

EFFECTO DEL CONTENIDO DEL NÍQUEL EN LA RECRISTALIZACIÓN Y
CEMENTACIÓN A BAJA TEMPERATURA DE UNA ALEACIÓN Fe-Ni, USANDO
UN PAR DE DIFUSIÓN

IVAN ANDRES PORTILLO CUADROS

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA

2017

EFFECTO DEL CONTENIDO DEL NÍQUEL EN LA RECRISTALIZACIÓN Y
CEMENTACIÓN A BAJA TEMPERATURA DE UNA ALEACIÓN Fe-Ni, USANDO
UN PAR DE DIFUSIÓN

IVAN ANDRES PORTILLO CUADROS

Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Metalúrgico

MODALIDAD: Trabajo de investigación

Director

SANDRA JUDITH GARCÍA VERGARA

Dra. en Corrosión (UIS)

Director

DR. EDUARDO FRANCO DE MONLEVADE

Dr. en Ciencias (USP)

UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FISICOQUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES
BUCARAMANGA

2017

DEDICATORIA

El corazón humano genera muchos proyectos, pero al final prevalecen los designios del
Señor. -Proverbios 19:21

Dedicado primeramente a Dios, puesto que sin él no seríamos capaces de realizar
nuestras metas, por esto este trabajo de grado es honra y Gloria a él.

A Mis padres Iván y Amparo, queriendo que siempre estuvieran orgullosos de mí, ellos
siempre me apoyaron en todos mis propósitos como estudiante.

A mis hermanos Darío, Cindy y Santiago, los cuales siempre me alentaron en los
momentos más difíciles.

Para aquellas personas que siempre me dieron esa voz de aliento como mi novia,
familiares y amigos.

A todos ellos decirles que valió la pena el esfuerzo, para ustedes Dios les Bendiga.

AGRADECIMIENTOS

El presente autor ofrece agradecimientos sentimentales, de modo que este trabajo es atribuido a todas aquellas personas que aportaron su tiempo para la conclusión.

Todo fue posible gracias a muchas personas que con su aporte y su conocimiento proporcionaron un real desarrollo del trabajo, por medio de colaboraciones, ayudas, favores, intercambio de ideas, etc. A estas, mi agradecimiento:

- Lo primero que puedo hablar aquí es, agradecer a Dios por la oportunidad de estar aquí en este punto de mi vida, sabiendo que yo dependo de el en cada momento, porque que como habla a biblia en Santiago 4:14 “cuando no sabéis lo que será mañana. Porque ¿qué es vuestra vida? Ciertamente es neblina que se aparece por un poco de tiempo, y luego se desvanece.” El hombre no sabe nada de su futuro, todo ocurre por la misericordia de Dios.
- Al Profesor Dr. Eduardo Franco de Monllevede, por me darme la oportunidad de hacer el proyecto de grado a pesar del corto tiempo que tenía por el intercambio, por el su tiempo utilizado en orientación a este trabajo, las prolongadas y estimulantes discusiones, por las largas horas trabajo y todo lo realizado en el laboratorio.
- A la profesora Dra. Sandra García por su ayuda en la conclusión del proyecto en Colombia.
- A mi madre Amparo Cuadros y mi padre Iván Portillo; por la comprensión, apoyó al momento de querer hacer el intercambio y en todo momento de mi vida, ellos fueron mi motivación de hacer mi mayor esforzó.
- A mis hermanos Darío Portillo, Cindy Portillo y Santiago Portillo; por la ayuda cuando más necesitaba de ellos.
- A mi novia, amigos y familiares.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	14
1. ANTECEDENTES.....	16
1.1 RECRISTALIZACIÓN.....	16
1.1.2 Efectos del soluto en la recristalización	16
1.2 DIFUSIÓN	21
1.3 CEMENTACIÓN.....	24
2. OBJETIVOS	26
2.1 OBJETIVO GENERAL.....	26
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	26
3. DESARROLLO EXPERIMENTAL.....	27
3.1 PRODUCCIÓN DE LOS PARES DE DIFUSIÓN FE-5%NI / FE-10%NI	27
3.2 TRATAMIENTOS DE DIFUSIÓN.....	28
3.3 LAMINACIÓN DE LAS MUESTRAS.....	29
3.4 RECRISTALIZACIÓN.....	30
3.5 CEMENTACIÓN.....	30
3.6 CARACTERIZACIÓN METALOGRAFICA.....	31
4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	33
4.1 PAR DE DIFUSIÓN Y LAMINACIÓN	33
4.2.1 Tratamientos de recristalización a 550 °c por 120 min	34
4.2.2 Tratamientos de recristalización a 550°c por 240 min.....	35
4.2.3 Tratamientos de recristalización a 650°c por 240 min	37
4.3 TRATAMIENTOS DE CEMENTACIÓN DE LOS PARES DE DIFUSIÓN	38
4.3.1 Tratamientos de cementación a 900°c por 60 min	39
4.3.2 Tratamiento de cementación a 900°c por 120 min.....	40
5. CONCLUSIONES	43
REFERENCIAS	44
ANEXOS	49

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Composición química de las aleaciones Fe-5%Ni y Fe-10% Ni utilizadas en la fabricación de los pares de difusión (% en peso).....	28
Tabla 2. Temperaturas y tiempos de recristalización utilizados para el tratamiento de recristalización de los pares de difusión.....	30
Tabla 3. Tiempos y temperaturas de cementación, y profundidad de penetración de carbono esperada.	31
Tabla 4. Resumen de resultados obtenidos luego del proceso de recristalización.....	41
Tabla 5. Resumen de resultados obtenidos luego del tratamiento de cementación.	42

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Micrográficas electrónicas del cobre laminadas en frío 70% recocidas a 450 °C. (a) Estado totalmente recristalizado y (b) Estado final (100 h) después crecimiento de grano [13].	18
Figura 2. (a) Zona aleación por difusión de los pares de cobre-níquel. (b) Representación de los átomos de Cu y Ni. (c) Las concentraciones de cobre y níquel en términos de distancia del par [25].	21
Figura 3. Micrografías electrónicas de barrido del proceso de difusión, laminación en frío y recocido por 100 s [3].	22
Figura 4. Metodología de desarrollo experimental.	27
Figura 5 A. Soldadura, B. laminación y C. Par rectificado (reducción $\approx 70\%$).....	28
Figura 6. Par de difusión concluido, y después sección cortada.	29
Figura 7. Macrografía óptica del par de difusión luego del tratamiento de activación a 1100 C por 168 h. 10x.....	29
Figura 8. Dirección de la laminación después del tratamiento de difusión.	30
Figura 9. Microestructura del par de difusión. Muestra atacada con nital 6%. (Vista superior de la muestra). 100x.	33
Figura 10. Microestructura después de hecha a laminación para aumentar la longitud del gradiente de concentración de níquel (vista superior). Muestra atacada con nital 6%. 50x.....	33
Figura 11. Micrografías ópticas del tratamiento de recristalización a 550°C por 120 min. (a) Región de alto contenido de Ni. 1000x. (b) Región de bajo contenido de Ni. 200x. Muestras atacadas con nital 2%.	34
Figura 12. Micrografías ópticas del tratamiento de recristalización a 560°C por 240 min. (a) Región de bajo contenido de Ni. 1000x. (b) Región de alto contenido de Ni. 200x. Muestras atacadas con nital 6%.	36
Figura 13. Diagrama de fases del sistema Fe-Ni. [37].....	36
Figura 14. Micrografías electrónicas de barrido de las regiones del par de difusión con alto contenido de níquel. (a) Muestra con 8,56% en peso de níquel y partículas esféricas. (b) Muestra con 10,34% en peso de níquel.....	36
Figura 15. Micrografías ópticas de las muestras luego del tratamiento de recristalización a 650°C por 240 min. (a) Región con bajo contenido de Ni. Muestra atacada con nital. (b) Región con alto contenido de Ni. Muestra atacada con nital 6%.	38
Figura 16. Micrografías electrónicas de barrido de la muestra luego del tratamiento de recristalización a 650°C por 240 min. (a) Partículas hechas por el ataque. (b) Región de partículas en los contornos de grano y partícula alargada austenita.	38
Figura 17. Micrografías ópticas de las muestras luego del tratamiento de cementación a 900°C por 60 min y temple. (a). Región con bajo contenido de Ni. Muestra atacada con klemm. 500x. (b) Región de alto contenido de Ni. Muestra atacada con klemm. 500x.	39

Figura 18. Micrografías electrónicas de las muestras luego del tratamiento de cementación a 900°C por 60 min y temple. (a) Región con 5.85% en peso de Ni. (b) Región del centro con 7.70% en peso de Ni, y en la parte sin precipitación de alto contenido de níquel (10.24% níquel).40

LISTA DE ANEXOS

ANEXO A. Micrografías ópticas de las muestras que mostraron comportamiento irregular. (a) Tratamiento de recristalización a 550°C por 30 min (vista de superior). (b) Tratamiento de recristalización a 550°C por 60 min (vista de superior). Muestras atacadas con nital 6%.....	49
ANEXO B Micrografis ópticas de las muestras que mostraron comportamiento irregular. (a) Tratamiento de cementación a 900°C por 15 min. (b) Tratamiento de cementación a 900°C por 30 min. Muestras atacadas con nital 6%.....	50

RESUMEN

TÍTULO: EFECTO DEL CONTENIDO DEL NÍQUEL EN LA RECRISTALIZACIÓN Y CEMENTACIÓN A BAJA TEMPERATURA DE UNA ALEACIÓN Fe-Ni, USANDO UN PAR DE DIFUSIÓN

AUTORES: Iván Andrés Portillo Cuadros**

PALABRAS CLAVE: Acero, níquel, cementación, recristalización.

DESCRIPCIÓN: En el presente trabajo se estudió el efecto de las adiciones de níquel en la recristalización y cementación a baja temperatura de una aleación Fe-Ni, usando pares de difusión. Los pares de difusión, fueron hechos de aleaciones de Fe-5%Ni y Fe-10%Ni, por co-laminación seguido de un corte, para dejar las muestras con un tamaño específico. Luego las muestras fueron encapsuladas para el tratamiento térmico a 1100°C, para activar la difusión. Finalmente, las muestras fueron laminadas en frío hasta un 90%. Se estudió, el cambio en la microestructura de las aleaciones luego de los tratamientos de recristalización a 550 y 650°C por 30, 60, 120 y 240 min. Para los tratamientos de cementación, las muestras fueron austenizadas a 900°C por 15, 30, 60 y 120 min. Para las aleaciones recristalizadas, las muestras tratadas por 30 y 60 min fueron descartadas porque no se encontró formación y crecimiento de grano después de la laminación. En las muestras cementadas por 15 y 30 min no se percibe absorción de carbono. En las otras muestras se encontró que la recristalización inicia a los 120 min en la parte de menor contenido de níquel, con pocos granos. Para la muestra tratada a 650°C por 240 min se observaron inicios de formación de austenita en las áreas con porcentajes intermedios de níquel. En las aleaciones cementadas se obtuvo una estructura martensítica y para bajos porcentajes de níquel unas regiones de bainita. También se observó que a mayores porcentajes de níquel se retarda la cementación.

*Proyecto de grado

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.
Director: Dra. Sandra Judith García Vergara. Director: Dr. Eduardo Franco De Molevade

ABSTRACT

TITLE: EFFECT OF NICKEL CONTENT IN THE CRYSTALLIZATION AND LOW TEMPERATURE CEMENTING OF A Fe-Ni ALLOY, USING A DIFFUSION PAIR

AUTHORS: Iván Andrés Portillo Cuadros**

KEYWORDS: Steel, Nickel, cementation, recrystallization.

DESCRIPTION: In this investigation were studied alloy diffusion pairs, Fe-5% Ni and Fe-10% Ni. Diffusion pairs were made by co-lamination followed by a cut, to leave samples with specific size, and then, they are encapsulated for heat treatment at 900°C in order to achieve the diffusion activation. Finally, they had a rolling deformation in cold until 90 %. In order to study the morphological changes, the samples were treated for recrystallization at 550 and 650°C for different times, 30, 60, 120 and 240 min. In addition, a carburizing treatment was performed, and the samples were austenitized at 900°C for 15, 30, 60 and 120 min. The samples treated for 30 and 60 min were discarded, because formation and grain growth after lamination was not observed. Also, the samples cemented for 15 and 30 min was discarded. In the other samples the recrystallization began after 120 min with lower nickel content with few grains, and for the sample treated at 650°C for 4 h the beginning of austenite formation was observed at regions with nickel intermediate levels. In the carburized samples, a martensitic structure was achieved, and in the regions with low levels of nickel bainite was found. Also, noting that at higher nickel levels goes to retard hardening.

