



**INSTITUTO DE
TECNOLOGIA**

PROF. JORGE A. SABATO

**UNIVERSIDAD NACIONAL
DE GENERAL SAN MARTIN**

**COMISION NACIONAL
DE ENERGIA ATOMICA**

**MAESTRIA EN
CIENCIA Y
TECNOLOGIA
DE MATERIALES**

**ESTUDIO DE CARBURIZACIÓN
EN ACEROS INOXIDABLES
AUSTENÍTICOS**

Cristina Cecilia Spinosa

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE GENERAL SAN MARTIN
COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
INSTITUTO DE TECNOLOGIA
"Profesor Jorge A. Sabato"**

**ESTUDIOS DE CARBURIZACIÓN EN ACEROS INOXIDABLES
AUSTENÍTICOS**

por Lic. Cristina Cecilia Spinosa

**Directora
Dra. Marta Ruch**

Tesis para optar al título de *Magister en Ciencia y Tecnología de Materiales*

República Argentina

2003

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
CENTRO DE INFORMACION C.A.C.

AGRADECIMIENTOS

Deseo expresar mi agradecimiento:

- Al Dr. José Ovejero García por su colaboración y dirección en la elección y provisión de los materiales y en la realización de los tratamientos de carburización.
- A la Dra. Marta Ruch por su ayuda, sus consejos, su paciencia y por su dedicación en la dirección de este trabajo.
- Al Sr. José A. Marengo, por su gran colaboración y por la realización del circuito tipo puente magnético.
- A los Sres. Ramón Castillo Guerra y Ricardo Montero por su gran ayuda, sus consejos, enseñanzas y por los tratamientos térmicos realizados en las probetas.
- Al Sr. Oscar Carpineta por la realización de los tratamientos térmicos en las probetas.
- Al Técnico Sr. Andrés Acosta de la UA ENDE por la preparación de las probetas y por el torneado de las piezas soporte para el circuito magnético.
- Al personal del Microscopio electrónico de barrido, Sras. Sara Novas y Adriana Dominguez, por su paciencia en la obtención de micrografías y espectros EDS.
- A la Dra. María Ortiz Albiuxech por su colaboración en la interpretación de los resultados de los diagramas de Rayos X.
- Al Sr. Claudio Di Grillo y a la Sra. Alicia Petragalli, por la obtención de los diagramas de Rayos X sobre las probetas.
- Al Sr. Victor Vanzulli por la obtención de los análisis por microsonda de las muestras.
- Al Lic. Javier Fava por facilitarme sus sondas planas para medir conductividad sobre las probetas carburizadas.
- A todos mis compañeros del ENDE por apoyarme y ayudarme en el desarrollo de este trabajo.
- A los Drs. Fanny Dymont y Manuel Iribarren por su ayuda y consejos sobre difusión.

- A la Dra. Alicia Sarce, directora de la Maestría en Ciencia y Tecnología de los Materiales, por su paciencia.
- A la Lic. María José Cancio, de Siderca, por la obtención de micrografías y perfiles de Cr y C sobre las probetas.
- Al personal de CONARCO, laboratorio de Chascomús, Provincia de Buenos Aires, por la realización de los análisis químicos en las probetas de aceros inoxidable.
- A las Dras. Iris Altpeter y Melanie Kopp, del Instituto Fraunhofer, Saarbrücken, Alemania, por las mediciones con los equipos en ese Instituto y por sus excelentes disposición y colaboración.
- Al Ing. Kevin Storm por su ayuda en el diseño mecánico del soporte prototipo para el circuito magnético.
- Y muy especialmente a Mamá, Daniel y Nicolás, quienes fueron capaces de soportar mis ausencias y mis faltas de tiempo para con ellos, ayudándome en todo cuanto les fue posible para poder terminar este postgrado.

