficie como se observa en la Figura 80b, la razón de estos resultado se debió a que con un mayor potencial de carbono se logró obtener perfiles de composición más profundos y una mayor profundidad de capa cementada esto ocasionó que se alcanzara la composición de carbono de la superficie hasta mayores profundidades incluso a distancias donde se originaron los impulsos de RMB en ambos niveles de tratamientos con una frecuencia de excitación de 10 Hz, obteniéndose así según se observó en las envolventes, señales muy similares en la forma de la envolvente y por lo tanto, en los valores *rms*. Los perfiles de microdureza para estos dos niveles de tratamiento presentan pendientes similares, como se mostró en la Figura 58 pero con diferentes contenidos de carbono, siendo mayor para el tiempo de 60 minutos de sostenimiento. Una forma de aumentar la sensibilidad de los valores *rms* para identificar los tiempos de sostenimiento con un mayor potencial de carbono es utilizando una menor frecuencia de excitación, de este modo la información provendría de zonas más profundas donde se lograría diferenciar los tratamientos, algunos autores utilizaron frecuencias entre 100 y 1000 Hz (Nummila et al., 2007).

6.4.5.4 Análisis para el efecto combinado de ambos factores

Para evaluar el efecto de la combinación de los factores, tiempo y potencial de carbono con temperatura constante, se compararon los resultados de los tratamientos a 900 °C, 30 minutos y 0,8 % de carbono (tratamiento 111) con los tratamientos a 900 °C, 60 minutos y 1,2 % de carbono en la superficie (tratamiento 122). La Figura 81 compara las envolventes de las señales de RMB para ambos tratamientos.

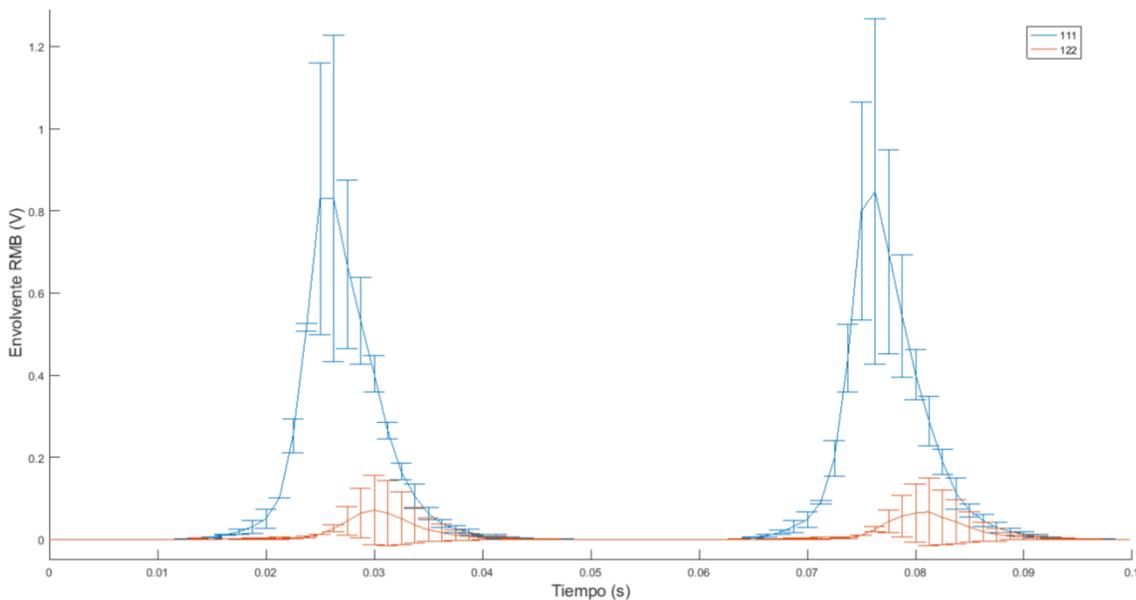


Figura 81. Comparativo entre las envolventes del AISI/SAE 8620 en condición cementada al aumentar ambos factores (tratamientos 111 y 122)

Se destaca en la Figura 81 como disminuye la señal de RMB al pasar de una pieza cementada con los niveles bajos a los niveles altos del potencial de carbono y el tiempo de carburización a 900 °C, debido principalmente a los cambios en la profundidad de capa endurecida en el perfil de composición, microestructura y microdureza que causan los efectos en las señales de RMB explicados anteriormente. Otro factor importante fue la concentración de carbono en la superficie, la muestra 122 presentó mayor porcentaje de carbono en la superficie, en las micrográficas en condición carburizada se identificó cementita en contorno de grano perlítico y en la condición cementada, se observó martensita con austenita retenida, este mayor contenido de carbono presenta mayor obstrucción a la rotación y crecimiento de los dominios magnéticos y esto se ve reflejado en los valores *rms* de ambas señales. La Figura 82 muestra el comportamiento de los valores *rms* para los tratamientos 111 y 122,

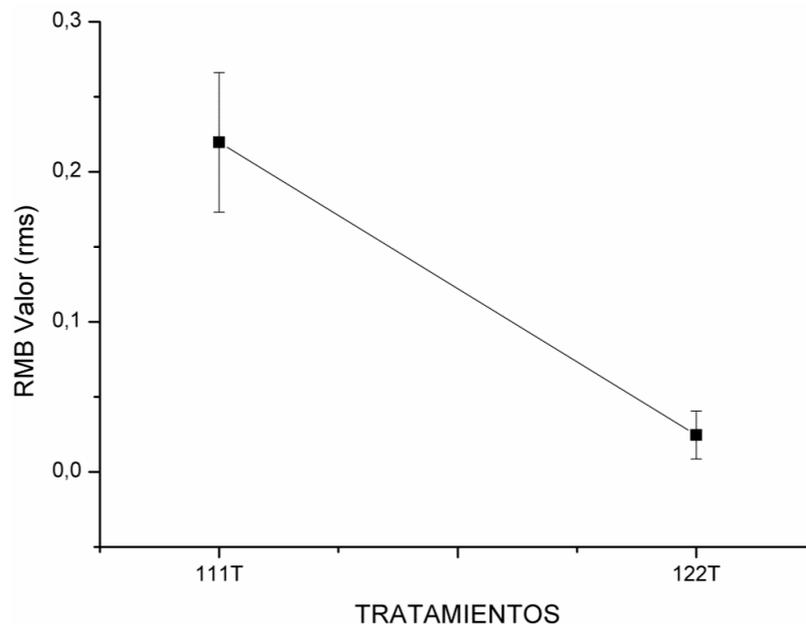


Figura 82. Comparación entre los valores *rms* del AISI 8620 en condición cementada al evaluar ambos factores (tratamientos 111 y 122)

La Figura 82 demuestra como disminuye el valor *rms* de las señales de RMB con una frecuencia de excitación de 10 Hz, al pasar del menor potencial de carbono con un tiempo de permanencia de 30 minutos a la mayor composición con un tiempo de 60 minutos, estos valores corresponden a las líneas azul y roja de la Figura 81 respectivamente. Por lo tanto, se concluye que mediante la envolvente y los valores *rms* de las señales de RMB se consigue individualizar estas dos condiciones de tratamiento térmico de cementación.

6.4.6 Análisis para el efecto de la frecuencia de excitación

Para evaluar el efecto de la frecuencia de excitación en cada uno de los niveles de tratamiento se realizaron gráficos de los valores *rms* de las señales versus las frecuencias de excitación de 5, 10, 20, 30 y 40 Hz en las tres condiciones sin tratamiento, carburizada y cementada para todos los niveles de tratamiento por separado. Los resultados se presentan en la Figura 83.