*Degree project

** Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.
Adviser: Dra. Dra. Sandra Judith García Vergara. Adviser: Dr. Eduardo Franco De Molevade

INTRODUCCIÓN

El acero es el material estructural por excelencia, su contenido de carbono ($\leq 2.1\%$ en peso) y de elementos aleantes (entre 0,2 y 0,8% en peso), permiten lograr un amplio rango de propiedades que lo hacen muy versátil en su aplicación ¹. Hoy en día para la producción de estructuras metálicas, se consumen más de 1 billón de toneladas de acero. Así mismo, existen cerca de 40.000 tipos de aceros ². De ahí la importancia de estudiar y optimizar los procesos de producción y manufactura del acero, de forma que se garantice el correcto funcionamiento de componentes y sistemas al menor costo posible. Los tratamientos térmicos de los aceros son una herramienta valiosa para satisfacer las necesidades de desempeño de los aceros, ya que permiten obtener una variedad de microestructuras con unas propiedades específicas. Dentro de la diversa gama de tratamientos térmicos están los que permiten aumentar la dureza superficial. Estos tratamientos consisten en adicionar elementos aleantes, tales como carbono y nitrógeno, en la superficie por difusión. Todos los tratamientos aplicados para las aleaciones dependen en gran parte de los porcentajes de cada elemento que tiene en la estructura, por tanto, es importante estudiar las aleaciones con diferentes porcentajes. Desde el punto de vista experimental una de las cosas más complicadas para los estudios de las aleaciones con diferentes porcentajes de elementos en la aleación es la cantidad de experimentos a realizar, exigiendo más tiempo y preparación de diferentes muestras para los mismos estudios. Teniendo en cuenta esta dificultad autores como Sinclair, Hutchinson y Brechet, utilizaron pares de difusión para el estudio de transformaciones de aleaciones como Fe-Nb-C y Fe-Ni-C ^{3 4}, el proceso consistió en fabricar aleaciones con gradiente de un elemento X en toda la región de la muestra, terminando con un proceso de conformado, para que luego de hacer tratamientos térmicos identificar los cambios en la microestructura. Teniendo presente esta metodología de la fabricación de pares de difusión, el presente trabajo estudiará el efecto del níquel usando pares de difusión del sistema Fe-Ni, variando el porcentaje de níquel entre 5 y 10% en peso.

¹ PRIMO, Ricardo Dario. Una historia de acero. Somisa, 2006.

² PADILHA, Angelo Fernando. Materiais de engenharia microestrutura e propriedades. São Paulo, Hemus, 1997. p. 126-130

³ BRÉCHET, Yves; HUTCHINSON, Christopher Ross & SINCLAIR, Chad. The Effect of Nb on the Recrystallization and Grain Growth of Ultra-High-Purity α -Fe A Combinatorial Approach, Metallurgical and Materials Transactions A, v.38A, n.4, p. 821-830, 2007.

⁴ BRÉCHET, Yves; HUTCHINSON, Christopher Ross & ZUROB, Hatem. A novel experimental approach to identifying kinetic transitions in solid-state phase transformations. Scripta Materialia, v. 50, n. 2, p. 285-289, 2004.

Específicamente se estudiará su efecto en los procesos de recristalización y cementación, El níquel es un elemento aleante importante para los aceros y las aleaciones de hierro ya que aporta propiedades importantes, dentro de las que se destaca la alta resistencia a la corrosión. Así mismo, es reconocido estabilizador de la austenita.

1. ANTECEDENTES

1.1 RECRISTALIZACIÓN

La recristalización se da por la nucleación y crecimiento de los granos en un material al aplicar un trabajo en frío o durante un tratamiento térmico ⁵. Los cambios microestructurales son cambios de tamaño de grano y textura, ocurriendo nucleación y crecimiento de nuevos granos. El primero evento que ocurre en la recristalización es la formación de nuevos granos. Después, se da el crecimiento de los nuevos granos libres de deformación (producto de la nucleación) que aumentan hasta substituir completamente la estructura anterior, quedando granos nuevos con mejores propiedades y disminuyendo la cantidad de defectos cristalinos en el metal⁶. Al aumentar la temperatura, por ejemplo, cuando se hace tratamiento térmico, se espera un aumento en el tamaño de grano. En el caso del bronce, se ha observado que el tamaño de grano aumenta al aumentar los tiempos de recocido ⁷. Además, en el caso de este mismo material se ha observado que el crecimiento del grano es afectado por la composición química, y por la temperatura tratamiento para tiempos de recocido prolongados ^{8 9}. Entonces la recristalización es un proceso que depende tanto del tiempo como de la temperatura.

1.1.2 Efectos del soluto en la recristalización. Cuando se habla de recristalización, se puede tener en cuenta que el efecto que hace el soluto en la recristalización es muy importante e influencia la microestructura, así como la velocidad y muchas otras variables. Por ejemplo, C.W. Sinclair en su investigación encontró que las propiedades mecánicas de los aceros ferríticos dependen en gran parte de la recristalización y del tamaño de grano, considerando de mucha importancia el efecto que puede tener un soluto, en el crecimiento y recristalización ¹⁰.

⁵ PADILHA, ANGELO FERNANDO & SICILIANO JR, FULVIO. Encruamento, recristalización, crecimiento de grano e textura. São Paulo: ABM, 2005. p. 29.

⁶ CALLISTER, William. Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales. Barcelona, Reverte S.A, 1995. v. 1, p. 181.

⁷ SMITH, Rhee. Grain Growth in Alpha Brass. Transactions of the Metallurgical Society of AIME – v. 64 p. 159 -187

⁸ SMITH, Rhee. Grain Growth in Alpha Brass. Transactions of the Metallurgical Society of AIME – v. 64 p. 159 -187

⁹ R.S. FRENCH. Grain growth and recrystallization of 70-30 cartridge brass, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, v 156 p. 195-211.

¹⁰ ibíd

Los solutos tienen una gran variedad de efectos. Cuando se aplica deformación, el cambia la energía almacenada por la laminación afectando la recuperación, la recristalización y el crecimiento de grano. Sin embargo, los efectos del soluto dependen de factores como la velocidad de recristalización y nucleación, las temperaturas donde acontece difusión y recristalización, también como el soluto influyó en la difusión. Cuando el contorno de grano migra a altas velocidades, el efecto de soluto es pequeño. Entonces, se dice que el contorno de grano ignora los átomos de soluto que no ejercen fuerza significativa de arrastre. En el caso del niobio, por ejemplo, el ejerce efecto relativamente débil en la cinética de recristalización dinámica ¹¹. A pesar de la gran importancia tecnológica de los aceros, los elementos de aleación son importantes y tienen influencia en diversos tipos de aleaciones. Por ejemplo, K. T. Aust y J. W. Rutter, encontraron que el desenvolvimiento de orientaciones preferidas en una aleación en solución sólida es el resultado de una interacción entre la impureza en la solución sólida y los contornos de grano, que depende principalmente de la estructura del contorno, concentración del soluto y magnitud de la interacción contorno-soluto ¹². Los mismos autores Aust y Rutter, estudiando aleaciones de plomo y estaño, vieron que el estaño, en bajas proporciones (algunas partes por millón) puede llegar a causar una gran disminución de la tasa de migración de contorno del grano a cualquier temperatura, así como a un aumento acentuado en la forma como la tasa de migración depende de la temperatura.

Engler, estudiando el desenvolvimiento de la textura de recristalización en una aleación de aluminio con bajos porcentajes de hierro y silicio, encontró que con pequeñas adiciones de hierro se observa una formación pronunciada de la reorientación, y llegó a la conclusión que la orientación es favorecida por la rápida nucleación debido a la pre-recuperación y que el recocido de la aleación sobresaturada retarda fuertemente la recuperación y por lo tanto la nucleación de nuevos granos ¹³. Freudenberg et al., estudió aleaciones de cobre, con diferentes elementos de aleación y la recristalización de varias aleaciones que fueron deformados a temperatura ambiente y también con nitrógeno líquido. Se observó que la recristalización de las aleaciones de cobre-

¹¹ ibíd

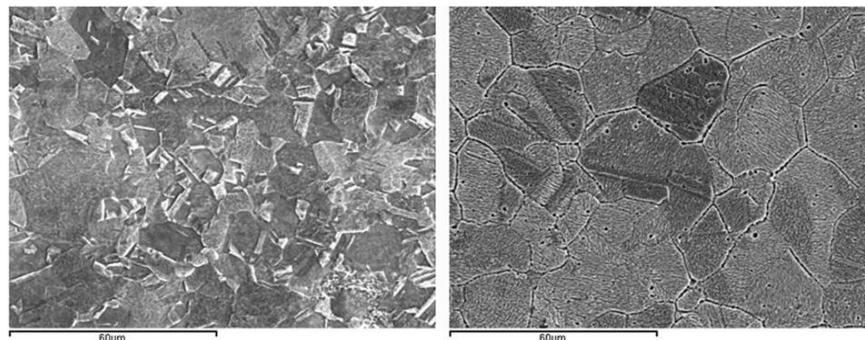
¹² AUST, Karl T.; RUTTER, John W. Effect of Solute Impurities on Preferred Orientation in Annealed High-Purity Lead. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, v. 218, p. 50-54, 1960.

¹³ ENGLER, Olaf; NES, Erik; VATNE'S, Hans. The roles of oriented nucleation and oriented growth on recrystallization textures in commercial purity aluminium. Materials Science and Engineering, v.205, p. 187-198, 1996

monofásicas que fueron deformadas, es afectada principalmente por el contenido de soluto y, por tanto, su energía de falla de apilamiento. Sin embargo, no observó ninguna influencia del tipo de elemento soluto en la recrystalización ¹⁴.

La eliminación de defectos cristalinos durante la recrystalización puede ser detectada por otros métodos además de la metalografía y microscopia electrónica. Benchabane et al., hicieron una laminación de cobre puro y analizaron la cinética por calorimetría diferencial de barrido (DSC)¹⁵. Las curvas de DSC mostraron picos exotérmicos correspondientes a la liberación, durante el proceso de recrystalización, de la energía almacenada en la deformación, la microestructura recrystalizada primaria es de granos muy finos, con muchas maclas (Figura 1). Este estado es confirmado por la distribución de contornos de grano.

Figura 1. Micrográficas electrónicas del cobre laminadas en frío 70% recocidas a 450 °C. (a) Estado totalmente recrystalizado y (b) Estado final (100 h) después crecimiento de grano ¹⁶.



También Hajizadeh et al., estudiaron titanio y su recrystalización de grano ultra fino (obtenido por deformación en canal angular) por calorimetría diferencial de barrido ¹⁷. Se observaron valores de energía de activación que indican estabilidad térmica mejorada del material procesado, que fue atribuida a las fuerzas de arrastre impuestas a los contornos de granos a través de los átomos de soluto. Hong estudió las texturas de deformación y de recrystalización en cobre laminado ¹⁸. Estas texturas de

¹⁴ FREUDENBERGER, J.; KAUFFMANN, Alexander; KLAUSS, H. -H.; MARR, T. & L. Schultz. Studies on recrystalization of single-phase copper alloys. -Acta Materialia, v. 58, p. 2324-2329, 2010.

¹⁵ BENCHABANE, Ghania; BOUMERZOUG, Z.; GLORANT, Thierry & THIBON, Isabelle. Microstructural characterization and recrystalization kinetics of cold rolled copper. Physical B v. 406, p. 1973-1976, 2011.

¹⁶ Ibid.

¹⁷ HAJIZADEH, Kaveh; ALAMDARI, Ghobadi & EGHBALI, B. Stored energy and recrystalization kinetics of ultrafine-grained titanium processed by severe plastic deformation. – Physical B, v. 417, p. 33-38, 2013

¹⁸ HYUN HONG, Seung & NYUNG LEE, Dong. The evolution of the cube recrystalization texture in cold rolled copper sheets. Materials Science and Engineering A, v. 351, p. 133-147, 2003.

recristalización después deformación en frío por laminación son normalmente caracterizados por la formación de una textura cubo fuerte y también el concluía que los núcleos de textura cubo están en mejor posición para crecer en los granos orientados de cobre, por tanto, la textura de cobre desaparece rápidamente cuando la textura del cubo comienza a aparecer durante el tratamiento térmico.