INDICE

RESUMEN.....	3
ABSTRACT.....	4
INTRODUCCIÓN.....	5
CAPITULO I: INTRODUCCION TEORICA.....	8
A. LOS ACEROS INOXIDABLES.....	8
B. LOS ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS.....	9
B1. Sus propiedades mecánicas y físicas.....	9
B2. Generalidades de los aceros inoxidable austeníticos.....	11
B3. Problemas que pueden presentar los aceros inoxidable austeníticos en servicio a alta temperatura.....	16
C. EL PROBLEMA DE LA CARBURIZACIÓN.....	17
C1. La cinética de la carburización.....	18
C2. Los cambios en el material después de la carburización.....	23
C3. Formas de prevenir la carburización.....	28
CAPITULO II: DESARROLLO EXPERIMENTAL DE LA CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL.....	29
A. ELECCIÓN DE LOS MATERIALES.....	29
B. PREPARACIÓN DEL MATERIAL.....	30
C. TRATAMIENTOS DE CARBURIZACIÓN.....	30
D. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL.....	32
D1. Preparación metalográfica.....	32
D2. Observación por microscopía óptica y electrónica de barrido.....	33
D3. Microanálisis dispersivo en energía (EDS).....	33
D4. Análisis con microsonda electrónica.....	34
D5. Identificación de los carburos por difracción de rayos X.....	35
D6. Mediciones de microdureza.....	36
E. RESULTADOS OBTENIDOS.....	37
E1. Observación por microscopía óptica y electrónica de barrido.....	38
E2. Identificación de los carburos precipitados por Microanálisis Dispersivo en Energía (EDS).....	50
E3. Medición de los espesores de las capas de carburos precipitados.....	56
E4. Mediciones de microdureza en las muestras carburizadas.....	63
E5. Análisis con microsonda electrónica.....	66
E6. Identificación de los carburos por difracción de rayos X.....	74
CAPITULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL DE LA CARACTERIZACION NO DESTRUCTIVA.....	81
A. IMPORTANCIA DE LA CARACTERIZACIÓN NO DESTRUCTIVA.....	81
B. MEDICIONES DE LA RESISTIVIDAD ELÉCTRICA UTILIZANDO LA TÉCNICA DE CORRIENTES INDUCIDAS.....	83
B1. Medición de la resistividad utilizando el equipo Miz 22.....	85

INDICE

B2. Mediciones de conductividad presentadas en el plano de impedancia con el equipo ECT.....	95
C. MEDICIONES UTILIZANDO TÉCNICAS MAGNÉTICAS COMO RUIDO BARKHAUSEN Y POR CORRIENTES INDUCIDAS CON “BARKHAUSEN NOISE AND EDDY CURRENT MICROSCOPE” (BEMI).....	112
C1. Mediciones de Ruido Barkhausen	112
C2. Mediciones por BEMI.....	115
D. CARACTERIZACIÓN DE LAS PROBETAS DE ACEROS INOXIDABLES CARBURIZADAS CON UN EQUIPO BASADO EN UN PUENTE MAGNÉTICO DE CORRIENTE ALTERNA	119
CAPITULO IV: DISCUSION Y ANALISIS DE LOS RESULTADOS.....	127
CAPITULO V: CONCLUSIONES.....	133
APENDICE A: CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL.....	135
A1. Medición de los espesores de las capas de carburos precipitados.....	135
A2. Mediciones de microdureza.....	138
APENDICE B: CARACTERIZACION NO DESTRUCTIVA DE LOS ACEROS INOXIDABLES TRATADOS CON CARBURIZACIÓN.....	142
APENDICE C: CALCULO DE ERRORES	148
REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS.....	152

RESUMEN

En este trabajo se describen los cambios microestructurales observados en muestras de tres tipos de aceros inoxidable austeníticos, luego de haber sido expuestas a tratamientos térmicos a alta temperatura en presencia de atmósfera rica en carbono. Se realizaron metalografías, observaciones a través de microscopios óptico y electrónico de barrido para estudiar distribuciones de carburos precipitados, espesores de zonas con precipitados y sus morfologías, estudios con difracción de rayos X y con microsonda electrónica para conocer los tipos de carburos formados y perfiles de Cr y C. También se hizo microanálisis dispersivo en energía en distintas zonas de las muestras para observar cambios en la composición y además se estudió la variación de la microdureza relativa al tiempo de tratamiento térmico.