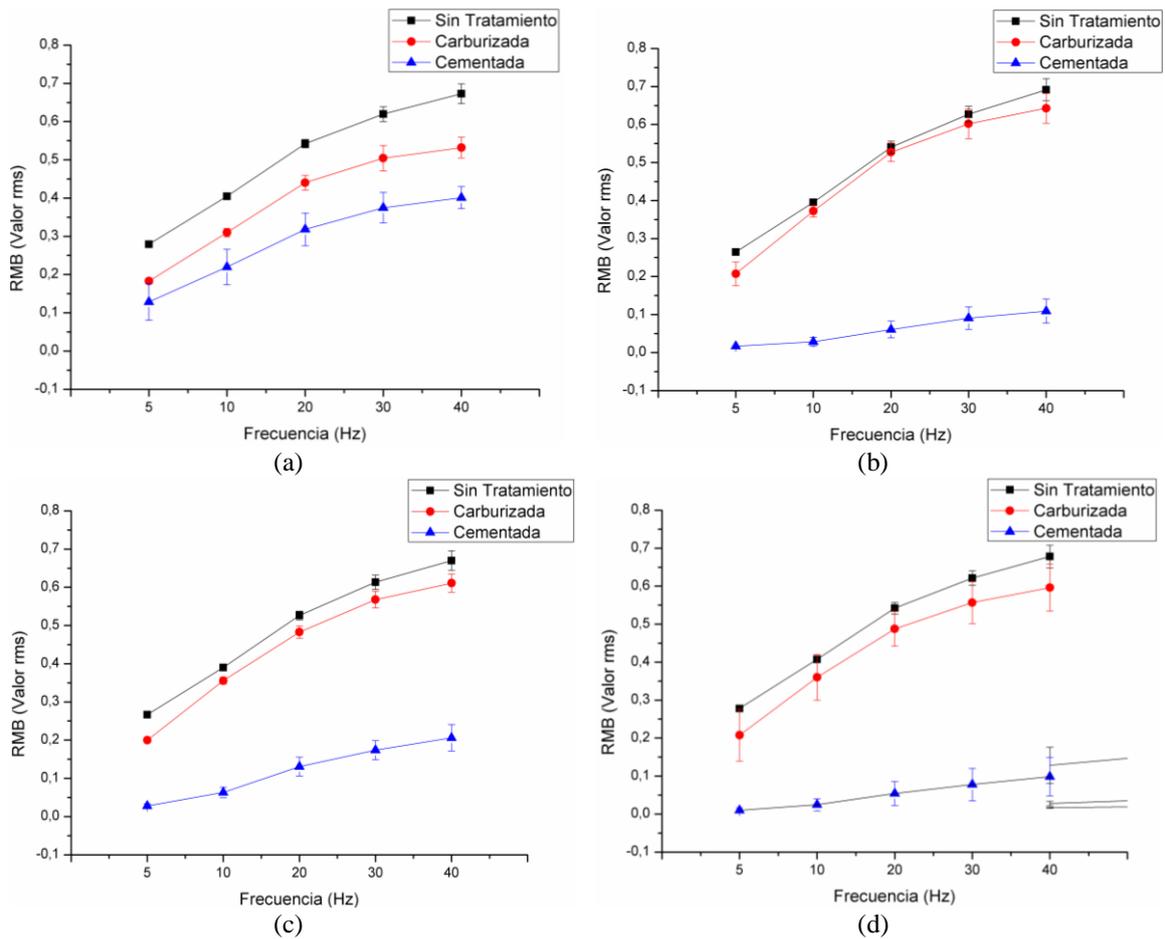


Figura 83. Efecto de la frecuencia de excitación de campo externo en las tres condiciones sobre cada nivel de tratamiento (a) 30 min – 0,8 % C, (b) 30 min – 1,2 % C, (c) 60 min – 0,8 % C y (d) 60 min – 1,2 % C

De la Figura 83 se resalta que para todos los niveles de tratamiento y frecuencias de excitación fue menor el valor *rms* de las señales en la condición carburizada respecto a la condición sin tratamiento, siendo que ambas condiciones presentan las mismas fases microestructurales pero en diferentes cantidades. Este resultado fue debido a que en la condición carburizada, la forma de la señal obtenida fue de mayor amplitud pero de menor cantidad de eventos de RMB, dado la mayor cantidad de carbono en la superficie que provocó con un enfriamiento lento la nucleación y el crecimiento de perlita como producto de la reacción eutectoide y en algunos casos la cantidad de carbono fue tan alta que promovió la formación de cementita proeutectoide en los límites de grano de la perlita como se observó en la caracterización microestructural, estas fases restringen la rotación y el crecimiento de los dominios magnéticos como se explicó en la sección 6.4.2.1. En la condición cementada la estructura obtenida fue martensita que presenta una señal de mucho menor amplitud de la cual se obtuvo menores valores *rms* que en las dos condiciones anteriores. Al comparar la Figura 83a con la Figura 83b se evaluó el

efecto de la composición, lo que sucede al pasar de 0,8 % a 1,2 % de carbono a una misma temperatura a 900 °C y un tiempo de permanencia en 30 minutos, en este caso se hace más significativa la diferencia entre las condiciones sin tratamiento, carburizado y cementado al aumentar la frecuencia de excitación, dado que la composición de carbono en la superficie de la muestra donde se originan las señales de RMB es mayor para el tratamiento de la Figura 83b.

Al comparar la Figura 83a con la Figura 83c se observa que es también significativo el efecto de tiempo, esto está más asociado a la profundidad de capa cementada y a la composición alcanzada en la profundidad donde se generaron los impulsos de RMB que a fenómenos relacionados a la composición de la superficie, dado que la difusividad del carbono en el hierro se mantiene constante a través del tiempo solo muda la distancia a través de la cual los átomos de carbono se difundieron que provocan disminución en los parámetros de las señales del RMB asociados a mayor cantidad de defectos cristalinos. Resultados semejantes se obtuvieron al evaluar el efecto de la interacción de ambos factores en la Figura 83d, en este caso al aumentar la composición y el tiempo se afecta considerablemente tanto la composición en la superficie de las muestras como la profundidad de capa cementada, dada la segunda ley de Fick. Para alcanzar una composición (C_x) a una determinada distancia (X) depende directamente de la concentración en la superficie (C_o) como del tiempo (t), lo que ocasiona diferencias en el perfil de composición asociado a un perfil microestructural y de microdureza, el cual después de un enfriamiento rápido forma martensita con mayor densidad de dislocaciones y menor respuesta de RMB.

Un análisis entre la imagen de la Figura 83b y la Figura 83d compara el efecto del tiempo con una composición en la atmósfera mayor, en este caso ambos tratamientos fueron realizados a 900 °C, y 1,2 % de carbono pero uno durante 30 minutos y el otro durante 60 minutos. Se advierte que a pesar que el perfil de composición y por lo tanto, el perfil microestructural y de dureza son diferentes entre los dos tratamientos al igual que la profundidad de capa cementada, los valores *rms* de las señales de RMB mostraron resultados muy similares, debido a que por la mayor concentración de carbono en la atmósfera se alcanzaron perfiles más profundos y con esto mayores distancias en la cual se iguala cantidad de carbono de las muestra con el de la superficie, lo que ocasiona una concentración de carbono similar a la misma profundidad donde se originan las señales de RMB en las dos muestras al poco tiempo de expuestas a la atmósfera y esta permanece igual después de pasado ese tiempo.

6.4.7 Análisis para los tratamientos con temperatura de 930 °C

Al cambiar la temperatura de 900 °C a 930 °C, las reacciones de carburización se modifican, los tiempos de estancia para estas reacciones difieren, y por tanto, el potencial de carbono que se obtuvo no fue el mismo. Así, el planteamiento inicial del potencial de carbono como factor no se puede incluir en la interacción triple, pero si se puede analizar los factores tiempo de permanencia y potencial de carbono para cada temperatura por separado.

Ya se observó en la Figura 71 que el comportamiento de los valores *rms* de las señales de RMB en las piezas tratadas térmicamente con temperatura de 930 °C siguen la misma tendencia que las tratadas a 900 °C, en esta sección se analizan los factores potencial de carbono y tiempo por separado, manteniendo constantes los demás factores. Primero se analizó en la Figura 84 el efecto de aumentar el potencial de carbono en los tratamientos con 30 y 60 minutos de carburización.

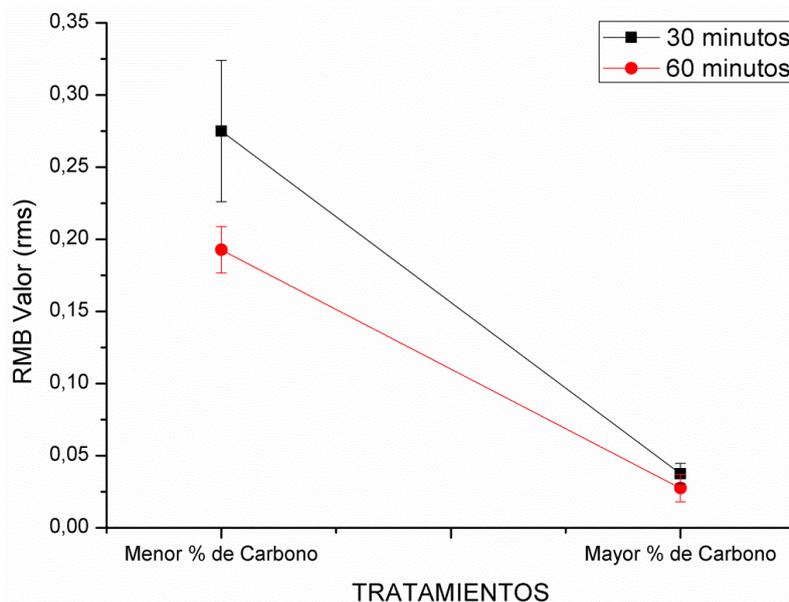


Figura 84. Efecto del potencial de carbono con dos tiempos de sostenimiento durante la carburización a 930 °C del AISI 8620 en condición cementada.

De la Figura 84 se nota un descenso en los valores *rms* de las señales de RMB al pasar de 0,8 % a 1,2 % de carbono en la atmósfera, porque a mayor potencial de carbono en la atmósfera, mayor profundidad en los perfiles de composición, dureza, en el contenido de carbono de la superficie y en la zona donde se generaron los impulsos de RMB, ocasionando una mayor sobresaturación de carbono en la martensita después de un enfriamiento rápido desde la temperatura de austenización. Provocando mayor dureza por la alta densidad de dislocaciones y menor respuesta de las señales de RMB

dato la cercanía de los puntos de anclaje. También se percibe en la Figura 84 una mayor pendiente para el tiempo de carburización de 30 minutos, este resultado está relacionado al mayor alivio de tensiones y crecimiento de grano austenítico por la exposición durante un mayor tiempo a la temperatura de austenización. Estos resultados fueron respaldados por las envolventes de las señales y presentan la misma tendencia con los resultados obtenidos a la temperatura de 900 °C de la Figura 80. Al girar la gráfica de la Figura 84 y se grafica los valores de *rms* de las señales versus el tiempo de carburización para las composiciones de 0,8 % y 1,2 % de carbono, manteniendo constante la temperatura se observaría el efecto del tiempo de carburización. La Figura 85 revela estos resultados.