Así mismo, trabajos como los de Salehi hacen uso de herramientas modernas de simulación¹⁹. Ellos realizaron una simulación para evaluar la recristalización durante el recocido de aceros de bajo carbono y verificó una buena correlación con los datos experimentales. Sus resultados mostraron que la tasa de calentamiento aplicada afecta significativamente el comportamiento de la recristalización del acero examinado. M.M. Attallah con uso de simulación hizo una investigación sobre la influencia de la velocidad de calentamiento en la recristalización de una aleación Al-Mg²⁰. El encontró dos intervalos de tasas de calentamiento, una más baja, que lleva a un aumento de la temperatura de inicio recristalización y la otra más alta, que lleva a una disminución en la temperatura de inicio. Según él, esa diferencia es debido a la supresión de la recuperación, y a la presencia de una tasa de calentamiento crítico. G. Benchabane verificó los modelos de Kissinger y Boswell para la energía de activación del proceso de recristalización de cobre laminado en frío, usando técnicas de micro dureza y DSC²¹. Después de comparar los resultados, se encontró una buena concordancia entre los datos de energía de activación de cobre medidos por ambas técnicas.

Park estudió la orientación de los granos que forma el acero y encontró que cuando la recristalización es completa, en el caso de una tasa de calentamiento rápida, el número de granos Goss $\pm 5^\circ$ es de cerca de dos veces mayor, a diferencia de una tasa de calentamiento típica, con tamaños menores y una distribución más uniforme²². Millan, J et al., estudiando la recristalización de un acero con 0.04%C, usó diferentes velocidades de calentamiento, y encontró que cuando la recristalización se da a bajas velocidades de calentamiento la microestructura no cambia en relación a la estructura

¹⁹ SEYED SALEHI, Majid & SERAJZADEH S. Simulation of static recrystallization in non-isothermal annealing using a coupled cellular automata and finite element model. – Computational Materials Science, v. 53, p. 145-152, 2013.

²⁰ ATTALLAH, Moataz M & STRANGWOOD Martin & "Influence of the heating rate on the initiation of primary recrystallization in a deformed Al-Mg alloy". – Scripta Materialia, v. 63, p. 371-374, 2010.

²¹ BENCHABANE, G.; BOUMERZOU, Z.; GLORANT, Thierry; THIBON, Isabelle. Recrystallization of pure copper investigated by calorimetry and microhardness. – Materials Characterization, v. 59, p. 1425-1428, 2008

²² DON JOO, Hyung; PARK, No-Jin & PARK, Jong-Tae. Evolution of Goss Orientation during Thermal Heating with Different Heating Rate for Primary Recrystallization in Grain-oriented Electrical Steel. ISIJ International, v.53, n.1, p. 125-130, 2013.

antes del tratamiento. A diferencia de cuando se hace el tratamiento de recristalización a altas velocidades de calentamiento, en que se tienen grandes cambios en la microestructura ²³.

Rutter y Aust hicieron un estudio de migración de solutos de oro y plata en aleaciones de plomo ²⁴. El oro tiene un efecto mayor como soluto en comparación con el estaño, aumentando la migración del contorno de grano y también aumentando la energía de activación para la migración en las aleaciones de plomo de alta pureza. Los autores también concluyen que la plata tiene el mismo efecto del oro como soluto. B. J. Duggan encontró que existen cinco principales etapas de la evolución de la textura de bronce durante a laminación cuando se va aumentando la deformación primero de 0-50% hasta llegar a 95%, y la textura de deformación cambia a lo largo del proceso. La textura encontrada con 60-80% de reducción es casi eliminada en la reducción de 95% ²⁵. También Karmakar en su investigación en aceros de bajo carbono encontró que un calentamiento a temperaturas más bajas provocó la formación granos gruesos y zonas de granos finos, y austenita alargada a lo largo de las regiones perlíticas ²⁶. Un calentamiento rápido a mayores temperaturas de recocido originó el crecimiento de estas regiones de austenita no transformada en las regiones de ferrita.

Hutchinson y Ray estudiando el trabajado en frío de cobre con adiciones de fósforo, encontraron que pequeñas adiciones no modifican la estructura de cobre puro, pero tienen un efecto drástico sobre todos los aspectos de su comportamiento en el recocido ²⁷. Un efecto similar se observa en el recocido de aleaciones con mayor cantidad de fósforo, aunque en este caso existan también alteraciones de la estructura durante recocido. Los átomos de fósforo segregan hacia los defectos cristalinos, y eso influye en el movimiento de los contornos de grano. La tasa de crecimiento de granos recristalizados es más fuertemente que la nucleación, con el resultado de que la

²³ CABRERA, Jose María; CAMERO, S.; MACHADO J.; MILLAN, J & RIVAS, A. L.; Proceso de recristalización durante el recocido de un acero 0,04% c calmado al aluminio. Fac. Ing. UCV 2005. [En línea]: http://www.scielo.org.ve/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0798-40652005000100002&lng=es&nrm=iso. ISSN 0798-4065.

²⁴ AUST, Karl T.; RUTTER, John W. Kinetics of Grain Boundary Migration in High-Purity Lead Containing Very Small Additions of Silver and of gold. Transactions of The Metallurgical Society Of AIME, v. 218, p. 682-688, 1960.

²⁵ DUGGAN, Brian John; HATHERLY, M.; HUTCHINSON, Bevis & WAKEFIELD, P. T. Deformation structures and textures in cold-rolled 70:30 brass. Metal Science, v.12, n. 8, p 343-351, 1978.

²⁶ Chakrabarti, Debalay; Karmakar, Anish; Karani, A. & Patra, Sudipta. Development of Bimodal Ferrite-Grain Structures in Low-Carbon Steel Using Rapid Intercritical Annealing – Metallurgical and Materials Transactions A, v. 44, p.2041-2052, 2013

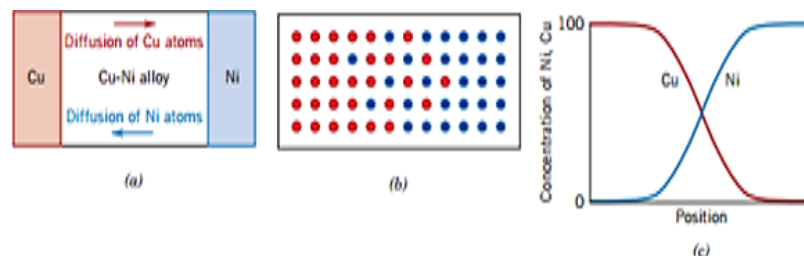
²⁷ KUMAR RAY, Ranjit & HUTCHINSON, Bevis. Influence of phosphorus additions on annealing behaviour of cold-worked copper. Metal Science, v 13. n. 3, p. 125-130, 1979

estructura del grano final y la textura son altamente modificadas por la presencia del fósforo.

1.2 DIFUSIÓN

La mayor parte de los procesos y reacciones cuando se estudian los materiales son con base en la transferencia de masa (microscópicamente). Sea en estado sólido, líquido o gaseoso, esta transferencia es acompañada por la difusión, que son fenómenos de transporte que envuelven el movimiento de los átomos. La difusión puede demostrarse por medio de un par difusión, que es la unión de dos metales en contacto a través de dos fases²⁸. Con la ayuda de la naturaleza de las sub-distancias difusivas y la temperatura, los pares de difusión son calentados por debajo de la temperatura de fusión de los dos metales por cierto tiempo y después se enfrían hasta temperatura ambiente. De esta forma se activa la difusión en el par (Figura 2)²⁹.

Figura 2. (a) Zona aleación por difusión de los pares de cobre-níquel. (b) Representación de los átomos de Cu y Ni. (c) Las concentraciones de cobre y níquel en términos de distancia del par³⁰.



Como resultado de la difusión en los extremos del par tienen el cobre y el níquel están separados por una región de aleación formada por la difusión, la composición de ambos metales varía dependiendo de la distancia, tal como se muestra en la Figura 2 (b) y (c). Los átomos migrarán, entonces habrá níquel difundido en el cobre, y cobre en el níquel, estos casos pueden ser llamados de inter difusión o difusión de impurezas³¹. El estudio de la difusión es muy importante cuando se necesita saber el comportamiento de los metales. Por ejemplo, Sinclair descubrió que el nio tiene un efecto considerable siempre que no forme NbC, porque el crecimiento de grano cuando ocurre la

²⁸ *Ibid*

²⁹ *Ibid*

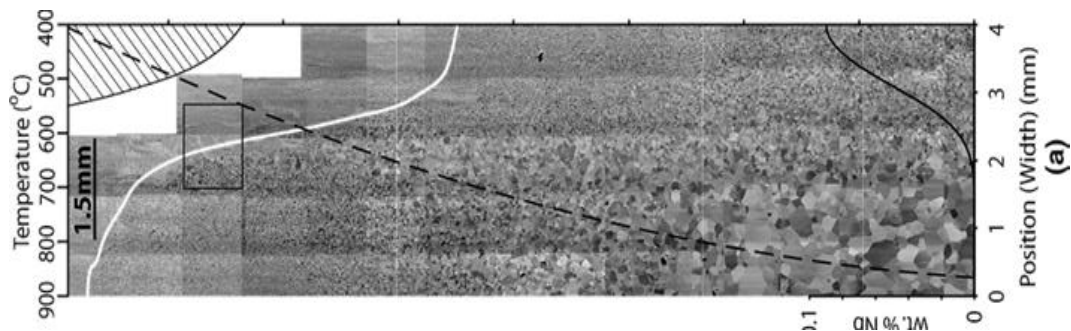
³⁰ CALLISTER, William. Introduction Materials Science and Engineering. 7. ed. New York, Techbooks/GTS, York, PA, 2007.

³¹ *Ibid*

recristalización va a ser afectado por la presencia de este compuesto ³². El contenido de soluto también es importante porque de este contenido de soluto depende la migración de los contornos, y de esta última el crecimiento de grano. El proceso de recristalización depende de la formación de núcleos de recristalización y su crecimiento.

Se puede observar en la Figura 3 un ejemplo del par de difusión con el que trabajó Sinclair. A partir de este trabajo se puede afirmar que las variaciones de tamaño de grano dentro de la muestra son claramente visibles en las regiones que están totalmente recristalizadas. La región totalmente recristalizada de la muestra y la frontera que separa las regiones recristalizadas de las no recristalizadas, que eran el foco de este trabajo, se encontraron a lo largo de la región donde la precipitación de Fe₂Nb es posible y, por tanto, se puede afirmar que los efectos observados son debidos al niobio en solución sólida ³³.

Figura 3. Micrografías electrónicas de barrido del proceso de difusión, laminación en frío y recocido por 100 s ³⁴.



En conclusión, es de vital importancia la difusión para la recristalización después de una deformación plástica, afectando la movilidad en los contornos de grano, porque se puede manejar las propiedades del acero para diferentes aplicaciones teniendo en cuenta una buena selección del soluto ³⁵. Hutchinson et al., usaron un par de difusión Fe-1Ni/Fe-5Ni (wt.%) para estudiar la cinética que ocurre con cambios en el contenido de níquel ³⁶. Una transición sube y continua de una fracción que se formó fue observada con el aumento del contenido de níquel. Para determinar el movimiento atómico para la

³² Ibíd

³³ Ibíd

³⁴ Ibíd

³⁵ Ibíd

³⁶ Ibíd

difusión se tiene dos leyes, hay que considerar la velocidad de difusión y su variación con el tiempo.

Para procesos de difusión en estado estacionario, la ecuación que correlaciona al flujo de difusión J con el gradiente de concentración dC/dx es llamada la primera ley de Fick.

$$J = -D \frac{dC}{dx}$$

Una de las consecuencias de la segunda ley de Fick es que se puede obtener el mismo perfil de concentración para diferentes condiciones en cuanto el término Dt es constante. Esto permite determinar el efecto de la temperatura sobre el tiempo necesario para completar el tratamiento térmico ³⁷. Un caso típico de difusión, es difusión intersticial, donde la carburación es el caso más evidente para el átomo de menor tamaño, que se difunde en las intersticiales de la red. Otro caso típico es la difusión por sustitución que ocurre cuando tenemos átomos de tamaños semejantes cuyas respectivas movilidad son esperadas para estar dentro de la misma, el movimiento de la capa límite entre los dos metales que se produce como consecuencia de la diferencia en las velocidades de difusión de los átomos de metal, y es llamado efecto Kirkendall ³⁸.