Se intentó detectar los cambios microestructurales producidos en los materiales como resultado de los tratamientos térmicos, utilizando técnicas no destructivas. Se midió la variación de la resistividad en las muestras con distintos equipos comerciales de corrientes inducidas. Se diseñó, construyó y calibró un instrumento de medición basado en un circuito magnético para observar cambios en la reluctancia de materiales con propiedades físicas modificadas.

A partir de las tareas realizadas se hace una correlación entre los resultados obtenidos con las técnicas destructivas y las no destructivas, para evaluar la posibilidad de implementación de alguno de tales métodos en la detección temprana del envejecimiento de los materiales.

ABSTRACT

This work describes the microstructural changes observed in specimens of three different types of austenitic stainless steels, after their exposure to high temperature treatments in carbon rich atmospheres. Samples cut from the carburized specimens were prepared for metallographic studies and observed with optical and scanning electron microscopes, energy dispersive X-ray analysis (EDAX) and electron microprobe. Studies of carbide distribution, morphology and thickness of carbide layers, as well as carbide composition and composition profiles of Cr, C, Ni, Fe are reported. XRD studies of the surface of the specimens exposed to the C rich atmosphere were also performed, in order to determine the type of precipitate. The variation of the microhardness relative to thermal treatment duration was studied on the metallographic samples.

Attempts to detect the microstructural changes produced on these materials due to thermal treatments, using non destructive technics are presented. The variation of the electric resistivity on samples was measured using diferent eddy current devices. A device based on a magnetic circuit to study changes on the reluctance of materials with modified physical properties was specially constructed at the lab for this work.

After the tasks done, a correlation between the results from the destructive and non destructive tests is made, to evaluate the possibility to detect early the aging of materials.

INTRODUCCION

Los aceros inoxidable austeníticos son ampliamente usados como material para construir componentes de sistemas que trabajan a elevadas temperaturas, debido a que poseen buenas propiedades mecánicas tales como ductilidad, tenacidad, creep y gran estabilidad estructural. También son los más resistentes a la corrosión y en especial a la oxidación, pues son aleaciones con altos contenidos de Cr.

En servicio, a alta temperatura, la vida de un componente metálico está limitada por las características de la atmósfera y las interacciones entre ésta y la superficie del metal, las cuales pueden provocar daño y degradación en las propiedades del material.

Una forma de corrosión a alta temperatura es el proceso de carburización, en el cual las piezas metálicas están expuestas a atmósferas ricas en carbono. El carbono proveniente de la atmósfera de trabajo reacciona en la superficie del metal y difunde hacia el interior de la aleación. Como resultado, precipitan carburos en la matriz y en los bordes de grano. Estas modificaciones producen cambios en la composición química del material y las consecuentes variaciones en las propiedades físicas y mecánicas del mismo.

Con el objetivo de evaluar la vida residual de los componentes expuestos a estos procesos en instalaciones industriales y para evitar consecuencias catastróficas, es importante contar con alguna forma de detección no destructiva del grado de daño sufrido por el material para tomar las decisiones acertadas sobre las piezas metálicas.

De esta manera, una caracterización microestructural de los cambios resultantes en materiales sometidos a diferentes grados de carburización permite relacionarlos con resultados obtenidos a partir de técnicas no destructivas capaces de detectar tales modificaciones.

El presente trabajo consta de cinco capítulos. En el primero se presentan las características fundamentales de los aceros que se usarán para desarrollar la experiencia y el problema a estudiar. Se describe el proceso de carburización, su cinética, los cambios en la estructura que se producen en el material como consecuencia de tal tratamiento térmico y las modificaciones en las propiedades físicas y mecánicas. También se describe el comportamiento de diferentes aleaciones austeníticas frente a este tipo de corrosión según el contenido de sus aleantes y las maneras de evitar la carburización.

El segundo capítulo detalla el procedimiento experimental de la caracterización microestructural. Se enumeran todos los pasos realizados para desarrollar la experiencia desde la elección de los aceros inoxidable austeníticos, proceso de carburización y preparación metalográfica de las muestras. También se comentan cuáles técnicas se utilizaron para estudiar a los materiales carburizados: microscopía óptica y electrónica de barrido, mediciones de microdureza, análisis de difracción de rayos X, análisis con microsonda electrónica.