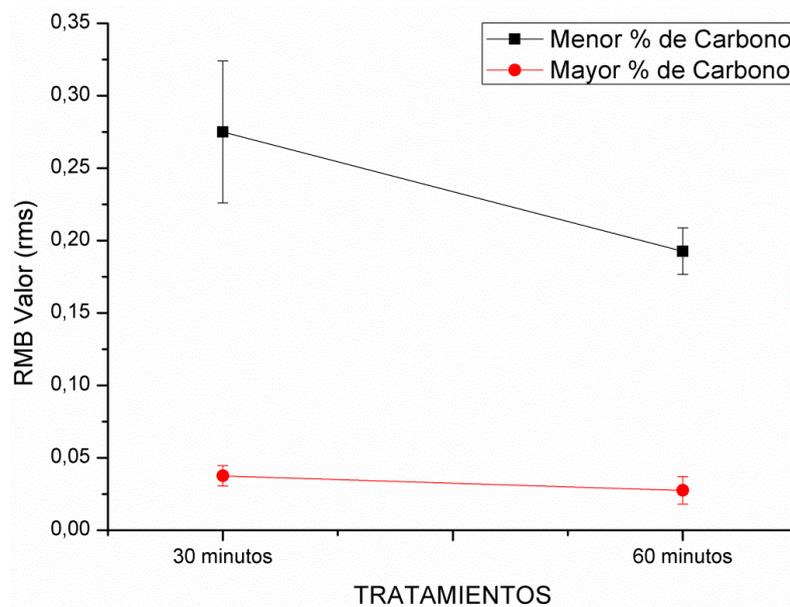


Figura 85. Efecto del tiempo de permanencia con dos potenciales de carbono a 930 °C del AISI 8620 en condición cementado

De la Figura 85 se resalta la mayor pendiente al pasar de 30 a 60 minutos con un potencial de carbono en la superficie de 0,8 % de carbono que para el de 1,2 % porque a mayor potencial de carbono en la atmósfera se consigue mayor profundidad de capa para ambos tiempos de carburización tal y como lo expresa la segunda ley Fick y a su vez mayor profundidad donde se alcanza el equilibrio de composición entre la atmósfera y la superficie de la pieza, es decir se fue igualando la composición a la profundidad de donde provinieron las señales de RMB a esa misma frecuencia de excitación de campo magnético externo, en otras palabras, es posible que dos tratamientos térmicos de cementación diferentes presenten la misma composición de carbono a cierta profundidad si se aumenta el potencial de carbono y la temperatura de austenización

porque se alcanza el equilibrio entre la superficie de la muestra y la atmósfera cementante en zonas más profundas de la pieza, de este modo si se utiliza una frecuencia de excitación de campo magnético que junto con la permeabilidad magnética y la conductividad eléctrica del material promueva señales de RMB de estas zonas, las señales serán muy parecidas en amplitud y número de eventos lo que arrojaría envolventes y valores *rms* similares. Por otra parte al comparar la Figura 84 con la Figura 85 se advierte que es más significativo para los valores *rms* de las señales de RMB el cambio en el potencial de carbono que el tiempo de permanencia, y lo es también para el menor potencial de carbono, tal y como lo fue para la temperatura de 900 °C explicado en los gráficos de la Figura 78 y Figura 80 lo que demuestra absoluta reproducibilidad de los datos. Las envolventes de estas señales con temperaturas de 900 °C y 930 °C se presentan en la Figura 86.

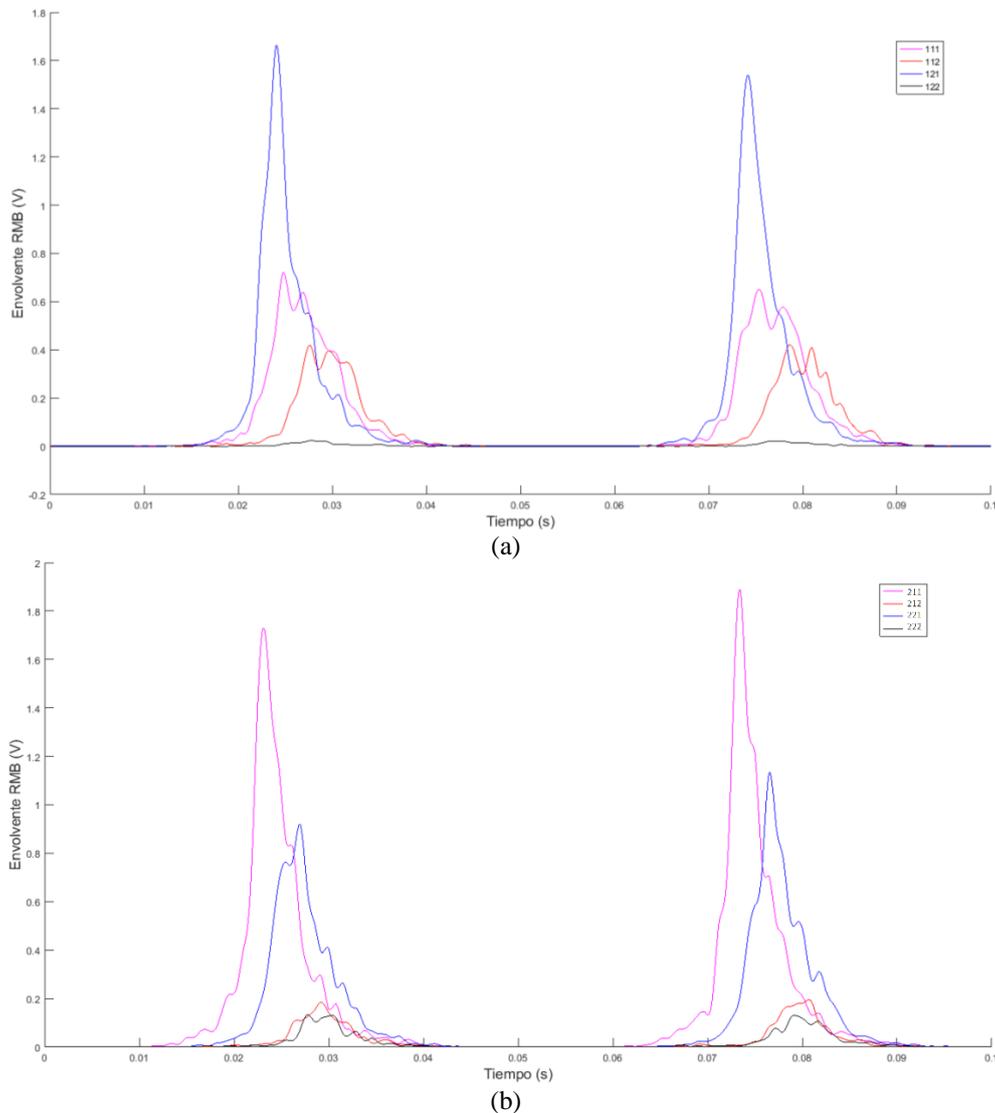


Figura 86. Envolventes de todos los niveles de tratamientos con cementantes gaseosos a (a) 900 °C y (b) 930 °C para el AISI 8620 en condición cementado

De la Figura 86 se advierte que para cada nivel de tratamiento le corresponde una envolvente de la señal de RMB diferente en número de eventos, amplitud, valor y posición de pico máximo asociado al estado microestructural y de microdureza producto del contenido de carbono atrapado dentro de la martensita debido a la alta velocidad de enfriamiento ocasionada por la temperatura de austenización, el tiempo de carburización y el potencial de carbono en la superficie. Además, la similitud en el comportamiento de las envolventes de las señales de RMB, tanto en amplitud y número de eventos como en la posición de pico máximo entre la Figura 86a para 900 °C y la Figura 86b para 930° demuestran una vez más la alta sensibilidad de la envolvente de las señales de RMB como parámetro de END en la caracterización de capas cementadas.

6.4.8 Análisis estadístico de los resultados de *rms* en el AISI/SAE 8620

Después de analizados los resultados de la caracterización microestructural y mediante RMB se realizó un análisis estadístico con el objetivo de determinar si las medias de los valores *rms* de cada nivel de tratamiento son estadísticamente diferentes con un nivel de significancia de 0,05, Para esto se aplicó un análisis de varianza (ANOVA) de dos vías para evaluar el efecto de los factores tiempo, potencial de carbono y la interacción entre ellos, utilizando los valores *rms* de las señales de Barkhausen de cada tratamiento. En la Tabla 31 se presentan los resultados de la ANOVA para los tratamientos térmicos de cementación en medio gaseoso para las temperaturas de 900 °C en la parte superior y 930 °C en la parte inferior de la tabla del acero AISI/SAE 8620 en condición cementado.

Tabla 31. Resultados ANOVA para los valores *rms* de las señales de RMB a 10 Hz en la muestras con cementantes gaseosos con temperatura de 900 °C y 930 °C en el AISI/SAE 8620

| Fuente de Variación | Grados de libertad | Suma de cuadrados | Cuadrado medio | F ₀ | Valor P |
|-----------------------------|--------------------|-------------------|----------------|----------------|----------|
| Tiempo | 1 | 0,11578 | 0,11578 | 169,35664 | 0 |
| Potencial de Carbono | 1 | 0,23779 | 0,23779 | 347,80546 | 0 |
| Interacción | 1 | 0,10439 | 0,10439 | 152,68448 | 0 |
| Modelo | 3 | 0,45796 | 0,15265 | 223,28219 | 0 |
| Error | 68 | 0,04649 | 6,84E-04 | -- | -- |
| Total | 71 | 0,50445 | -- | -- | -- |
| Tiempo | 1 | 0,04185 | 0,04185 | 66,65561 | 4,91E-12 |
| Potencial de Carbono | 1 | 0,79591 | 0,79591 | 1267,65334 | 0 |
| Interacción | 1 | 0,02562 | 0,02562 | 40,81016 | 1,17E-08 |
| Modelo | 3 | 0,88079 | 0,2936 | 467,61359 | 0 |
| Error | 77 | 0,04835 | 6,28E-04 | -- | -- |
| Total | 80 | 0,92914 | -- | -- | -- |

Para ambas temperaturas los valores P mostrados en la Tabla 31 correspondientes al efecto del tiempo, el potencial de carbono y la interacción entre ellos, son menores que el nivel de significancia $\alpha = 0,05$ determinando que existe una asociación entre la respuesta y cada término incluido en el modelo, y que por lo tanto, se rechaza la hipótesis nula, es decir las medias poblacionales para los niveles de los factores tiempo, potencial de carbono y la interacción entre ellos son significativamente diferentes. Por otro lado que el valor de F₀ del potencial de carbono es mayor que el del tiempo y la interacción sugiere que es más significativa el efecto del potencial de carbono sobre los valores *rms* de las señales de RMB usando una frecuencia de excitación de campo magnético de 10 Hz. Además, el F₀ del potencial de carbono es mucho mayor para la temperatura de 930 °C que para la temperatura de 900 °C, lo cual indica que la

diferencia entre las medias es mucho mayor entre más alta sea la temperatura, esto tiene sentido dado que la temperatura afecta de forma directa la velocidad con la que ingresan y viajan los átomos a través del material. Además, los valores bajos de la suma de cuadrados para todos los factores pero mucho más para el tiempo y la interacción determinan que el modelo está ajustado a los datos y que describe muy bien la respuesta.