Iskander et al., estudiaron la difusión de carbono en un acero de bajo carbono a temperaturas de 900 y 1000°C de austenización y encontraron que ocurre mayor difusión de carbono en la austenita a mayores temperaturas de austenización y el acero de bajo carbono tiene mayor velocidad de difusión en comparación con los aceros inoxidables ³⁹. Además, de eso, los autores indican que la profundidad de penetración del carbono puede ser calculada por.

$$X^2 = 4Dt \quad (2)$$

X es la profundidad de penetración, D es el coeficiente de difusión calculado por la ecuación de Arrhenius, y t es el tiempo de tratamiento.

En otra de sus investigaciones Aaronson se refiere a un mecanismo difusional de transformación en que la posición de reticulado en la fase producto puede ser ocupada

³⁷ Ibid

³⁸ DIAZ DEL CASTILLO RODRIGUEZ, Felipe Endurecimiento Superficial del Acero. Olimpia unam. 2007. [Citado el: 17 de 04 de 2016.], [En línea] https://www.google.com.co/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=3&ved=0ahUKEwjvsLbMkpVWAhVFLyYKHW4LCmQQFggyMAI&url=http%3A%2F%2Folimpia.cuautitlan2.unam.mx%2Fpagina_ingenieria%2Fmecanica%2Fmat%2Fmat_mec%2Fm6%2Fendurecimiento%2520superficial%2520del%2520acero.pdf&usg=AFQjCNEPa7aNaORI0IWeCARnWAAhOzWDA, Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, 2007. V 1, p. 25-30.

³⁹.B.Saleh; M. I. Ismail & S. S. Iskander. Carburizing of steels. Canada, Surface Technology, 1981, v. 12, n. 4, p.341-349.

aleatoriamente por cualquier vecino más próximo que este a igual distancia y en condiciones de ejecutar un salto ⁴⁰. McLellan y Wasz encontraron también que para la difusión de carbono en hierro CCC, la difusión no sigue una única ecuación Arrhenius a lo largo de la temperatura ⁴¹. Los autores indican que eso es debido a la transición magnética. En otras aleaciones esta transformación solo hace un pequeño trabajo con esta “anomalía”.

Da Silva y McLellan hablaron que la difusividad de Fe-C tiene desvíos positivos de linealidad. Fue demostrado que tal efecto ocurre también con nitrógeno ⁴². Sin embargo, encontraron que esta anomalía no parece tener un efecto muy gran en la difusión Fe-C. Cermak y Kral estudiaron la difusión de carbono en tres aleaciones con ferrita sobresaturadas, Fe-Cr, Fe-Ni-Cr y acero AISI 316⁴³. Estudiando el coeficiente de difusión, encontraron que la velocidad de difusión de carbono en la ferrita sobresaturada es lenta en comparación a la difusión de carbono en una matriz no sobresaturada, y es debido que cuando se tiene una aleación no sobresaturada, y tiene más libertad de movimiento y migración de los átomos en los contornos de granos. Los átomos de carbono ocupan sitios intersticiales en hierro, de modo que las configuraciones de cualquier solución sólida en la composición constante dependen únicamente de la distribución de los átomos de carbono en la sub-red intersticial. Lee encontró una repulsión entre átomos de carbono vecinos más próximos en ambas, austenita y ferrita, la repulsión es mayor en la ferrita que en la austenita ⁴⁴.

1.3 CEMENTACIÓN

La cementación es un tratamiento térmico cuyo objetivo es mejorar algunas propiedades de los aceros, aumentando la dureza, resistencia a la fatiga y al desgaste superficial, este consiste en poner en contacto el acero con un medio rico en carbono, sin embargo se requiere de condiciones de temperatura adecuadas para que el carbono difunda y sea aceptado por la superficie del acero. Genel y Demirkol, estudiando la cementación del acero, indican que esté debe ser calentado hasta un estado austenítico para lograr una

⁴⁰ AARONSON, H. I; SPANOS, George & W.T. Reynolds A progress report on the definitions of Bainite. Scripta Materialia, v. 47, p. 139-144, 2002.

⁴¹ MCLELLAN, Rex B. & WASZ, Margot L. Carbón Diffusivity in B.C.C. iron. – Journal of Physics and Chemistry of Solids, Houston, Pergamon, 1993. v. 54, p. 583-586.

⁴² *Ibid*

⁴³ ČERMÁK, Jiří & KRÁL, Lubomír. Carbón diffusion in carbón-supersaturated ferrite and austenite. Journal of Alloys and Compounds, v. 586, p.129-135, Czech Republic, Elsevier B.V., 2014.

⁴⁴ LEE, Seok-Jae; MATLOCK, David Kidder & VAN TYNE, Chester John. An Empirical Model for Carbón Diffusion in Austenite Incorporating Alloying Element Effects. ISIJ International, v.51, n. 11, p. 1903-1911, 2011,

mayor adsorción de carbono, entre 900 y 950 °C puesto que su solubilidad aumenta con la temperatura. Lo esperado es obtener una capa superficial dura y con un espesor dado por la profundidad de difusión, mientras que en el interior no permanece sin variación aparente por lo que su núcleo sigue siendo relativamente dúctil.

Las exigencias tecnológicas actuales destacan la necesidad de producir metales de alto desempeño en condiciones críticas, así, por ejemplo, matrices de metal usadas en procesos de trabajo en frío y en caliente, de los metales exigen una alta tenacidad y dureza de superficie elevada, particularmente a temperatura elevada. Generalmente, los tratamientos de superficie tienen objetivo el endurecimiento de la superficie de metales y, por tanto, aumento de la resistencia al desgaste, tenacidad y ductilidad, aunque manteniendo el núcleo ⁴⁵. Para que las piezas que tiene la probabilidad de sufrir fracturas por fatigas, el proceso de cementación puede ser ideal y muy benéficos, entonces las superficies de las estructuras son las regiones más susceptibles a la fractura por fatiga y estas fracturas son iniciadas en la superficie, entonces es importante incrementar la resistencia y dureza del material en la superficie con la ayuda de la cementación o tratamientos termoquímicos. HUTCHINSON trabajando cementación en un par de difusión encontró que en la región de mayor soluto no se tenía penetración del carbón y a medida que disminuía el porcentaje era visible esta penetración del carbón en el par, entendiéndose que el soluto de la aleación retarda la cementación ⁴⁶.

En base a los conceptos e investigaciones mencionados anteriormente, se ha pensado en la idea de investigar los pares de difusión usando procesos de recristalización y cementación teniendo en cuenta algunas variables del proceso.

⁴⁵ WANSKA, John. Effect of diffusion on the carburization of steel. University of Wisconsin--Madison, v 1, 1937.

⁴⁶ BRÉCHET, Yves; HUTCHINSON, Christopher Ross & ZUROB, Hatem. The Growth of Ferrite in Fe-C-X Alloys: The Role of Thermodynamics, Diffusion, and Interfacial Conditions: A combinatorial Approach, Metallurgical and Materials Transactions A, v.37A, p. 1711-1720, 2006

2. OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GENERAL

Estudiar el efecto del contenido del níquel en la recristalización y cementación a baja temperatura de una aleación Fe-Ni, usando un par de difusión.

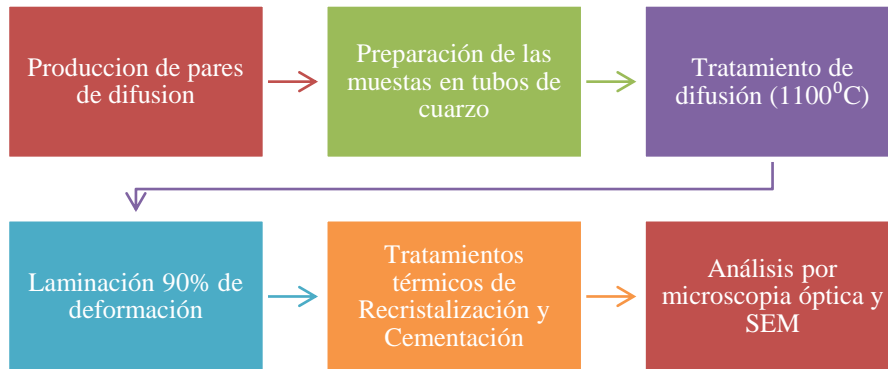
2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- ✓ Analizar los cambios microestructurales producidos por el efecto del contenido de níquel en la recristalización en un par de difusión de una aleación Fe-Ni, en el intervalo de 5 a 10% en masa de Ni.
- ✓ Estudiar el efecto del contenido de níquel del punto de vista microestructural en la cementación en un par de difusión de una aleación Fe-Ni, en el intervalo de 5 a 10% en masa de Ni.
- ✓ Evaluar los beneficios de la técnica de pares de difusión para el estudio del comportamiento de aleaciones metálicas en función de su composición química.

3. DESARROLLO EXPERIMENTAL

En la Figura 4, se presenta un esquema de la metodología seguida para el desarrollo del presente trabajo de investigación.

Figura 4. Metodología de desarrollo experimental.



3.1 PRODUCCIÓN DE LOS PARES DE DIFUSIÓN Fe-5%Ni / Fe-10%Ni

El par de difusión usado en este trabajo originalmente fue desarrollado durante la tesis doctoral de Monlleve ⁴⁷ y entonces para la preparación de las muestras del par de difusión a usar, se siguió el procedimiento propuesto en la tesis. Las aleaciones usadas para fabricar el par de difusión, Fe-Ni con contenidos de níquel entre 5 y 10% en peso fueron fundidas por la Villares Metals (Tabla 1). Las aleaciones fueron hechas en forma de barras forjadas en caliente, y tuvieron pie y cabeza (inicio y fin del lingote) separados. Trozos de cerca de 200 mm de longitud de las dos barras fueron retirados utilizando una sierra. Las dos barras tenían una laminación profunda con grietas laterales que se produjeron durante la forja en caliente. Estas grietas fueron intensas en la barra que contiene un 10% de níquel. Para la producción de los pares de difusión, era necesario cortar la cáscara formada en las laterales de las barras. Esto fue debido a la necesidad de eliminar posibles vías de entrada de aire durante el procesado en caliente, lo que podría causar la oxidación de la interface. La eliminación de la cascarilla de laminación se hizo mediante fresado de las superficies de la barra. Las dimensiones de las barras después de la eliminación de los lados y el mecanizado de las superficies fue 197x124x32 mm para la barra de 5% en peso de níquel y 194x112x30 mm para la barra

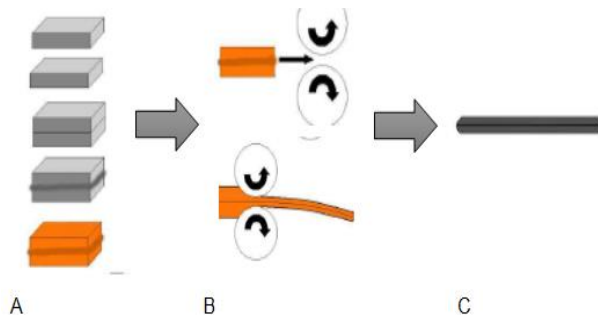
⁴⁷ FRANCO DE MONLLEVADE, Eduardo. Estudio das transacciones morfológicas na decomposición da austenita utilizando um par de difusión Fe-5%Ni/F e -10%Ni, p. 67-72, 2013.

de 10% en peso de níquel. Después las barras fueron llevadas a la empresa Serras Saturnino, para la fabricación de los pares de difusión por co-laminación en caliente. También se necesitó rectificar las caras de las barras que estarían en contacto, soldar las dos barras con electrodo de acero dulce y una laminación en caliente. El proceso se puede observar en la Figura 5. El par de difusión finalizado, sin el tratamiento de difusión, tiene dimensiones de 450x120x20 mm. La región del cordón de soldadura es descartada cuando se retiran las muestras del par principal.

Tabla 1. Composición química de las aleaciones Fe-5%Ni y Fe-10% Ni utilizadas en la fabricación de los pares de difusión (% en peso).