Se presentan todos los resultados de la caracterización de los aceros sobre las superficies preparadas, a partir de las observaciones y mediciones realizadas. También se ilustra la precipitación de carburos con micrografías y se comentan las conclusiones obtenidas.

El tercer capítulo contiene la caracterización no destructiva de las muestras, aplicando diferentes técnicas como corrientes inducidas para la medición de resistividades, señales en plano de impedancia y técnicas magnéticas. Además, se detalla el desarrollo de un circuito magnético basado en cambios de reluctancias especialmente diseñado y construido para detectar cambios en las propiedades físicas producidos en materiales sometidos a distintos tratamientos mecánicos y/o térmicos. Se presentan los resultados logrados con sus respectivas conclusiones.

En el cuarto capítulo se realiza la discusión de los resultados obtenidos, evaluando si es posible una correlación entre los valores de las mediciones obtenidas a través de la caracterización microestructural con los de las técnicas no destructivas. Tal correlación representaría una herramienta muy útil en la aplicación de ensayos no destructivos en componentes para la determinación de su vida residual.

En el quinto capítulo se enumeran las conclusiones de este trabajo. Las mismas pueden resumirse como sigue:

- A partir de la caracterización microestructural de los tres aceros inoxidable estudiados se pudieron observar las modificaciones producidas en los materiales como consecuencia de los tratamientos de carburización a los que fueron expuestos. Así se generaron capas de carburos de Cr en las regiones subsuperficiales que pudieron ser estudiadas en cuanto a su extensión, aspecto, cinética, morfología de los carburos y composición química.

- Habiendo observado estas variaciones en las probetas preparadas de los tres tipos de aceros inoxidables, se aplicaron diferentes técnicas de ensayos no destructivos para intentar detectarlas. Si bien todas las técnicas empleadas fueron capaces de discriminar las tres aleaciones, en general, no pudieron diferenciar entre las muestras preparadas con distintos tiempos de exposición a los tratamientos de carburización.
- Se puede decir, entonces, que las duraciones de los procesos de carburización a los cuales fueron sometidas las muestras no fueron suficientes para provocar variaciones en las mismas capaces de ser discriminadas por las técnicas no destructivas empleadas en el presente trabajo. Tampoco se observó modificación alguna en el comportamiento magnético de los materiales tratados.

CAPITULO I

INTRODUCCION TEORICA

A. LOS ACEROS INOXIDABLES

Los aceros inoxidable formen una familia de aleaciones cuyo principal elemento aleante es el Cr y su característica más importante es la resistencia a la corrosión y a la oxidación. Estas aleaciones pueden resistir la acción de diversos medios agresivos, razón por la cual se las utiliza en gran cantidad de aplicaciones (industrias químicas, alimenticias, petroquímicas, componentes de plantas nucleares, etc.) trabajando a altas y bajas temperaturas.

La resistencia a la corrosión y a la oxidación a altas temperaturas de los aceros con alto contenido de Cr está asociada a la formación de una película de óxido de Cr delgada sobre la superficie del acero cuando éste se encuentra en presencia de agentes oxidantes. Esta película pasivante, muy adherente, impermeable y poco soluble en un gran número de reactivos, actúa como una protección para la formación de reacciones químicas porque impide la difusión de los átomos de reactivo hacia la matriz. A partir de contenidos de 12 % en Cr la estabilidad de la película pasivante comienza a ser efectiva frente a la acción de medios corrosivos. La adición de Ni mejora la resistencia a la corrosión en medios débilmente oxidantes y también modifica la estructura del acero logrando aleaciones con mayor ductilidad, mejor resistencia mecánica a alta temperatura y soldabilidad. Así, el Cr y el Ni constituyen los dos elementos aleantes fundamentales en los aceros inoxidable.

Para la obtención de aceros con características adecuadas para aplicaciones específicas, como propiedades mecánicas, físicas, formabilidad, soldabilidad, etc., se deben adicionar diferentes aleantes que producen variaciones en la estructura cristalina del metal.