Por lo tanto, se concluye según estos resultados que mediante la envolvente y los valores *rms* de las señales de RMB se consigue diferenciar en el 95 % de casos si un tratamiento térmico superficial fue realizado a cierta temperatura, potencial de carbono o tiempo de permanencia, siempre que se estandaricen los resultados para esa aplicación específica, y se cuente con las mediciones estandarizadas en condiciones sin tratamiento y en el estado final (D.C. Jiles, 2000). Pero la diferencia entre las pendientes de las Figura 84 y Figura 85 sugiere ecuaciones lineales o polinómicas diferentes para predecir el comportamiento de cada factor.

6.4.9 Análisis de los resultados para el acero AISI/SAE 1020

Los resultados de la caracterización microestructural en el AISI 1020 revelaron microestructuras similares a las obtenidas en el AISI 8620 en las condiciones carburizado y cementado con la diferencia que en el SAE 1020 se obtuvo en términos generales mayores profundidades de capas endurecidas pero menor dureza superficial, para las mismas condiciones de temperatura, tiempo y potencial de carbono, es decir, perfiles de composición de carbono de mayor profundidad pero perfiles de microdureza más superficiales, estos resultados de menor dureza en el SAE 1020 es debido a que los elementos aleantes presentes en el AISI 8620, aumentan la templabilidad del acero. Las microestructuras obtenidas en el AISI 1020 en estado carburizado fueron muy similares a las obtenidas en el AISI 8620, la Figura 87 revela de forma representativa todas las microestructuras obtenidas en el tratamiento térmico superficial de carburización con cementantes gaseosos durante 30 minutos, a 900 °C y 1,2 % de carbono en la atmósfera del horno del acero AISI 1020.

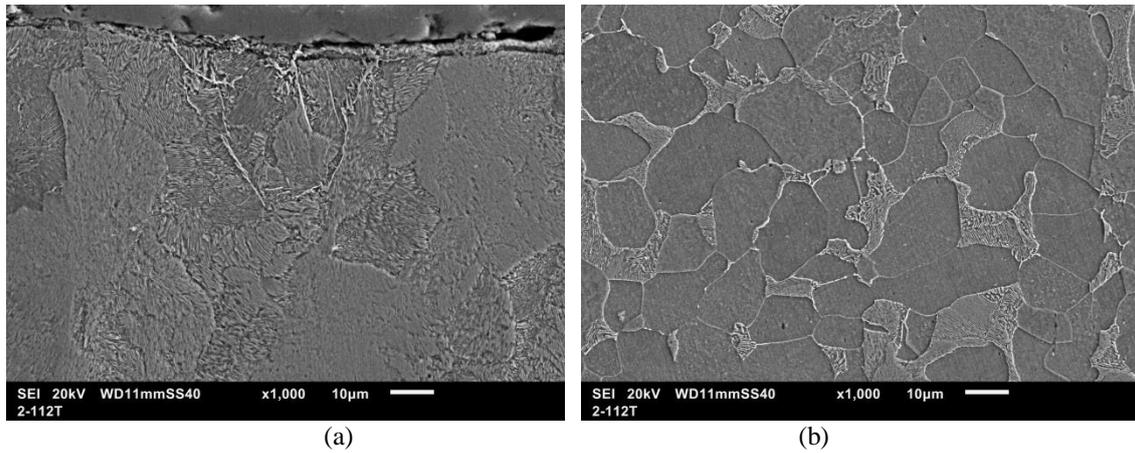


Figura 87. Microestructuras del AISI 1020 en condición carburizado a 900 °C, durante 30 minutos y 1,2 % de carbono (a) en la superficie y (b) a una profundidad mayor a 1000 μm.

De la Figura 87a se extrae que está compuesta por una microestructura de perlita laminar con muy poca presencia de cementita proeutectoide en la superficie, con un perfil decreciente de perlita hasta llegar al material base, con una microestructura de 75,4 % de ferrita proeutectoide y 24,6 % de fase eutectoide como se extrae de la imagen en la Figura 87b.

Después de carburizadas, las piezas fueron llevadas nuevamente hasta temperatura de austenización a 880 °C con sostenimiento de 40 minutos y enfriadas rápidamente en agua a temperatura ambiente, posteriormente fueron revenidas durante dos horas a 200 °C con enfriamiento al aire, a esta condición se le llamo cementada y presentó una microestructura martensítica de gran dureza superficial. La Figura 88 muestra las microestructuras obtenidas en el tratamiento a 900 °C, 60 minutos y 0,8 % de carbono en la superficie del AISI 1020 en condición cementada.

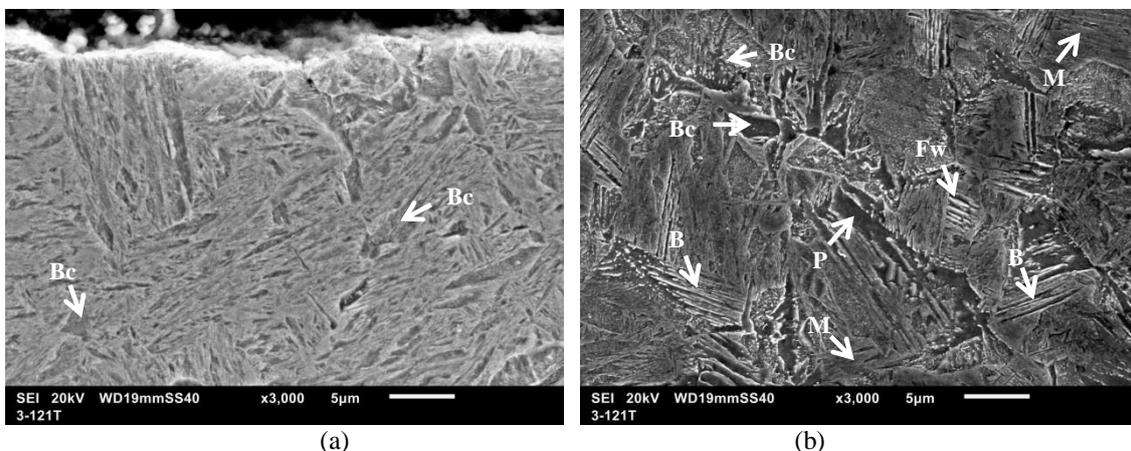


Figura 88. Microestructuras del acero AISI 1020 en condición cementado, (a) en la superficie, y (b) a 900 μm de la superficie

Las microestructuras revelaron listones de martensitas de menor tamaño que los obtenidos en el SAE 8620 como se observa en la Figura 88a, y mayor presencia de

bainita coalescida desde muy cerca de la superficie, también se observó mediante el perfiles de composición y MO una martensita con menor contenido de carbono en la superficie debido a la descarburación durante el enfriamiento. En la Figura 88b a 900 μm se indica la presencia en grandes cantidades de bainita (B) y bainita coalescida (Bc), en menor cantidad de perlita (P), y ferrita Widmanstätten (Fw) y muy poca presencia de martensita de bajo contenido de carbono (M). La profundidad de capa endurecida se determinó con el mismo procedimiento utilizado para el acero AISI 8620, obteniéndose los resultados mostrados en la Tabla 32

Tabla 32. Principales características de las capas endurecidas en el AISI/SAE 1020 en condición cementado

| Tratamiento | Profundidad de capa cementada (μm) | Desviación estándar | Dureza (HV) | Desviación estándar | Porcentaje de carbono en la superficie por EEO | Desviación estándar |
|-------------|---|---------------------|-------------|---------------------|--|---------------------|
| 111 | 486 | 37,2 | 520 | 21,5 | 0,77 | 0,04 |
| 112 | 573 | 23,9 | 514 | 19,8 | 0,86 | 0,07 |
| 121 | 648 | 28,9 | 555 | 16,7 | 0,79 | 0,05 |
| 122 | 722 | 30,5 | 590 | 24,6 | 0,82 | 0,07 |

Estos tratamientos fueron caracterizados mediante RMB de forma análoga al AISI/SAE 8620. En la caracterización mediante las envolventes de las señales de RMB se consigue diferenciar las tres condiciones sin tratamiento, carburizado y cementado, como lo muestra la Figura 89.