Fe-5%Ni	C	Ni	Si	Mn	Cr	Mo	W	V
	0,010	4,91	0,030	0,030	0,090	0,040	<0,010	<0,010
	Ti	Nb	Co	Cu	Al	P	S	N2
	<0,0050	<0,010	0,010	0,050	<0,0050	<0,0050	0,001	0,0048
Fe-10%Ni	C	Ni	Si	Mn	Cr	Mo	W	V
	0,003	9,94	0,020	<0,010	0,090	0,040	0,030	<0,010
	Ti	Nb	Co	Cu	Al	P	S	N2
	<0,0050	<0,010	0,010	0,050	<0,0500	<0,0050	0,001	0,0042

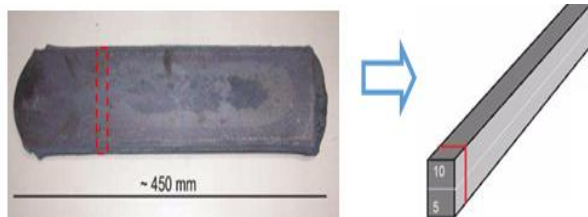
Figura 5 A. Soldadura, B. laminación y C. Par rectificado (reducción $\approx 70\%$)



3.2 TRATAMIENTOS DE DIFUSIÓN

El par de difusión original que fue reducido a un tamaño de 10x120x20 mm, después se volvió a cortar un tamaño menor para trabajar las muestras en los tratamientos posteriores quedando de 10 x 10 x 20 mm (Figura 6). De este tamaño final se obtuvieron las muestras de prueba.

Figura 6. Par de difusión concluido, y después sección cortada.



Para lograr la activación del par de difusión, se realizó un tratamiento térmico por 168 h (una semana) en un horno a una temperatura de 1100 °C, para todas las muestras. Las muestras fueron encapsuladas en tubos de cuarzo, por lo anterior no hubo necesidad de controlar la atmósfera del horno. Una vez terminado el tratamiento las muestras fueron retiradas del horno y enfriadas hasta temperatura ambiente (Figura 7).

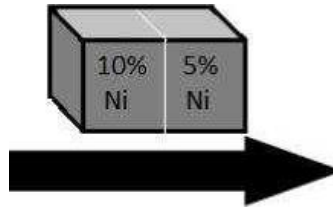
Figura 7. Macrografía óptica del par de difusión luego del tratamiento de activación a 1100 C por 168 h. 10x.



3.3 LAMINACIÓN DE LAS MUESTRAS

En el caso de los pares Fe-Ni, la laminación fue paralela al gradiente de concentración de níquel. Después del tratamiento de 168 horas (una semana) a una temperatura de 1100 °C, el gradiente de difusión calculado fue de cerca de 60 μm . Esa extensión del gradiente de concentración de níquel era muy pequeña, dificultando la caracterización y la observación de los cambios microestructurales. Entonces fue necesario realizar una laminación en frío a las muestras para corregir esta limitación del gradiente de concentración de níquel. La dirección de laminación fue paralela a la dirección del gradiente de concentración de níquel (Figura 8). Los pares de difusión fueron laminados en repetidas ocasiones hasta aproximadamente 4% de deformación, con una reducción de espesor final de 90%. De esta forma se obtuvo el gradiente de concentración paralelo a la dimensión mayor, logrando un aumento de la longitud del gradiente de concentración y así el campo de difusión fue aumentado cerca 0,6 mm.

Figura 8. Dirección de la laminación después del tratamiento de difusión.



3.4 RECRISTALIZACIÓN

Para el proceso de recristalización se redujo el tamaño del par cortando 50 mm por cada lado de la muestra. Las muestras se colocaron en un horno a 550 °C por 30, 60, 120 y 240 min (Tabla 2). También se trató una muestra a 650°C por 240 min. Para esos tratamientos, las muestras no fueron encapsuladas. Las muestras fueron amarradas con alambre para facilitar su manejo dentro del horno. Al final de los tratamientos, fueron retiradas del horno y enfriadas al aire hasta temperatura ambiente.

Tabla 2. Temperaturas y tiempos de recristalización utilizados para el tratamiento de recristalización de los pares de difusión.

Tiempo (min)	Temperatura (°C)
30	550
60	550
120	550
240	550
240	650

3.5 CEMENTACIÓN

La misma preparación es usada para los tratamientos de recristalización fue hecha para los tratamientos de cementación. Las muestras fueron colocadas en un crisol con carbón mineral para la cementación. Los ciclos térmicos de la cementación se muestran en la Tabla 3. No se controló el porcentaje de carbón añadido porque lo importante para este experimento era como el carbono se comporta en los pares de difusión, incluyendo los aspectos de la transformación a martensita independientemente de la cantidad que logre incorporarse durante el tratamiento de cementación. Luego de la cementación las muestras fueron calentadas hasta 900 °C por diferentes tiempos, con un posterior

enfriamiento en agua (Tabla 3). La profundidad de penetración del carbono fue calculada a partir de ecuación descrita por Ismail et al.⁴⁸.

Tabla 3. Tiempos y temperaturas de cementación, y profundidad de penetración de carbono esperada.

Tiempo (Min)	Temperatura (°C)	Penetración esperada (mm)
15	900	0,4
30	900	0,7
60	900	1,4
120	900	3,0

3.6 CARACTERIZACIÓN METALOGRAFICA

Para el análisis de la microestructura de las muestras luego del tratamiento de recristalización, estas fueron cortadas hasta un tamaño de 22 mm, embebidas en resina y posteriormente lijadas desde lija 300 hasta lija 2400. Después, las muestras fueron pulidas con pasta de diamante de 3 y 1 μm o, alternativamente, en suspensión de alúmina de 6, 3 y 1 μm . Para observación en el microscopio óptico, las muestras fueron atacadas con nital (solución alcohólica de ácido nítrico) de concentración 6%.

Para el análisis de las muestras luego del tratamiento de cementación, las muestras fueron cortadas hasta 22 mm, y además se realizó un corte transversal. Las muestras fueron embebidas en resina y posteriormente lijadas desde lija 300 hasta lija 2400. Después, las muestras fueron pulidas con pasta de diamante de 3 y 1 μm o, alternativamente, en suspensión de alúmina de 6, 3 y 1 μm , Finalmente las muestras fueron atacadas con nital (solución alcohólica de ácido nítrico) de concentración 6%, o con una solución saturada de metabisulfito de potasio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$). Este ataque pinta la ferrita de marrón o azul, y deja la austenita retenida sin ataque. La martensita queda con coloración amarillada, y la cementita no es atacada. Como algunas muestras fue difícil observar la morfología, entonces tuvieron que ser atacadas con una solución compuesta por 2% de nital, 2 ml de HNO_3 y 98 ml de alcohol etílico. Las muestras luego de la cementación fueron atacadas con Klemm (mezcla de meta bisulfito de potasio y tiosulfato de sodio) volviendo la microestructura azul y roja.

Los equipos utilizados para obtención de las micrografías fueron el microscopio óptico Olympus BX60M con cámara CCD acoplada y el microscopio electrónico de Barrido

⁴⁸ bíd

FEI XL30, ambos pertenecientes al Departamento de Ingeniería Metalúrgica y de Producción de la EPUSP.

Se optó por presentar las vistas superiores de las muestras porque el gradiente de composición es inclinado en relación a la dirección de laminación en frío. Eso acontece porque el proceso de laminación tiene asociado una deformación en cizallamiento que resulta en la inclinación del gradiente. La vista de superior permite alinear el gradiente observado a la dirección de laminación.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 PAR DE DIFUSIÓN Y LAMINACIÓN

En la Figura 9 se presenta la superficie de las muestras después de hecha la difusión. Se observan claramente dos regiones correspondientes a las aleaciones Fe-5%Ni y Fe-10%Ni. En la parte correspondiente a un contenido de 5% en peso de níquel se presenta una estructura ferrítica y en la otra parte correspondiente a un contenido de 10% en peso de níquel se observan partículas globulares. Como se describió en el capítulo anterior, se hizo una laminación para aumentar la longitud del gradiente de concentración de níquel. En este caso, Figura 10, en la muestra laminada se puede observar que el gradiente de concentración de níquel es mayor, y que los granos son alargados. Sin embargo, no es posible reconocer alguna fase o estructura que represente cada aleación del par de difusión. Solo se observan estructuras columnares y alargadas producto de la laminación.

Figura 9. Microestructura del par de difusión. Muestra atacada con nital 6%. (Vista superior de la muestra). 100x.

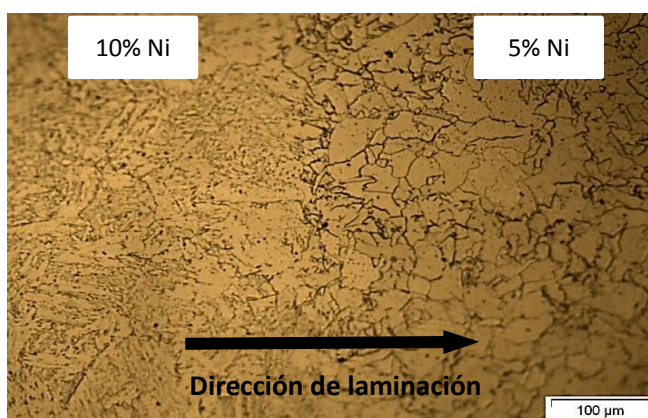
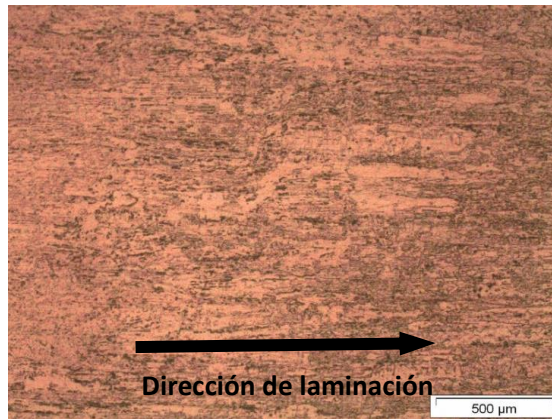


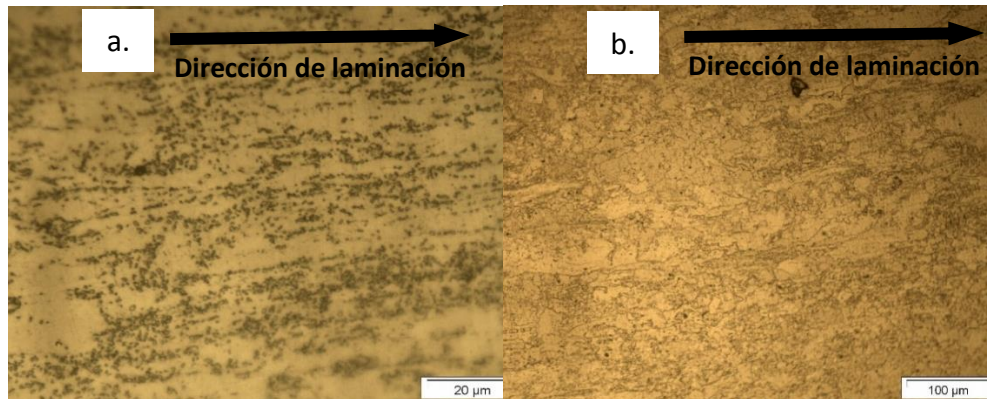
Figura 10. Microestructura después de hecha a laminación para aumentar la longitud del gradiente de concentración de níquel (vista superior). Muestra atacada con nital 6%. 50x.



4.2 TRATAMIENTOS DE RECRISTALIZACIÓN DE LOS PARES DE DIFUSIÓN

4.2.1 Tratamientos de recristalización a 550 °C por 120 min. Las Figuras 11a y 11b presentan la morfología de las muestras luego del tratamiento de recristalización a 550°C por 120 min. La transformación en la microestructura prácticamente no se inició en las regiones con contenidos más altos de níquel, esto puede atribuirse al poco tiempo de tratamiento. Solo se puede observar los granos alargados producto de proceso de laminación. La región con bajo contenido de níquel presenta una estructura de granos alargados producto del proceso de laminación, pero además se puede observar partículas alargadas o granos alargados acompañados de islas de ferrita (Figura 11b), en esta temperatura está iniciando la formación de nuevos granos. Solo se observan leves evidencias de que la muestra comenzó a presentar la formación de nuevos granos que tiene forma de ferrita.