Según las estructuras cristalinas características en los distintos rangos de composición, los aceros inoxidable pueden clasificarse en: ferríticos, martensíticos, austeníticos y duplex (austeno-ferríticos). Es posible intercalar estructuras de transición entre los cuatro tipos de aceros anteriores y algunos ejemplos son las estructuras martensito-ferríticas; y las estructuras martensíticas o austeníticas endurecibles por precipitación de fases [1].

B. LOS ACEROS INOXIDABLES AUSTENITICOS

B1. Sus propiedades mecánicas y físicas

En lo que sigue nos referiremos solamente a los aceros inoxidable austeníticos, los cuales representan un gran grupo dentro de los aceros inoxidable. Debido a la amplia variedad de propiedades específicas que pueden ser logradas combinando diferentes composiciones de sus elementos aleantes, se obtienen materiales altamente útiles para un vasto número de aplicaciones particulares. Es así como su producción es varias veces superior a la de los otros tipos de aceros. La elección de la aleación apropiada depende de las exigencias del sector donde se la utilizará, lo que permite fijar diferentes criterios de acuerdo con sus usos [1]. Así, según un criterio de resistencia a la corrosión, son empleados en la industria química y petroquímica donde están en contacto con diversas soluciones ácidas y agresivas. Otros usos pueden encontrarse en la industria farmacéutica, en la alimentaria, la del envase y la vitivinícola, así como también en la fabricación de tanques cisternas para transportar líquidos. De acuerdo con el criterio de formabilidad, son utilizados para fabricar artículos embutidos logrando las formas más variadas y complejas. Su propiedad amagnética le permite ser utilizado en aplicaciones eléctricas. También son usados a bajas temperaturas debido a que no presentan ruptura de tipo frágil; la ausencia de temperatura de transición hace que los aceros inoxidable estables sean útiles para usos criogénicos, por ejemplo para instalaciones de licuación de gas o para fabricar cisternas para transporte de gas licuado. En cuanto a altas temperaturas, los aceros inoxidable austeníticos poseen buenas cualidades de resistencia mecánica en estas condiciones. Son utilizados en componentes como intercambiadores y recuperadores de calor, calderas, hornos de petroquímicas, turbinas de vapor y de gas, etc. También, estos aceros tienen buena resistencia mecánica a temperatura ambiente, y son usados en transportes ferroviarios y estructuras de automóviles.

Otras características importantes de este tipo de aceros son: su alta resistencia a la corrosión y a la oxidación, su alto endurecimiento por deformación o trabajado mecánico que los hace difíciles de maquinar, sus bajas tensiones de fluencia que favorecen las operaciones de estampado, tienen muy buena soldabilidad y su alta ductilidad les permite lograr elongaciones de hasta un 50 – 60 %, su gran estabilidad estructural en un amplio

dominio de temperaturas les permite ser utilizados a alta y a baja temperatura. El grado de estabilidad de la austenita está relacionado con el contenido de C en la aleación. La austenita puede ser transformada en dos tipos de martensita: ϵ de estructura hexagonal o α' de estructura cúbica centrada. La formación de estas martensitas puede ser inducida de dos maneras: por enfriamiento desde el dominio γ por debajo de una cierta temperatura M_s , o por deformación plástica en frío M_d .

La temperatura de transformación M_s para los aceros austeníticos varía con el contenido de sus aleantes (C, Cr, Ni) [1,2], pero para una aleación de 18%Cr, 0.04% C y un contenido creciente en Ni entre 8 y 11 %, M_s se encuentra entre -50°C y -200°C , las cuales son temperaturas que están muy por debajo de la temperatura ambiente. Esta característica puede observarse en la Figura I.1.

Estos aceros no pueden ser endurecidos por temple hasta temperatura ambiente, cualquiera sea la velocidad de enfriamiento, pero sí por trabajado mecánico.