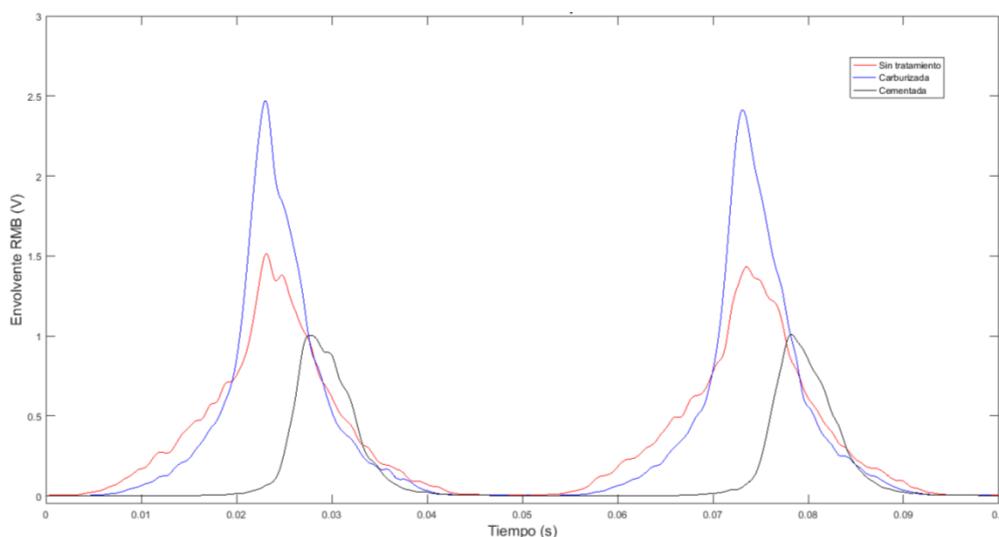


Figura 89. Envolventes de las señales de RMB en las condiciones sin tratamiento, carburizada y cementada del AISI/SAE 1020 con tratamiento a

De la Figura 89 se extrae que fue mayor la amplitud de las señales en la condición carburizada que en la condición sin tratamiento, porque con la mayor cantidad de

carbono en la superficie los dominios magnéticos requieren de mayor energía para sobrepasar los puntos de anclaje, este resultado es similar al que se obtuvo en el acero AISI 8620, se destaca que para el acero 1020 se observa en la Figura 89 señales de RMB menos anchas que se asocian a un menor número de eventos de Barkhausen debido a que no aparece la interacción de los dominios magnéticos con los efectos de los aleantes presente en el acero 8620.

En cuanto a la condición cementada, cada tratamiento presentó una señal de menor amplitud y número de eventos de RMB que en las condiciones sin tratamiento y carburizado, el comportamiento de estas señales es asociado al cambio en la temperatura, el tiempo de permanencia o el potencial de carbono durante la carburización. Se muestra en la Figura 90 los valores *rms* de las señales de RMB para las condiciones sin tratamiento, carburizadas y cementadas de todos los niveles de tratamiento del AISI 1020 a 930 °C.

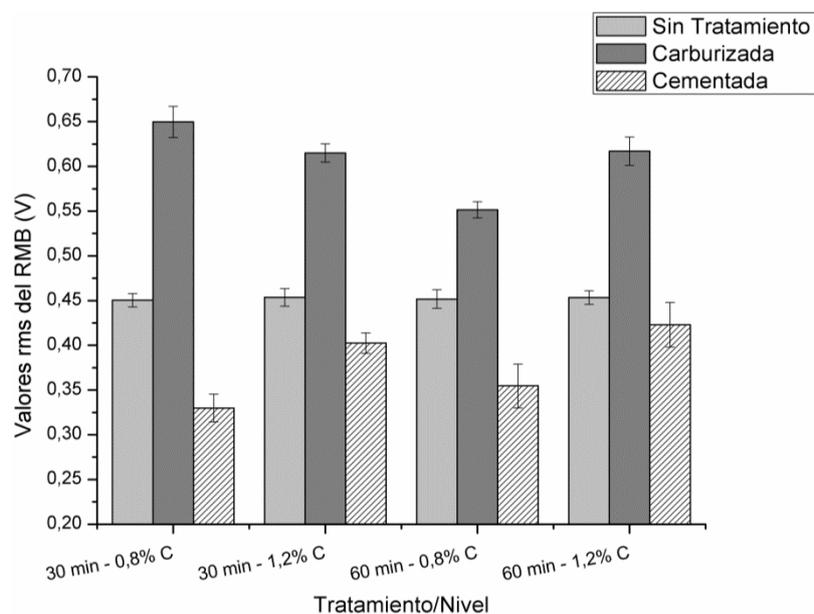


Figura 90. Valores *rms* de las señales de RMB para las condiciones sin tratamiento, carburizado y cementado de todos los niveles de tratamiento en el AISI/SAE 1020 a 930 °C

De la Figura 90 se extrae que los valores *rms* de las señales de RMB fueron mayores para la condición carburizada respecto a la condición sin tratamiento por el aumento de la segunda fase y por el aumento de los sitios de anclaje, de acuerdo como lo reportan varios autores entre ellos Pérez Benitez y colaboradores (Benitez et al., 2005). Para la condición cementada se obtuvo diferentes resultados a los obtenidos en el AISI 8620 debido la interacción con los elementos aleantes del 8620.

Los elementos aleantes como el cromo níquel y el molibdeno mejoran la templeabilidad del acero con el aumento del contenido de carbono, estos elementos

forman solución sólida en la ferrita y la endurecen. Al austenizar, se mantienen estos elementos sustitucionales en la solución, y luego al temple, estos quedan atrapados en la fase martensita, aumentando la dureza, la densidad de dislocaciones y el estado de tensiones después del temple y el revenido y disminuyendo la actividad del RMB, mientras que la falta de estos aleantes en el AISI 1020 presenta un aumento de los valores *rms* de las señales de RMB en el tratamiento de 30 minutos y 1,2 % de carbono para ambas temperaturas o a la profundidad de capa cementada que para este caso fue mayor en comparación con el tratamiento con 0,8 % de carbono. Los valores *rms* de las señales aumentan en el 1020 porque la microestructura de este acero presenta más espacio entre los puntos de anclaje, lo que se ve reflejado en señales de mayor amplitud en comparación con el acero 8620.

Por otro lado la diferencia en composición química de ambos aceros obliga a la utilización de diferentes temperaturas de austenización, tanto para el temple como para el revenido de las piezas, así como el medio de enfriamiento, lo que causa limitaciones al momento de comparar los dos aceros, dado que los resultados del RMB están ligados a estas condiciones.

Es de resaltar que los resultados obtenidos en los valores *rms* de las señales de RMB para el AISI 1020 fueron contrarios al AISI 8620, cuando se compara cada efecto por separado y no existe bibliografía relacionada con este comportamiento. En el AISI 1020 cuando se aumenta los factores, potencial de carbono, tiempo de permanencia y la interacción entre ellos los valores de *rms* de las señales aumentan, siendo mayor la diferencia para el potencial de carbono y para la interacción que para el tiempo según se extrae de la Figura 90. Mientras que en el AISI 8620 estos valores disminuyen para ambos factores y para la interacción, siendo mayor la disminución para el potencial de carbono y la interacción que para el tiempo, lo que determina una asociación entre la respuesta del RMB y cada factor incluido en el modelo. Esta respuesta revela el efecto de los aleantes tanto en la carburización como en el temple y el revenido de las piezas de acero, los aleantes presentes en el AISI 8620 ocasionan no solo menor profundidad de la capa cementada sino que también modifica la morfología de la martensita obtenida, aumentando la dureza y el estado de tensiones. Otros factores como el crecimiento de grano austenítico por la exposición a altas temperaturas encuentran mayor efecto en aceros sin elementos de aleación.

Para determinar si la media de los valores *rms* de las señales de RMB de cada nivel de tratamiento son diferentes entre sí se planteó un análisis de varianza (ANOVA) con

la hipótesis nula de que todas las medias de los valores *rms* son iguales quedando como hipótesis alternativa que son diferentes con un nivel de significancia de 0,05, La Tabla 33 muestra los resultados obtenidos de la ANOVA para los valores *rms* de las señales de RMB del acero AISI/SAE 1020 en condición cementado a 930 °C.

Tabla 33. Resultados ANOVA para los valores *rms* de las señales de RMB a 10 Hz en la muestras con cementantes gaseosos con temperatura de 930 °C en el AISI/SAE 1020

| Fuente de Variación | Grados de libertad | Suma de cuadrados | Cuadrado medio | F ₀ | Valor P |
|----------------------|--------------------|-------------------|----------------|----------------|---------|
| Potencial de Carbono | 1 | 0,04325 | 0,04325 | 347,34464 | 0 |
| Tiempo | 1 | 0,03141 | 0,03141 | 252,26119 | 0 |
| Interacción | 1 | 0,04194 | 0,04194 | 336,8216 | 0 |
| Modelo | 3 | 0,34196 | 0,11399 | 915,399 | 0 |
| Error | 63 | 0,00784 | 1,24522E-4 | -- | -- |
| Total | 66 | 0,34981 | -- | -- | -- |

De la Tabla 33 se extrae que los valores P para cada factor son menores que el nivel de significancia $\alpha = 0,05$ y que por lo tanto, la media poblacional del potencial de carbono, el tiempo y la interacción entre ellos son significativamente diferentes y esta conclusión está respaldada por los altos valores de F₀ obtenidos. Nótese en la Tabla 33 que el más alto valor F₀ fue para el potencial de carbono indicando mayor diferencia entre las medias de los valores *rms* de las señales de RMB para este factor, este resultado fue repetitivo en los dos tipos de aceros utilizados. Se obtuvieron resultados similares para la temperatura de 900 °C pero con valores F₀ muy pequeños, que sugiere que no se respalda la conclusión de que todas las medias son diferentes, esto es debido a que se obtuvieron perfiles de composición con pendientes y profundidad similares a 900 °C, lo que produjo señales muy parecidas en ancho y amplitud, ocasionando envolventes y valores *rms* de las señales de RMB similares. Estos resultados conllevan a la conclusión que mediante las envolventes y los valores *rms* de las señales de RMB se consigue diferenciar cuando en un tratamiento térmico superficial de cementación se modificaron las variables potencial de carbono, tiempo o temperatura en los aceros AISI/SAE 1020 en el 95 % de los casos, con mejores resultados cuando los tratamientos se realizan a más altas temperaturas.