Figura 11. Micrográficas ópticas del tratamiento de recristalización a 550°C por 120 min. (a) Región de alto contenido de Ni. 1000x. (b) Región de bajo contenido de Ni. 200x. Muestras atacadas con nital 2%.



4.2.2 Tratamientos de recrystalización a 550°C por 240 min. La morfología superficial de la muestra recrystalizada a 560°C por 240 min se presenta en las Figuras 12a. En la muestra se observan regiones en donde ocurrió la recrystalización. Por otro lado, en la figura 12 b, se observan que no hoy formación de microestructura, lo cual puede estar influenciado por el porcentaje de soluto y entonces en esas regiones no se dio la recrystalización, lo que quiere decir que no está ocurriendo crecimiento de grano. En las regiones con alto contenido de níquel, ya se comienzan a formar nuevos granos y presencia de partículas de segunda fase (Figura 13).

Se puede observar que la recrystalización en el par de difusión va decreciendo desde la región de bajo contenido de níquel hasta la de alto contenido de níquel. La región que presenta crecimiento de grano debido a la recrystalización está localizada en la parte con 5% en peso de níquel, donde se puede ver que ya comenzó la formación y crecimiento de grano. Los granos formados en la parte de 5% en peso de níquel (Figura 12a) tienen una estructura ferrítica. Eso quiere decir que para este tiempo y temperatura la recrystalización en la parte de bajo níquel está completa, a diferencia de la región con mayor contenido de níquel, la cual no presenta cambios después del tratamiento. La parte de alto contenido de níquel continúa presentando algunos granos alargados producto de la laminación, y lo único que se puede percibir de aquí es que unas zonas de la muestra tienen unos indicios de una leve iniciación de la recrystalización. Sin embargo, también se puede observar en su gran mayoría regiones esferoidales, pero aún no puede definirse que son.

En las Figuras 14a y 14b, se presentan las micrografías electrónicas por SEM de las regiones de alto contenido de níquel. A 8,56% en peso de níquel ocurre el inicio de formación de esas partículas esféricas en la parte derecha. Con un porcentaje de 10,34%

en peso de níquel (Figura 14b) estas partículas que aparecen en la parte derecha, indican posiblemente la iniciación de formación de austenita como una segunda fase conforme muestra el diagrama de fases (Figura 12) que puede ocurrir en estos porcentajes. Para porcentajes más altos de níquel, se observó gran formación de estas partículas.

Figura 12. Micrografías ópticas del tratamiento de recrystalización a 560°C por 240 min. (a) Región de bajo contenido de Ni. 1000x. (b) Región de alto contenido de Ni. 200x. Muestras atacadas con nital 6%.

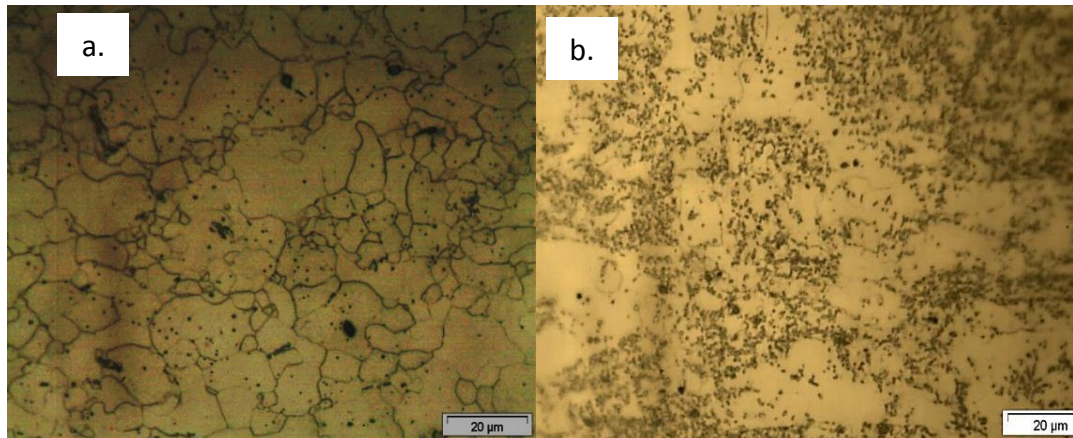


Figura 13. Diagrama de fases del sistema Fe-Ni. [37]

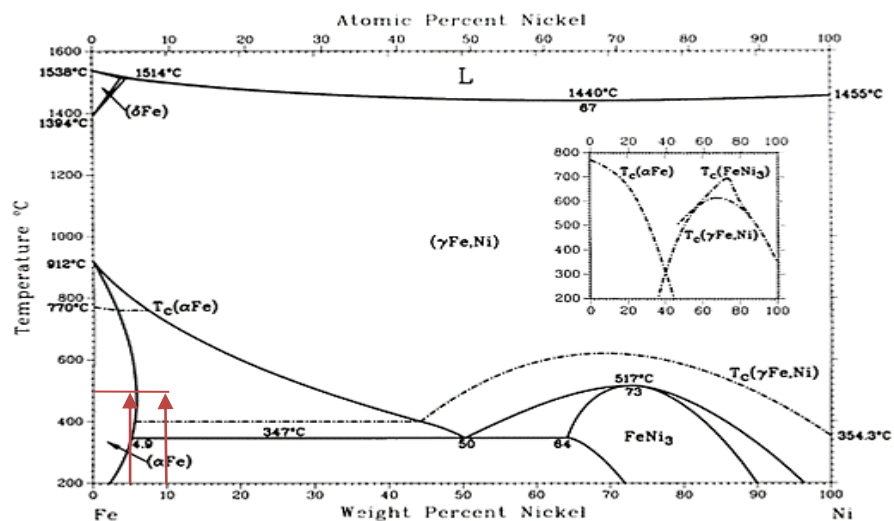
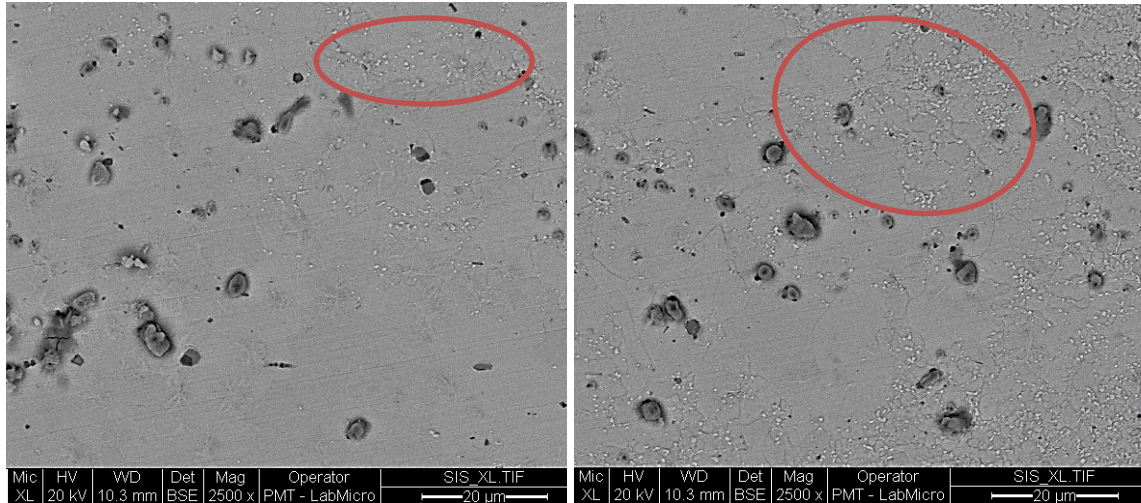


Figura 144. Micrografías electrónicas de barrido de las regiones del par de difusión con alto contenido de níquel. (a) Muestra con 8,56% en peso de níquel y partículas esféricas. (b) Muestra con 10,34% en peso de níquel



4.2.3 Tratamientos de recrystalización a 650°C por 240 min. En la muestra tratada a 650°C por 240 min, se observa claramente el tratamiento de recrystalización en toda la muestra, hay una gran diferencia en la recrystalización de las regiones con bajo contenido de níquel (Figura 15a) respecto a las de alto contenido níquel (Figura 15b). Se puede observar que la muestra tratada a 650°C por 240 minutos no muestra las mismas características morfológicas que la muestra de la misma composición tratada a 550°C por 240 min, se evidencia el efecto de la mayor temperatura mostrando un crecimiento de granos, en este caso tienen mayor tamaño. En las regiones con alto contenido de níquel, la reacción estaba más avanzada que misma muestra tratada a temperatura más baja y al mismo tiempo (550°C por 240). En esta región de alto contenido de níquel muestra una formación de granos pequeños en la mayor parte de la muestra, o una iniciación de formación de nuevos granos ya en casi en toda la muestra por la recrystalización. También como ocurre en la muestra de recrystalización de 550 a 240, aquí en este caso se tiene una fase con regiones de partículas esferoidales en la región de alto contenido de níquel (Figura 15b).

En la Figura 16b se puede observar que a un porcentaje de 6,58 % en peso Ni, se inicia la formación de las partículas esferoidales. Con porcentajes menores de níquel la muestra presenta una fase ferrítica. Lo anterior concuerda con lo reflejado en el diagrama de fases. Sin embargo, los porcentajes de níquel indicados por el diagrama son menores para la formación de austenita. Esa diferencia puede ser por el tamaño de las partículas (pueden ser muy pequeñas a porcentajes menores), o por no estar en la condición de equilibrio. En la Figura 16a, se encuentran unas manchas circulares

gruesas, debido al fuerte ataque hecho en la muestra (el ataque de color puede causar artefactos este tipo).

Figura 155. Micrografías ópticas de las muestras luego del tratamiento de recristalización a 650°C por 240 min. (a) Región con bajo contenido de Ni. Muestra atacada con nital. (b) Región con alto contenido de Ni. Muestra atacada con nital 6%.

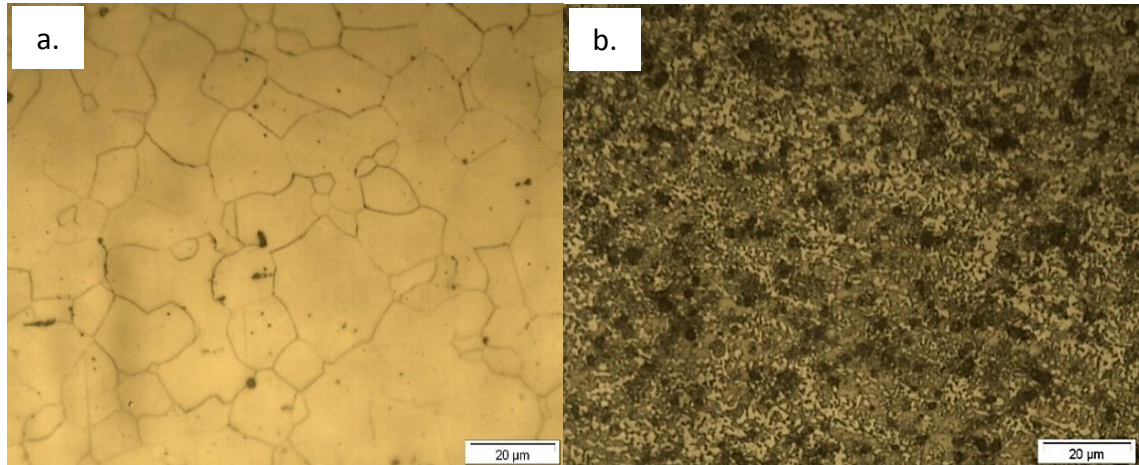
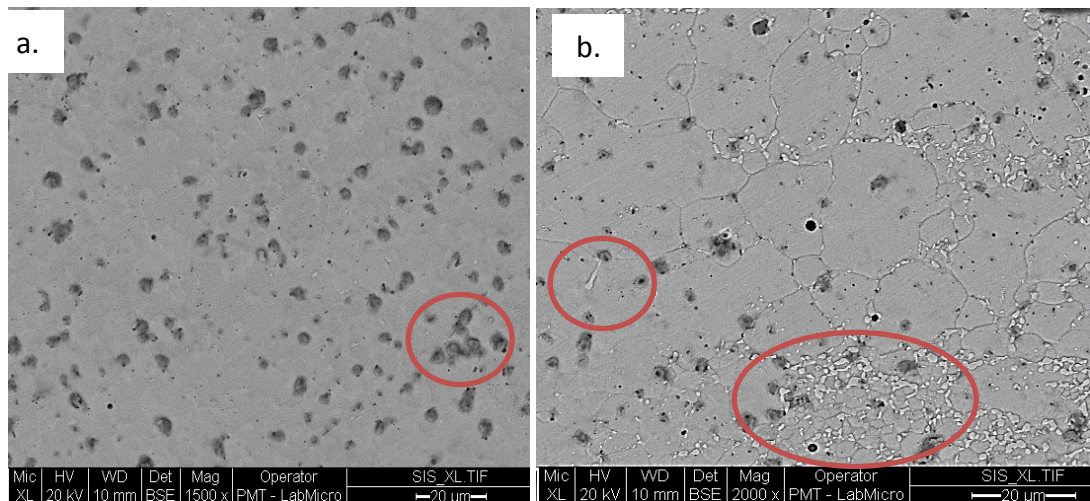


Figura 166. Micrografías electrónicas de barrido de la muestra luego del tratamiento de recristalización a 650°C por 240 min. (a) Partículas hechas por el ataque. (b) Región de partículas en los contornos de grano y partícula alargada austenita.