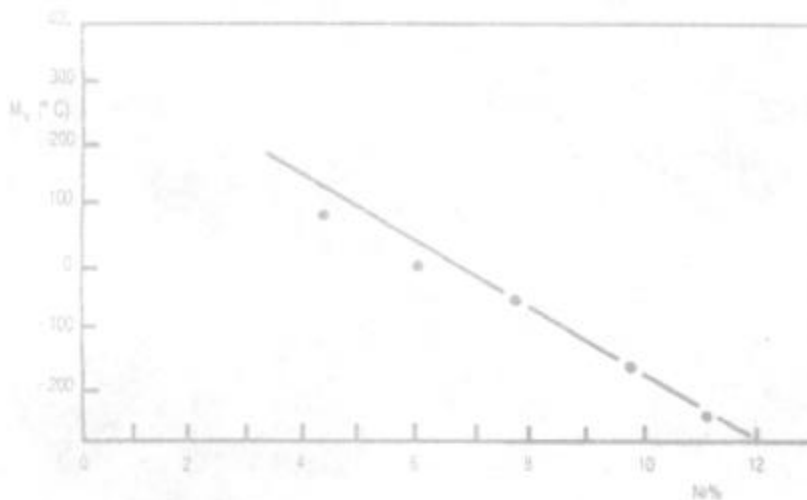


Figura I.1. Variación de M_s para un acero austenítico 18% Cr y 0.04% C en función del contenido creciente de Ni, elemento que extiende el dominio de fase γ .

Con respecto a las principales propiedades físicas, se pueden destacar las siguientes: los aceros austeníticos, de estructura cúbica centrada en las caras (fase γ , fcc), son amagnéticos, es decir que no son atraídos por imanes, siendo el valor de su permeabilidad magnética cercano a 1.003 para distintas aleaciones austeníticas. Estos valores de permeabilidades pueden ser modificados cuando se agregan a la aleación elementos

formadores de ferrita (de estructura cúbica centrada, fases α y δ , bcc). Así, la presencia de pequeñas proporciones de ferrita vuelven levemente magnético al acero. En forma similar, un enfriamiento lento después de un tratamiento de recocido o un tratamiento térmico del acero en el rango de temperaturas (400 – 900 °C) en el cual hay precipitación de carburos, puede resultar en un incremento de la permeabilidad, asociada con la formación de pocas cantidades de ferrita en áreas de austenita empobrecidas en C. Por último, el trabajado en frío es capaz de transformar la austenita parcialmente en martensita, la cual es ferromagnética y entonces la permeabilidad aumenta.

La resistividad eléctrica para aleaciones austeníticas de la serie AISI 300, presenta valores entre 70 y 90 microhms.cm a una temperatura ambiente promedio [3]. Esta resistividad aumenta con el incremento de la temperatura y el trabajado en frío del acero hace que la resistividad a temperatura ambiente crezca en forma significativa. Comparados con los aceros ferríticos, los austeníticos tienen puntos de fusión más bajos debido a la presencia del Ni, promediando sus valores entre 1370 y 1430 °C, según la composición de los otros aleantes [2]. La combinación de una alta resistividad eléctrica y un bajo punto de fusión producido por la adición de Ni, mejora la soldabilidad de estos aceros. Además tienen muy bajos valores de conductividad térmica, con lo cual se deben tener precauciones al seleccionar tiempos de tratamientos térmicos o velocidades de calentamiento o de enfriamiento para no producir expansiones diferenciales entre la superficie y el interior de la pieza a fin de evitar roturas o pérdida de ductilidad. Sus coeficientes de expansión son mucho más altos que los aceros ferríticos y martensíticos, y además varían significativamente entre las distintas aleaciones austeníticas. Esta propiedad puede ser una fuente de problemas ya que se pueden producir importantes cambios dimensionales en calentamientos o enfriamientos, particularmente durante las soldaduras.

B2. Generalidades de los aceros inoxidables austeníticos

La austenita presenta una estructura de solución sólida cúbica centrada en las caras (fcc) después de un tratamiento de recocido a temperaturas mayores que 1050 °C. Cuando se observa su estructura al microscopio, revela un conjunto de granos más o menos poligonales [2].