6.4.10 Análisis general de los resultados

Dado que el comportamiento de los valores *rms* y las envolventes de las señales de RMB mostraron un comportamiento similar al aumentar el tiempo de permanencia durante la carburización en los tres medios cementantes (líquido, sólido y gaseoso), y que el comportamiento de los valores *rms* fue el mismo al aumentar las frecuencias de

excitación de campo magnético, se deduce que una forma de determinar la profundidad de capa endurecida mediante la envolvente y los valores de *rms* de las señales de RMB es utilizando una frecuencia de excitación de campo magnético que de acuerdo a la conductividad eléctrica y la permeabilidad magnética del material que provoque que el origen de los impulsos de RMB provengan de una profundidad cercana a la profundidad de capa endurecida, es decir frecuencia de excitación (3) en la Figura 91, esta supone el resultado de cuatro tratamientos térmicos de cementación cuyos perfiles de composición de carbono versus la profundidad están representados por las letras A, B, C y D. Los números 1, 2, 3 y 4 representan de forma cualitativa cuatro frecuencia de excitación de campo magnético externo, en orden descendente, donde 1 representa frecuencias más altas y 4 frecuencias más bajas, mientras que las líneas punteadas en la Figura 91 marcarían la profundidad donde se originarían los impulsos de RMB, según los resultados de la ecuación del *skin depth*, se representan con líneas curvas debido a que los valores de la permeabilidad magnética y la conductividad eléctrica del material cambia en función de la composición provocando que a una misma frecuencia los impulsos se generen más cerca de la superficie o más profundo según los aleantes. Por ejemplo, para bajas frecuencias de excitación de campo como la número 4 las señales de RMB se originarían a una misma profundidad en todos los tratamientos. La línea roja representa la composición donde todos los tratamientos alcanzan 0,35 % de carbono y marca la profundidad de donde se considera la capa cementada.

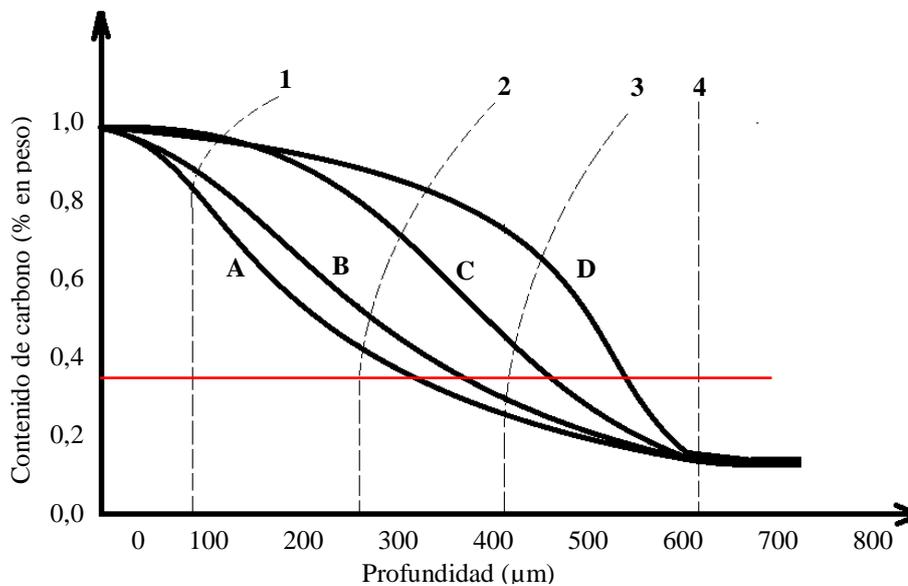


Figura 91. Efecto de la frecuencia de excitación sobre diferentes tratamientos térmicos superficiales de cementación

Nótese que según la Figura 91 para los tratamientos C y D con una frecuencia de excitación 1, presentan igual profundidad donde se originan los impulsos de RMB y las señales obtenidas serán similares en número de eventos, amplitud, valor y posición de pico máximo, porque los tratamientos C y D dadas las condiciones de potencial de carbono, temperatura y tiempo de permanencia durante la carburización, alcanzaron el equilibrio difusivo hasta una profundidad cercana a los 200 μm , esto es, que el material alcanzó el equilibrio entre la composición de carbono de la superficie y la interna hasta esa profundidad durante la difusión hacia el interior de la pieza. Como el material a la profundidad donde se generan las señales de RMB con la frecuencia 1, presenta la misma composición de la superficie y esta afecta del mismo modo la morfología de la fase martensita después del temple y el revenido, provocando una densidad de dislocaciones y un estado de tensiones similar hace que las señales de estos tratamientos sean parecidas, mientras no sucede lo mismo para los tratamientos A y B.

Para las profundidades donde se originan las señales de RMB con las frecuencias de excitación 2 y 3 los cuatro tratamientos presentan diferentes contenidos de carbono, lo que provoca martensitas con diferentes durezas y por lo tanto, se obtendría diferentes señales de RMB.

En el caso de una baja frecuencia de excitación como la representada con el número 4, el contenido de carbono es igual a esa profundidad, sin embargo las señales contienen la información la profundidad de capa cementada de cada tratamiento.

Lo que se encontró en esta investigación es que para los tratamientos C y D con la frecuencia de excitación 1 y para todos los tratamientos con frecuencia de excitación 4 no es posible identificar los factores temperatura tiempo y potencial de carbono mediante la envolvente y los valores *rms* de las señales, para el caso de la frecuencia 4 se sugiere la utilización de la transformada rápida de Fourier y trabajar en el dominio de la frecuencia dado que contiene la información a través de toda la capa y un espectro de frecuencia proveniente según la profundidad.

Se consigue diferenciar los cambios en la temperatura, el tiempo y el potencial de carbono mediante la envolvente y los valores *rms* de las señales de RMB en los tratamientos A y B con la frecuencia de excitación 1 y en todos los tratamientos de la Figura 91 con las frecuencias de excitación 2 y 3, Se concluye entonces que es posible identificar la profundidad de capa cementada siempre que se utilice una frecuencia de excitación de campo que provoque señales de RMB a una profundidad cercana a la profundidad de capa endurecida. Por ejemplo, a la frecuencia 3 de la Figura 91 se

obtendría información de las fases presentes en zonas más profundas pero cerca al límite, que las capas cementadas para los tratamientos A y B e información de la martensita presente dentro de capa endurecida en los tratamientos C y D.

7. CONCLUSIONES

Respecto a la fabricación de un termorreactor químico para cementación gaseosa se concluyó que es necesaria la hermeticidad total del sistema, así como la utilización de aceros inoxidable austeníticos o ferríticos en la recámara, a pesar que estos últimos pueden presentarse aparición de fase sigma a corto plazo y deterioro de sus propiedades. También se concluyó que es mucho más eficiente en cuanto a velocidades de reacción y tiempos de carburización, la utilización de gas acetileno como gas aportante de carbono, este fue introducido junto con la mezcla sintética de 20 % CO, 40 % N y 40 % H₂.

En cuanto a la obtención de capas cementadas se concluyó que existen limitaciones en la obtención de réplicas con exactamente los mismos perfiles de composición, ya que factores como la posición, las corrientes térmicas, el régimen laminar o turbulento del fluido dentro de la recámara, provocan variaciones en la concentración de carbono en la superficie que inducen cambios en la velocidad de difusión de los átomos hacia el interior de las piezas. Muchas de estas variaciones son inherentes al proceso de cementación y no son de gran interés a nivel industrial siempre que se cumpla la dureza en la superficie, pero a nivel de laboratorio los valores *rms* y las envolventes de las señales de RMB son sensible a estos cambios.

Se concluyó que el RMB puede ser fácilmente implementado como técnica no destructiva de inspección en el control de calidad de piezas tratadas térmicamente a nivel industrial dado que mediante el valor *rms* puede ser utilizado para separar piezas cementadas de no cementadas y consigue separar piezas sin tratamiento de piezas carburizadas, y estas a su vez de piezas cementadas. Sin embargo, hay limitaciones para relacionar el comportamiento de los valores *rms* y las envolventes de las señales con la profundidad de capa cementada, dado que factores como el crecimiento de grano austenítico, el estado de tensiones residuales de la martensita ligada a la cantidad de carbono contenido en el interior de la celda como a la frecuencia de excitación de campo magnético utilizada, apantallan los resultados obtenidos y dificultan saber que el comportamiento de los valores *rms* y la envolvente de las señales de RMB proviene solamente de la profundidad de capa cementada, pero si arroja mucha información de cómo se encuentra la pieza a cierta profundidad. Es decir mediante la envolvente y los valores *rms* de las señales de RMB se consigue establecer si la pieza esta endurecida o

no a determinada profundidad después de seleccionar la frecuencia de excitación de acuerdo a la permeabilidad magnética y la conductividad eléctrica del material.