4.3 TRATAMIENTOS DE CEMENTACIÓN DE LOS PARES DE DIFUSIÓN

Luego de analizar las muestras, se evidencia que la penetración de carbono no correspondió a lo esperado, debido posiblemente a la baja temperatura de par de difusión.

4.3.1 Tratamientos de cementación a 900°C por 60 min. Después de hecha la cementación a 900°C por 60 min y del respectivo tratamiento de temple, la muestra presenta un inconveniente retardando el enfriamiento. Las posibles diferencias que se tiene en las regiones con mayor y menor contenido de níquel, es que en la parte de menor contenido de níquel (Figura 17a) hay aún presencia de níquel en la muestra cementada, además de eso, por efecto de tener menor cantidad de soluto se tiene un mayor efecto de cementación. La región de bajo contenido de níquel tiene regiones compuestas de bainita (azul) y algunas regiones (rojas) de martensita. La región con alto contenido de níquel (Figura 17b) presenta martensita. Debido a los problemas con el enfriamiento de la muestra, la estructura no es completamente martensítica en la región de bajo contenido de níquel a diferencia de la región de mayor porcentaje de níquel. Altos porcentajes de níquel influyen en la aleación retrasando la cementación y aumentando la templabilidad. Eso explica porque no hay bainita en región de alto contenido de níquel. Analizando la Figura 18a se concluye que la muestras con bajo porcentaje níquel tienen martensita. Se encontró una pequeña transición (Figura 18b) donde una región de la muestra tiene un contenido de níquel intermedio observándose el inicio de regiones que parece ser bainita (parte central de la Figura 18b). Estas regiones acaban en un porcentaje de 7.7% en peso de níquel. Continuando con esta misma transición como muestra la Figura 18b se ve una región a la derecha, donde no ocurren efectos en la microestructura a alto contenido del níquel, porque en esta región el contenido es de 10.24% de níquel. Además, de eso se observa como variando el porcentaje de níquel se afecta la capa cementada (Figura 18b), el contenido de níquel va aumentado de izquierda a derecha cambiando de bainita hasta una región de martensita.

Figura 177. Micrografías ópticas de las muestras luego del tratamiento de cementación a 900°C por 60 min y temple. (a). Región con bajo contenido de Ni. Muestra atacada con klemm. 500x. (b) Región de alto contenido de Ni. Muestra atacada con klemm. 500x.

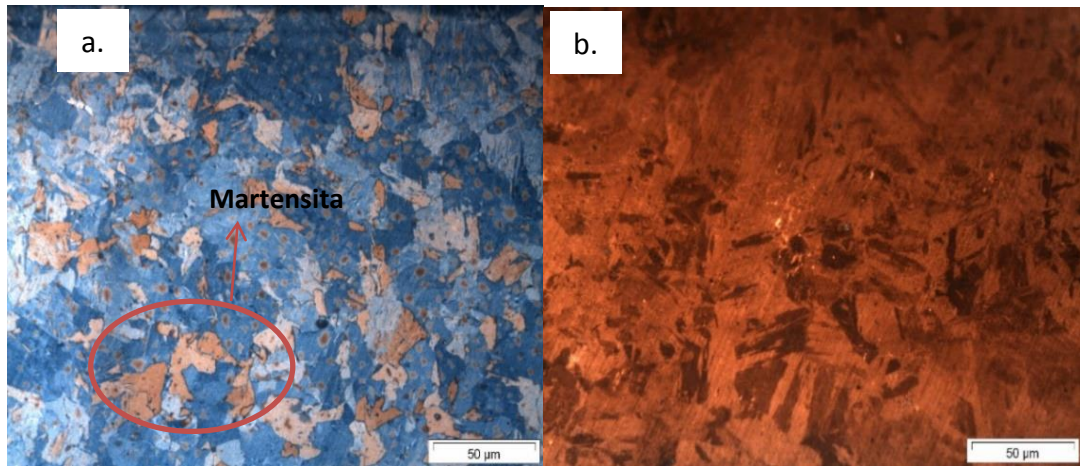
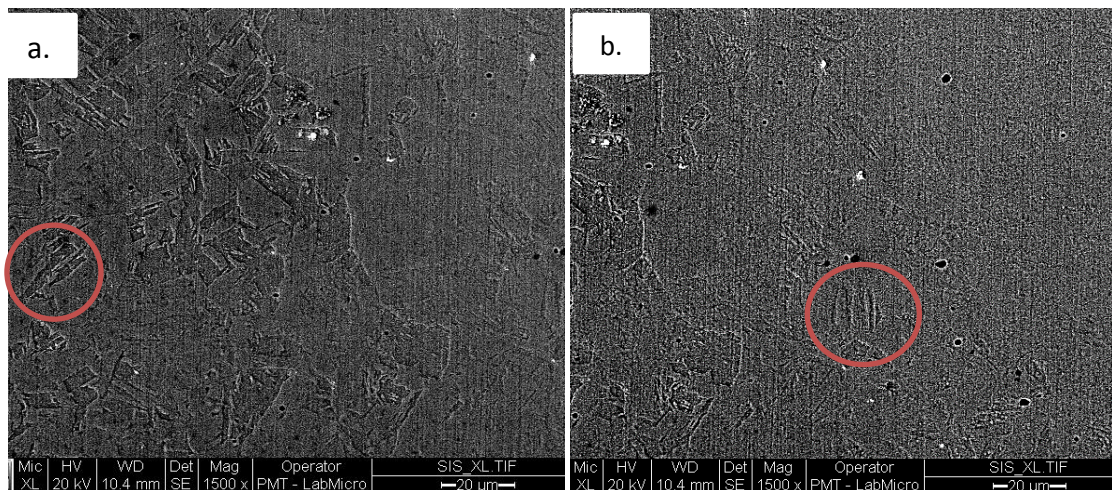


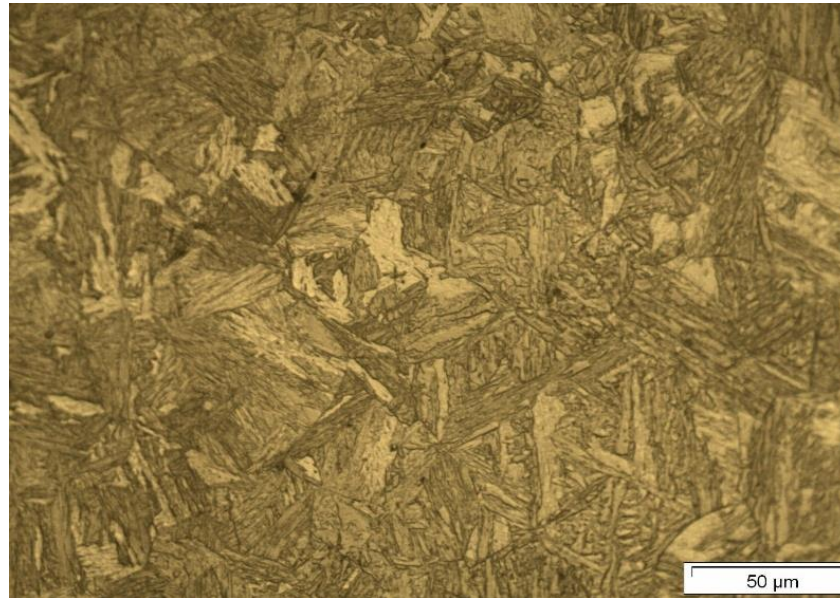
Figura 188. Micrografías electrónicas de las muestras luego del tratamiento de cementación a 900°C por 60 min y temple. (a) Región con 5.85% en peso de Ni. (b) Región del centro con 7.70% en peso de Ni, y en la parte sin precipitación de alto contenido de níquel (10.24% níquel).



4.3.2 Tratamiento de cementación a 900°C por 120 min. Se espera que, al aumentar el tiempo de cementación, el efecto del níquel sobre el tratamiento fuera más evidente. La morfología de las muestras tratadas por 120 min se presenta en la Figura 19. En este tratamiento se puede observar que se tiene un mayor efecto, se tiene una estructura martensítica más pronunciada en comparación con la muestra cementada por 60 min. Además, de esto, es martensita definida por toda la región con morfología alargada. Se puede observar en la microestructura el efecto de la cementación, el ingreso del carbono en esta región, afectando la microestructura martensítica, cambiando a una morfología martensítica con agujas más evidentes. Se encontró que solo se tenía una sola fase en toda la muestra y se observó que debe realizarse con cuidado puesto que al cortar la

muestra no se logró diferenciar las dos transiciones y se perdió el alto contenido de níquel.

Figura 19. Micrografía óptica de la muestra cementada a 900°C por 120 min. Seguida de un tratamiento de temple. Muestra de bajo contenido del Ni atacada con nital 2%.



Finalmente, después de hechos los tratamientos y hacer todo el proceso para tener un análisis de las muestras, se encontró que algunas muestras no se comportaron como lo esperado, porque en los tratamientos de cementación y recristalización se tienen muchos factores a controlar, evidenciando que es necesario una mayor temperatura del par de difusión, puesto que, dichas muestras no evidencian una formación de microestructura o temple dependiendo de su tratamiento correspondiente. Sin embargo, el análisis de lo ocurrido con estas muestras se presenta en el Anexo 1.

A manera de conclusión general del trabajo en las Tablas 4 y 5 se presenta un resumen de los dos tratamientos, recristalización y cementación, realizados a todas las muestras del par de difusión, en el cual se estudiaba el efecto del níquel en el sistema Fe-Ni.

Tabla 4. Resumen de resultados obtenidos luego del proceso de recristalización.

RECRISTALIZACIÓN			
Temperatura (°C)	Tiempo (Min)	Microestructura	
		Bajo contenido	Alto contenido

550	30	Nada, Influenciada por la laminación	
550	60	Nada, Influenciada por la laminación	
550	120	Iniciación de ferrita	Granos a largados
550	240	Ferrita	Iniciación de ferrita y para $\geq 8,5\%$ Ni iniciación de austenita
650	240	Ferrita	Ferrita y para $\geq 6\%$ Ni iniciación de austenita

Tabla 5. Resumen de resultados obtenidos luego del tratamiento de cementación.

CEMENTACIÓN			
Temperatura (°C)	Tiempo (Min)	Microestructura	
		Bajo contenido	Alto contenido
900	15	Perlita	
900	30	Perlita	
900	60	Martensita y regiones de bainita	Martensita
900	120	Martensita	

5. CONCLUSIONES

- La temperatura de tratamiento de los pares de difusión (1100°C), no fue suficiente para formación de una zona de difusión satisfactoria para tener el gradiente esperado. Deben ser usadas temperaturas más altas, del orden de 1400°C. Sin embargo, la técnica, pares de difusión permitió la identificación de cambios en la microestructura de las muestras relacionadas directamente con el contenido de níquel, tanto en la recristalización como en el tratamiento de cementación. Esta técnica es, por tanto, muy útil para reducir costos en el estudio de nuevos sistemas de aleaciones.
- En las aleaciones recristalizadas de 30 y 60 min por 550°C no hay ningún efecto de recristalización, Eso puede ser influenciado por el contenido de níquel. Sin embargo, estudios en muestras sin níquel son necesarios para afirmar esta suposición.
- En las aleaciones recristalizadas, se nota que, para menores porcentajes de níquel, se tienen una estructura ferrítica con granos formados y para porcentajes por encima de 6% en peso de níquel a 550°C y por encima de 8% en peso a 650°C, hay formación de partículas posiblemente de austenita (que pueden haberse formado en el enfriamiento).
- Para porcentajes mayores de níquel, la recristalización ocurre más lentamente a diferencia que en porcentajes menores.
- Para porcentajes por debajo de 7% de níquel, se encontró martensita y regiones posiblemente de bainita debido al enfriamiento lento por complicación en la manipulación en la muestra de cementación.
- Al aplicar una cementación en pares de difusión a baja temperatura es necesario tener en cuenta un mayor tiempo de cementación para que la solubilidad de carbono aumente y se tenga un mayor efecto de temple debido a que el contenido de níquel retrasa la cementación.