Las aleaciones de los aceros austeníticos están basadas en el sistema ternario Fe-Cr-Ni [3]. En general, estos aceros contienen entre 16%-25% de Cr, 3.5%-22% de Ni y 0.08%-0.15 % de C. La estructura a alta temperatura de tal "aleación ternaria" depende esencialmente de la proporción relativa de Cr, elemento que disminuye el dominio de fase γ y estabiliza la ferrita (α o δ según la temperatura), y del Ni, elemento que extiende y estabiliza el dominio γ tanto a alta como a baja temperatura, suprimiendo las ferritas α y δ [4]. La presencia del Ni también traslada la transformación martensítica hasta temperaturas muy por debajo de la temperatura ambiente, permitiendo la presencia de fase austenítica luego de enfriamientos rápidos. El aumento en el contenido de C como aleante contribuye a incrementar el dominio de la fase austenítica. La influencia de los contenidos de Cr y de Ni sobre la constitución de los aceros inoxidable a alta temperatura puede observarse en las secciones isotérmicas de los diagramas de equilibrio ternario Fe-Cr-Ni [1], tal como el que se muestra en la Figura I.2, correspondiente a la isoterma de 1000 °C. A esta temperatura, el sistema presenta dos zonas monofásicas, marcadas A (austenita - fcc) y F (ferrita - bcc) en la figura, y un amplio campo bifásico.

Se puede notar que la adición de los aleantes en distintas proporciones determina la estructura cristalina o fase del acero, así, a partir de una aleación puramente austenítica representada por el punto a en el diagrama, se puede pasar al punto b (zona bifásica austenita + ferrita) con el agregado de mayor contenido de Cr. Por último, el punto c representa una aleación con una leve disminución en el contenido de Cr pero un aumento significativo de Ni respecto del punto anterior. De esta manera, su ubicación otra vez en el dominio de fase γ se debe a la proporción en el contenido del Ni [1].

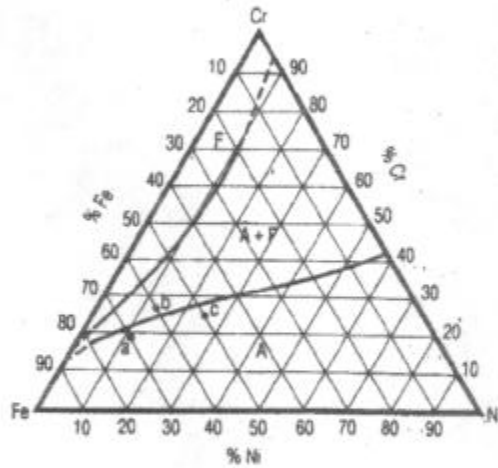


Figura I.2. Fases en la isoterma de 1000 °C del sistema ternario Fe-Cr-Ni.

A: austenita, F: ferrita

Cuando los aceros inoxidables austeníticos son tratados térmicamente a altas temperaturas, entre 1050 y 1150 °C, los carburos de Cr se descomponen, quedando el C en solución sólida intersticial supersaturada luego de un rápido enfriamiento. La cantidad de C retenida en solución por la matriz a 800 °C es muy baja, pues el límite de solubilidad del C es aproximadamente 0.05 % a esta temperatura. Pero a 1100 °C este límite aumenta considerablemente hasta aproximadamente 0.25 %, por esta razón mediante un tratamiento de solubilización entre 1050 °C y 1150 °C y un templado desde ese rango de temperaturas, es posible retener una solución sólida de austenita sobresaturada de C a temperatura ambiente. La solubilidad del C en la austenita disminuye cuando la temperatura decrece y entonces una cierta proporción de C precipita lentamente en forma de carburos ricos en Cr. Entonces, si se aplican tratamientos térmicos posteriores a la solubilización, en el rango de 500 a 800 °C, producirán la reyección del C de la solución, provocando la precipitación de carburos ricos en Cr [5].

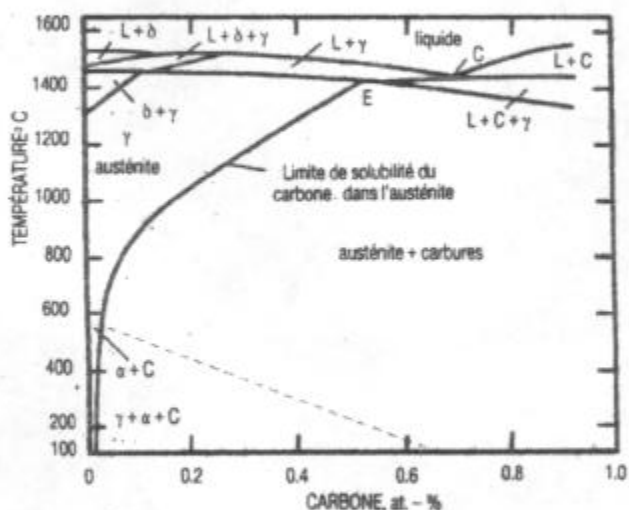


Figura I.3. Curva de solubilidad del C en solución sólida intersticial en una estructura austenítica.