Dado que para cada temperatura, tiempo y/o potencial de carbono el RMB presenta una señal correspondiente, en términos de sus parámetros, valor *rms*, envolvente, que a su vez dependen del número de eventos de Barkhausen y de la amplitud de la señal, así como de la microestructura y los defectos cristalinos, esto permite concluir que el RMB consigue diferenciar cambios en los factores tiempo, temperatura y composición mediante el valor *rms* y la envolvente, y que a su vez consigue determinar la profundidad de capa cementada, si se selecciona una frecuencia de excitación de campo magnético que promueva señales provenientes de una zona cercana al límite de la capa endurecida, dado que si la información proviene muy profunda las señales son muy similares arrojando información del núcleo, y si se utilizan más alta frecuencias la señal provienen muy cerca de la superficie dando información solo del estado microestructural de esa zona y no de la capa en sí. Por lo tanto, el RMB puede ser utilizado como técnica de ensayo no destructivo complementaria en la caracterización de capas cementadas, ya que es sensible a los cambios de los factores tiempo, temperatura y composición durante la carburización de las capas y que es capaz de diferenciar cada uno de los efectos de estos en piezas cementadas, posibilitando la determinación de la profundidad de la capa, así como el control de calidad permitiendo determinar piezas con un buen tratamiento de otra con algún problema en la capa endurecida.

Se concluyó que el RMB muestra mayor sensibilidad en aceros de baja aleación que en aceros al carbono debido a que los aleantes hacen parte de defectos cristalinos intersticiales, sustitucionales o formadores de soluciones sólidas que aumentan considerablemente los puntos de anclaje de las paredes de dominios magnéticos. A mayores temperaturas el RMB mediante las envolventes y los valores *rms* de las señales consigue diferenciar más fácilmente como afecta los factores tiempo y potencial de carbono la capa cementada. A mayor potencial de carbono o tiempo de carburización mayor amplitud de la señal de RMB y a mayor temperatura de austenización mayor actividad de RMB.

Entre las interacciones solo se pudo verificar el efecto de la interacción entre el tiempo y el potencial de carbono, encontrando que se presenta una disminución de la señal de Barkhausen con el aumento de ambos factores.

Que a mayor frecuencia de excitación de campo magnético mayor diferenciación de tratamientos térmicos superficiales, debido a que esta frecuencia afecta directamente la profundidad del origen de los eventos de Barkhausen dada por el *skin depth* y en capas más superficiales mayor diferencia en el porcentaje de carbono obtenido dentro de la estructura, en mayor medida si se modifica el potencial de carbono y la temperatura de carburización.

8. TRABAJOS FUTUROS

En este trabajo se realizó análisis en el dominio del tiempo pero se considera importante realizar una evaluación de las señales de RMB sobre capas cementadas en el dominio de la frecuencia aplicando la transformada rápida de Fourier y realizando un análisis sobre bandas de frecuencia.

Por otra parte se demostró que el RMB es sensible a los cambios microestructurales provocados por los factores temperatura, tiempo y potencial de carbono durante la etapa de carburización. Pero se considera necesario evaluar el efecto de los tratamientos posteriores a la obtención de capas cementadas en la respuesta del RMB. Es decir, la forma de realizar el tratamiento ya sea con temple directo, temple único, o doble temple con o sin afinación de grano en el núcleo, lo cual depende de la aplicación y determina la estructura en la superficie y en el núcleo de las muestras, por lo que podría cambiar la respuesta de la señal de RMB.

También sería interesante evaluar el efecto de la austenita retenida sobre la señales de RMB en piezas cementadas y comparar los tratamientos que presentan austenita retenida de las que no, determinando la fracción volumétrica de la austenita retenida mediante Difracción de Rayos X con el análisis de Rietveld y comparando los resultados con los valores *rms* y las envolventes de las señales de RMB.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Alberteris Campos, M., Capó-Sánchez, J., Pérez Benítez, J., & Padovese, L. R. (2008). Characterization of the elastic–plastic region in AISI/SAE 1070 steel by the magnetic barkhausen noise. *NDT & E International*, 41(8), 656–659. <http://doi.org/10.1016/J.NDTEINT.2008.03.003>
- Alessandra Drehmer, Gunther J. L. Gerhardt, F. P. M. (2013). Case Depth in SAE 1020 Steel Using Barkhausen Noise. *Materials Research*, 1015–1019.
- Alessandro, B., Beatrice, C., Bertotti, G., & Montorsi, a. (1991, February). Domain-wall dynamics and Barkhausen effect in metallic ferromagnetic materials. II. experiments. *NDT & E International*. [http://doi.org/10.1016/0963-8695\(91\)90686-W](http://doi.org/10.1016/0963-8695(91)90686-W)
- Alvarez, A., Padovese, L. R., Serna Giraldo, C. P., & Medina, R. (2012). Principal Component analysis and discriminant analysis as a supervised pattern recognition tool for classification of AISI 420 steel samples subjected to a different heat treatment using Magnetic Barkhausen Noise signals. In *18th World Conference on Non destructive Testing*. Retrieved from <https://www.ndt.net/search/docs.php3?showForm=off&id=12827>
- Anglada-Rivera, J., Padovese, L. ., & Capó-Sánchez, J. (2001). Magnetic Barkhausen Noise and hysteresis loop in commercial carbon steel: influence of applied tensile stress and grain size. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 231(2–3), 299–306. [http://doi.org/10.1016/S0304-8853\(01\)00066-X](http://doi.org/10.1016/S0304-8853(01)00066-X)
- Aon, C. A. (2014). Señales, Sus valores característicos asociados. Retrieved from <http://www.inspt.utn.edu.ar/academica/carreras/61/bajar/generales/Senales.sus.valores.caracteristicos.pdf>
- ASM Handbook Committee. (1991). *ASM Handbook Volume 4 Heat Treating*.
- Barkhausen, H. (1919). Zwei mit Hilfe der neuen Verstärker entdeckte Erscheinungen. *Physik. Z*, 20, 401–403.
- Benitez, J. A., Capó-Sánchez, J., Anglada-Rivera, J., & Padovese, L. R. (2005). A model for the influence of microstructural defects on magnetic Barkhausen noise in plain steels. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 288, 433–442. <http://doi.org/10.1016/j.jmmm.2004.09.134>
- Blaow, M., Evans, J. T., & Shaw, B. A. (2005). Magnetic Barkhausen noise: the influence of microstructure and deformation in bending. *Acta Materialia*, 53(2), 279–287. <http://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.09.021>
- Blaow, M., Evans, J. T., & Shaw, B. A. (2006). Effect of hardness and composition gradients on Barkhausen emission in case hardened steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 303(1), 153–159. <http://doi.org/10.1016/j.jmmm.2005.07.034>
- Callister, W. D. (2009). *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales* (Vol. 2a). Limusa Wiley.
- Clapham, L., Jagadish, C., & Atherton, D. L. (1996, October). The influence of pearlite on Barkhausen noise generation in plain carbon steels. *NDT & E International*. [http://doi.org/10.1016/S0963-8695\(97\)81551-4](http://doi.org/10.1016/S0963-8695(97)81551-4)
-

- David A. Porter, Kenneth E. Easterling, M. Y. A. S. (1974). *Phase transformations in Metals and Alloys*.
- Deng, Y., Li, Z., Chen, J., & Qi, X. (2018). The effects of the structure characteristics on Magnetic Barkhausen noise in commercial steels. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 451, 276–282. <http://doi.org/10.1016/j.jmmm.2017.11.041>
- Ding, S., Tian, G., Moorthy, V., & Wang, P. (2015). New feature extraction for applied stress detection on ferromagnetic material using magnetic Barkhausen noise. *Measurement*, 73, 515–519. <http://doi.org/10.1016/J.MEASUREMENT.2015.05.031>
- Dubois, M., & Fiset, M. (1995). Evaluation of case depth on steels by Barkhausen noise measurement. *Materials Science and Technology*, 11(3), 264–267. <http://doi.org/10.1179/mst.1995.11.3.264>
- Flogler, H. S. (1999). *Elements of chemical Reaction Engineering* (Parentice). New Jersey.
- Franco, F. A., & Padovese, L. R. (2009). NDT flaw mapping of steel surfaces by continuous magnetic Barkhausen noise: Volumetric flaw detection case. *NDT & E International*, 42(8), 721–728. <http://doi.org/10.1016/J.NDTEINT.2009.06.007>
- Gaffney, J. S., Marley, N. A., Gaffney, J. S., & Marley, N. A. (2018). Properties of Gases. In *General Chemistry for Engineers* (pp. 181–212). Elsevier. <http://doi.org/10.1016/B978-0-12-810425-5.00006-0>
- Gür, C. H., & Çam, İ. (2007). Comparison of magnetic Barkhausen noise and ultrasonic velocity measurements for microstructure evaluation of SAE 1040 and SAE 4140 steels. *Materials Characterization*, 58(5), 447–454. <http://doi.org/10.1016/j.matchar.2006.06.008>
- Harris, F. E. (1943). Case Depth - an Attempt at a Practical Definition. *Metal Progress*, 44, 265–271.
- Harvey, P. (1982). *Engineering properties of steel*. American society of metals.
- Harvey, P. D. (1982). *Engineering properties of Steel*. American society of metals.
- Huallpa, E. A., Sánchez, J. C., Padovese, L. R., & Goldenstein, H. (2013). Determining Ms temperature on a AISI D2 cold work tool steel using magnetic Barkhausen noise. *Journal of Alloys and Compounds*, 577, S726–S730. <http://doi.org/10.1016/j.jallcom.2012.02.032>
- Hubert, A., & Schäfer, R. (2009). Magnetic Domains: The Analysis of Magnetic Microstructures. In *Magnetic Domains: The Analysis of Magnetic Microstructures* (p. 441). <http://doi.org/10.1007/978-3-540-85054-0>
- International., A. S. M., & Committee., H. (1991). *ASM handbook. Volume 4, Volume 4*. [Materials Park, Ohio]: ASM International.
- Jang-Bog, J., Jung-Suk, L., Jae-il, J., Woo-sik, K., & Dongil, K. (2003, September). Determination of welding residual stress distribution in API X65 pipeline using a modified magnetic Barkhausen noise method. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*. [http://doi.org/10.1016/S0308-0161\(03\)00131-5](http://doi.org/10.1016/S0308-0161(03)00131-5)
- Jiles, D. C. (2000). Dynamics of domain magnetization and the Barkhausen effect. *Czechoslovak Journal of Physics*, 50(8), 893–988.
- Jiles, D. C. (2000). Dynamics of domain magnetization and the Barkhausen effect.
-