REFERENCIAS

AARONSON, H. I; SPANOS, George & W.T. Reynolds A progress report on the definitions of Bainite. Scripta Materialia, v. 47, p. 139-144, 2002.

ASKELAND, Donald. Ciencia e Ingeniería de los Materiales. International Thomson, 3ra edición, 1998. p. 334.

ASM HANDBOOK.; Alloy phase diagrams, Vol 3, 1992, Pag 845.

ATTALLAH, Moataz M & STRANGWOOD Martin & “Influence of the heating rate on the initiation of primary recrystallization in a deformed Al-Mg alloy”. – Scripta Materialia, v. 63, p. 371-374, 2010.

AUST, Karl T.; RUTTER, John W. Effect of Solute Impurities on Preferred Orientation in Annealed High-Purity Lead. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, v. 218, p. 50-54, 1960.

AUST, Karl T.; RUTTER, John W. Kinetics of Grain Boundary Migration in High-Purity Lead Containing Very Small Additions of Silver and of gold. Transactions of The Metallurgical Society Of AIME, v. 218, p. 682-688, 1960.

BENCHABANE, G.; BOUMERZOU, Z.; GLORANT, Thierry; THIBON, Isabelle. Recrystallization of pure copper investigated by calorimetry and microhardness. – Materials Characterization, v. 59, p. 1425-1428, 2008.

BENCHABANE, Ghania; BOUMERZOU, Z.; GLORANT, Thierry & THIBON, Isabelle. Microstructural characterization and recrystallization kinetics of cold rolled copper. Physical B v. 406, p. 1973-1976, 2011.

BRÉCHET, Yves; HUTCHINSON, Cristopher Ross & SINCLAIR, Chad. The Effect of Nb on the Recrystallization and Grain Growth of Ultra-High-Purity α -Fe A Combinatorial Approach, Metallurgical and Materials Transactions A, v.38A, n.4, p. 821-830, 2007.

BRÉCHET, Yves; HUTCHINSON, Cristopher Ross & ZUROB, Hatem. A novel experimental approach to identifying kinetic transitions in solid-state phase transformations. Scripta Materialia, v. 50, n. 2, p. 285-289, 2004.

BRÉCHET, Yves; HUTCHINSON, Cristopher Ross & ZUROB, Hatem. The Growth of Ferrite in Fe-C-X Alloys: The Role of Thermodynamics, Diffusion, and Interfacial Conditions: A combinatorial Approach, Metallurgical and Materials Transactions A, v.37A, p. 1711-1720, 2006

CABRERA, Jose María; CAMERO, S.; MACHADO J.; MILLAN, J & RIVAS, A. L.; Proceso de recristalización durante el recocido de un acero 0,04%*c* calmado al aluminio. Fac. Ing. UCV 2005. [En línea]: http://www.scielo.org.ve/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0798-40652005000100002&lng=es&nrm=iso>. ISSN 0798-4065.

CALLISTER, William. Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales. Barcelona, Reverte S.A, 1995. v. 1, p. 181.

CALLISTER, William. Introduction Materials Science and Engineering. 7. ed. New York, Techbooks/GTS, York, PA, 2007.

ČERMÁK, Jiří & KRÁL, Lubomír. Carbón diffusion in carbón-supersaturated ferrite and austenite. Journal of Alloys and Compounds, v. 586, p.129-135, Czech Republic, Elsevier B.V., 2014.

Chakrabarti, Debalay; Karmakar, Anish; Karani, A. & Patra, Sudipta. Development of Bimodal Ferrite-Grain Structures in Low-Carbón Steel Using Rapid Intercritical Annealing – Metallurgical and Materials Transactions A, v. 44, p.2041-2052, 2013

DEMIRKOL, Mehmet & GENEL, Kenan. Effect of case depth on fatigue performance of AISI 8620 carburized steel. International Journal of Fatigue – v. 21, n. 2, p. 207-212, 1999.

DIAZ DEL CASTILLO RODRIGUEZ, Felipe Endurecimiento Superficial del Acero. Olimpia unam. 2007. [Citado el: 17 de 04 de 2016.], [En línea] https://www.google.com.co/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=3&ved=0ahUKEwjvsLbMkpVWAhVFLyYKHW4LCmQQFggyMAI&url=http%3A%2F%2Folimpia.cuautitlan2.unam.mx%2Fpagina_ingenieria%2Fmecanica%2Fmat%2Fmat_mec%2Fm6%2Fendurecimiento%2520superficial%2520del%2520acero.pdf&usg=AFQjCNEPa7aNaORI0IWeCARnnwAahOzWDA, Facultad de Estudios Superiores Cuautitlán, 2007. V 1, p. 25-30.

DON JOO, Hyung; PARK, No-Jin & PARK, Jong-Tae. Evolution of Goss Orientation during Thermal Heating with Different Heating Rate for Primary Recrystallization in Grain-oriented Electrical Steel. ISIJ International, v.53, n.1, p. 125-130, 2013.

DUGGAN, Brian John; HATHERLY, M.; HUTCHINSON, Bevis & WAKEFIELD, P. T. Deformation structures and textures in cold-rolled 70:30 brass. Metal Science, v.12, n. 8, p 343-351, 1978.

E.B.Saleh; M. I. Ismail & S. S. Iskander. Carburizing of steels. Canada, Surface Technology, 1981, v. 12, n. 4, p.341-349.

ENGLER, Olaf; NES, Erik; VATNE'S, Hans. The roles of oriented nucleation and oriented growth on recrystallization textures in commercial purity aluminium. Materials Science and Engineering, v.205, p. 187-198, 1996

FRANCO DE MONLLEVADE, Eduardo. Estudio das transacciones morfológicas na decomposición da austenita utilizando um par de difusión Fe-5%Ni/F e -10%Ni, p. 67-72, 2013.

FREUDENBERGER, J.; KAUFFMANN, Alexander; KLAUSS, H. -H.; MARR, T. & L. Schultz. Studies on recrystallization of single-phase copper alloys. -Acta Materialia, v. 58,p. 2324-2329, 2010.

HAJIZADEH, Kaveh; ALAMDARI, Ghobadi & EGHBALI, B. Stored energy and recrystallization kinetics of ultrafine-grained titanium processed by severe plastic deformation. – Physical B, v. 417, p. 33-38, 2013.

HYUN HONG, Seung & NYUNG LEE, Dong. The evolution of the cube recrystallization texture in cold rolled copper sheets. Materials Science and Engineering A, v. 351, p. 133-147, 2003.

KUMAR RAY, Ranjit & HUTCHINSON, Bevis. Influence of phosphorus additions on annealing behaviour of cold-worked copper. Metal Science, v 13. n. 3, p. 125-130, 1979

LEE, Seok-Jae; MATLOCK, David Kidder & VAN TYNE, Chester John. An Empirical Model for Carbón Diffusion in Austenite Incorporating Alloying Element Effects. ISIJ International, v.51, n. 11, p. 1903-1911, 2011,

MCLELLAN, Rex B. & WASZ, Margot L. Carbón Diffusivity in B.C.C. iron. – Journal of Physics and Chemistry of Solids, Houston, Pergamon, 1993. v. 54, p. 583-586.

MCLELLAN, Rex B. & Da Silva, J. R. Diffusion of Carbón and Nitrogen in B.C.C. Iron. -Materials Science and Engineering - Houston, Elsevier Sequoia, 1976. v 26, p. 83-87.

PADILHA, ANGELO FERNANDO & SICILIANO JR, FULVIO. Encruamento, recristalización, crecimiento de grano e textura. São Paulo: ABM, 2005. p. 29.

PADILHA, Angelo Fernando. Materiais de engenharia microestrutura e propriedades. São Paulo, Hemus, 1997. p. 126-130.

PRIMO, Ricardo Dario. Una história de acero. Somisa, 2006.

R.S. FRENCH. Grain growth and recrystallization of 70-30 cartridge brass, Transactions of the Metallurgical Society of AIME, v 156 p. 195-211.

SEYED SALEHI, Majid & SERAJZADEH S. Simulation of static recrystallization in non-isothermal annealing using a coupled cellular automata and finite element model. – Computational Materials Science, v. 53, p. 145-152, 2013.

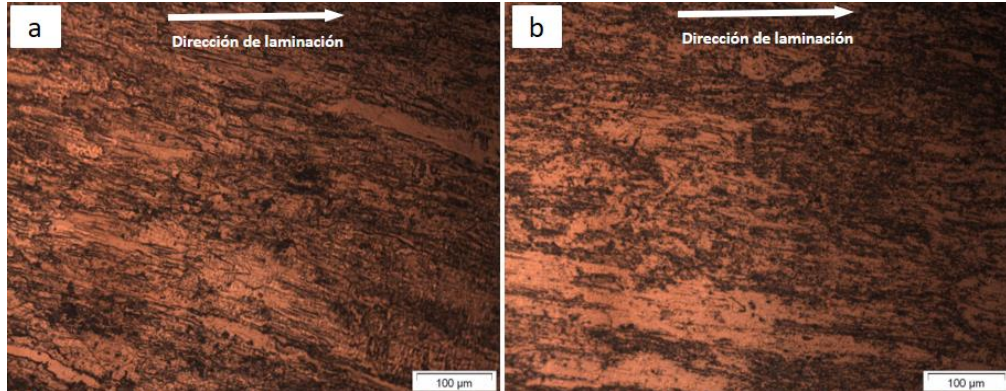
SMITH, Rhee. Grain Growth in Alpha Brass. Transactions of the Metallurgical Society of AIME – v. 64 p. 159 -187

WANSKA, John. Effect of diffusion on the carburization of steel. University of Wisconsin--Madison, v 1, 1937.

7. ANEXOS

A continuación, se describen los lo que ocurrió con estas muestras. En la recristalización hecha por 30 min a 550°C se encontró, como se puede observar en el Anexo Aa, que no se da después de la laminación, debido a la influencia que tiene el soluto de la muestra (Este caso el porcentaje de níquel), porque este soluto retarda la nucleación y el crecimiento de grano. Además, no se observa evidencia del crecimiento de grano en ninguna de las dos regiones del par de difusión (parte de mayor o menor contenido de níquel). Un comportamiento similar se observó en la recristalización hecha por 60 min a 550°C (Anexo A), la muestra no cambia a pesar de que el tiempo del tratamiento fue más largo, no se observa evidencia de la nucleación y el crecimiento de grano.

ANEXO A. Micrografías ópticas de las muestras que mostraron comportamiento irregular. (a) Tratamiento de recristalización a 550°C por 30 min (vista de superior). (b) Tratamiento de recristalización a 550°C por 60 min (vista de superior). Muestras atacadas con nital 6%.



Así mismo, de la muestra sometida al tratamiento de cementación y temple, se descartaron dos muestras cementadas a 900°C por 15 min (Anexo B), también otra cementada a 900°C por 30 min (Anexo B). En las muestras son se observa absorción de carbono, lo anterior puede atribuirse al poco tiempo de tratamiento, el cual no fue suficiente para el carbono ingresará en el par de difusión, además de que el níquel puede retardar la cementación de las muestras. Otro factor que pudo influir fue el hecho de que

la cementación se hizo por inmersión en carbón, lo que también es poco eficiente, y esto se manifiesta en que en las muestras se observa una microestructura perlítica.

ANEXO B. Micrografía óptica de las muestras que mostraron comportamiento irregular. (a) Tratamiento de cementación a 900°C por 15 min. (b) Tratamiento de cementación a 900°C por 30 min. Muestras atacadas con nital 6%.