- Czechoslovak Journal of Physics*, 50(8), 893–924.
<http://doi.org/10.1023/A:1022846128461>
- Johnny F. Obando B, Á. C. P. y C. A. T. (n.d.). Diseño y construcción de un prototipo controlado para carburización gaseosa de aceros utilizando alcoholes. *Revista Ingeniería e Investigación*, 26, N° 1, 86–91.
- Kameda, J., & Ranjan, R. (1987a). Nondestructive evaluation of steels using acoustic and magnetic barkhausen signals-I. Effect of carbide precipitation and hardness. *Acta Metallurgica*, 35(7), 1515–1526. [http://doi.org/10.1016/0001-6160\(87\)90096-4](http://doi.org/10.1016/0001-6160(87)90096-4)
- Kameda, J., & Ranjan, R. (1987b). Nondestructive evaluation of steels using acoustic and magnetic barkhausen signals—I. Effect of carbide precipitation and hardness. *Acta Metallurgica*, 35(7), 1515–1526. [http://doi.org/10.1016/0001-6160\(87\)90096-4](http://doi.org/10.1016/0001-6160(87)90096-4)
- Kaspersma, J. H., & Peartree, R. J. (n.d.). PROCESS FOR CARBURIZING FERROUS METALS. United states.
- Kehoe, M., & Kelly, P. M. (1970). The role of carbon in the strength of ferrous martensite. *Scripta Metallurgica*, 4(6), 473–476. [http://doi.org/10.1016/0036-9748\(70\)90088-8](http://doi.org/10.1016/0036-9748(70)90088-8)
- L&L Special Furnace Co., I. (2014). Atmosphere Treating. Retrieved from <http://www.lfurnace.com/processes/atmosphere-treating/#atmoType>
- Liu, X., Shang, W., He, C., Zhang, R., & Wu, B. (2018). Simultaneous quantitative prediction of tensile stress, surface hardness and case depth in medium carbon steel rods based on multifunctional magnetic testing techniques. *Measurement: Journal of the International Measurement Confederation*, 128, 455–463. <http://doi.org/10.1016/j.measurement.2018.04.044>
- Maki, T. (1990). Microstructure and mechanical behavior of ferrous martensite. *Materials Science Forum*, 56–58, 157–168.
- Maki, T. (2012). 2 - Morphology and substructure of martensite in steels. In E. Pereloma & D. V. B. T.-P. T. in S. Edmonds (Eds.), *Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering* (Vol. 2, pp. 34–58). Woodhead Publishing. <http://doi.org/https://doi.org/10.1533/9780857096111.1.34>
- Medina, R. (2008). *Aplicación del RMB en la evaluación microestructural del acero inoxidable martensítico AISI 420*. Trabajo de grado, Universidad de Antioquia.
- Montgomery, D. C. (2004). *Diseño y análisis de experimentos*.
- Moorthy, V., Shaw, B. A., & Evans, J. T. (2003). Evaluation of tempering induced changes in the hardness profile of case-carburised EN36 steel using magnetic Barkhausen noise analysis. *NDT and E International*, 36(1), 43–49. [http://doi.org/10.1016/S0963-8695\(02\)00070-1](http://doi.org/10.1016/S0963-8695(02)00070-1)
- Neslušán, M., Čížek, J., Kolařík, K., Minářík, P., Čillíková, M., & Melikhova, O. (2017). Monitoring of grinding burn via Barkhausen noise emission in case-hardened steel in large-bearing production. *Journal of Materials Processing Technology*, 240, 104–117. <http://doi.org/10.1016/J.JMATPROTEC.2016.09.015>
- Ng, D. H. L., Cheng, K., Cho, K. S., Ren, Z. Y., Ma, X. Y., & Chan, S. L. I. (2001). Nondestructive evaluation of carbon contents and microstructures in plain carbon steel bars by Barkhausen emission. In *IEEE Transactions on Magnetics* (Vol. 37,

- pp. 2734–2736). <http://doi.org/10.1109/20.951290>
- Nummila, K., Heikki, E., Helsinki, S., & Varpula, T. (2007). Method for determining the hardening depth of steel. United States.
- Ortiz Cárdenas, A., & López, C. A. (2012). Dureza efectiva de una capa cementada en una atmósfera endotérmica a partir de metano, en aceros de bajo carbono. *Scientia et Technica*, 50(0122-1701), 22–26. Retrieved from <http://revistas.utp.edu.co/index.php/revistaciencia/article/view/1607/4187>
- Padovese, L., Capó, J., & Anglada-Rivera, J. (2000). Medição da tensão mecânica em aço carbono através da emissão magnética de Barkhausen. *XIX Congresso Nacional de Ensaios Não ...*. Retrieved from <http://scholar.google.com/scholar?hl=en&btnG=Search&q=intitle:Medição+de+tensão+mecânica+em+aço+carbono+através+da+emissão+magnética+de+Barkhausen#0>
- Perez-Benitez, J. A., Capo-Sanchez, J., Anglada-Rivera, J., & Padovese, L. R. (2008). A study of plastic deformation around a defect using the magnetic Barkhausen noise in ASTM 36 steel. *NDT and E International*, 41(1), 53–58.
- Pérez-Benitez, J. A., Capó-Sánchez, J., Anglada-Rivera, J., & Padovese, L. R. (2005). A model for the influence of microstructural defects on magnetic Barkhausen noise in plain steels. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 288, 433–442. <http://doi.org/10.1016/J.JMMM.2004.09.134>
- Proakis, J. G., & Manolakis, D. G. (1996). *Digital Signal Processing*. New Jersey: Prentice-Hall.
- Rowan, O. K., & Sisson, R. D. (2009). Effect of Alloy Composition on Carburizing Performance of Steel. *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*, 30(3), 235–241. <http://doi.org/10.1007/s11669-009-9500-7>
- Santa-aho, S., Vippola, M., Sorsa, A., Leiviskä, K., Lindgren, M., & Lepistö, T. (2012). Utilization of Barkhausen noise magnetizing sweeps for case-depth detection from hardened steel. *NDT & E International*, 52, 95–102. <http://doi.org/10.1016/j.ndteint.2012.05.005>
- Serna-giraldo, C. P. (2007). Monitoreo de uniones soldadas de acero estructural utilizando ruido magnético de Barkhausen Introducción Revisión Bibliográfica, 1–12.
- Serna Giraldo, C. P. (2007). *Avaliação De Juntas Soldadas De Aços Carbono Através Do Ruído Magnético De Barkhausen*. Escola Politécnica da Universidade de São Paulo, Tesis Doctoral. Retrieved from <http://dx.doi.org/10.11606/T.3.2007.tde-27072007-154839>
- Singh, S. B. (2012). 10 - Mechanisms of bainite transformation in steels. In E. Pereloma & D. V. B. T.-P. T. in S. Edmonds (Eds.), *Woodhead Publishing Series in Metals and Surface Engineering* (Vol. 1, pp. 385–416). Woodhead Publishing. <http://doi.org/https://doi.org/10.1533/9780857096104.3.385>
- Sipahi, L. B. (1994). Overview of applications of micromagnetic Barkhausen emissions as noninvasive material characterization technique. *Journal of Applied Physics*. <http://doi.org/10.1063/1.356747>
- Sorsa, A., Leiviskä, K., Santa-aho, S., & Lepistö, T. (2012). Quantitative prediction of residual stress and hardness in case-hardened steel based on the Barkhausen noise measurement. *NDT & E International*, 46, 100–106.
-

- <http://doi.org/10.1016/j.ndteint.2011.11.008>
- Stewart, D. M., Stevens, K. J., & Kaiser, A. B. (2004, April). Magnetic Barkhausen noise analysis of stress in steel. *Current Applied Physics*.
<http://doi.org/10.1016/j.cap.2003.11.035>
- Stupakov, O., Pal'a, J., Yurchenko, V., Tomáš, I., & Bydžovský, J. (2008). Measurement of Barkhausen noise and its correlation with magnetic permeability. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 320(3–4), 204–209.
<http://doi.org/10.1016/j.jmmm.2007.05.022>
- Stupakov, O., Perevertov, O., Tomáš, I., & Skrbek, B. (2011). Evaluation of surface decarburization depth by magnetic Barkhausen noise technique. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 323(12), 1692–1697.
<http://doi.org/10.1016/j.jmmm.2011.01.039>
- Supersystems. (2009). <http://www.supersystems.com/wp-content/uploads/T4401-1-R1-May2009.pdf>.
- Tecnológica Nacional, U. (2014). Metalografía y Tratamientos Térmicos.
- Tyndall, E. P. T. (1924). The Barkhausen Effect. *Phys. Rev.*, 24(4), 439–451.
<http://doi.org/10.1103/PhysRev.24.439>
- Valencia, A. (2009). *Tecnología del tratamiento térmico de los metales*. Medellín: Editorial Universidad de Antioquia.
- Zhang, C., Bowler, N., & Lo, C. (2009). Magnetic characterization of surface-hardened steel. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 321(23), 3878–3887.
<http://doi.org/10.1016/j.jmmm.2009.07.065>
- Zhukov, A. A., & Krishtal, M. A. (1975). Thermodynamic activity of alloy components. *Metal Science and Heat Treatment*, 17(7), 626–633.
<http://doi.org/10.1007/BF00680420>
-