En la Figura I.3 se puede observar el límite de solubilidad del C en un acero austenítico del tipo 18-8 indicado por la línea que separa el dominio puramente austenítico del dominio bifásico (austenita + carburos) [1]. Los carburos precipitados responden a la fórmula $M_{23}C_6$ y están principalmente constituidos de carburos de Cr, pero este elemento puede estar sustituido parcialmente por Fe, Mo o Ni. Respecto de su morfología se puede decir que son partículas pequeñas de forma geométrica. Tienen estructura compleja fcc y su parámetro de red es superior en tres veces al de la austenita, siendo su valor aproximadamente 10.6 Å y la celda unidad está constituida por 92 átomos de metal y 24 átomos de C. Otro tipo de carburo, M_7C_3 rico en Cr y con estructura pseudo-hexagonal, generalmente no aparece en las aleaciones austeníticas ya que son necesarios contenidos de C más elevados [3].

Esta precipitación de carburos da lugar a importantes cambios en las propiedades del acero, como la disminución de la ductilidad a baja temperatura y de la resistencia a la corrosión intergranular debido a la existencia de zonas adyacentes a los bordes de grano empobrecidas en Cr que estarán expuestas al ataque del medio corrosivo.

La cinética de la precipitación de los carburos del tipo $M_{23}C_6$ puede observarse en la Figura I.4, indicando que la misma se inicia sobre los límites de grano y las maclas no

coherentes, más tarde continúa sobre las maclas coherentes y por último dentro de los granos austeníticos [1]. Es importante observar para esta secuencia de precipitaciones sobre los distintos sitios, que las temperaturas decrecen en forma progresiva, cuestión que obedece a consideraciones de energía asociadas con cada uno de los sitios correspondientes [3]. De esta manera, los carburos se forman inicialmente donde es más fácil que el proceso ocurra, es decir donde se requiere menor cantidad de energía.

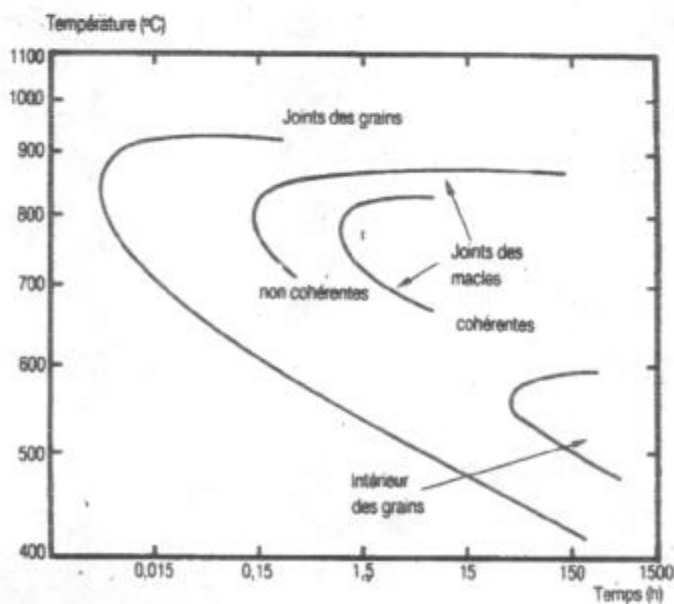


Figura I.4. Diagrama de precipitación de carburos ($M_{23}C_6$) en un acero austenítico 18 %Cr-9 % Ni, 0.05 % C y templado desde 1250 °C.

La velocidad de precipitación de los carburos $M_{23}C_6$ crece con el aumento del contenido de C en la aleación. La Figura I.5 representa las curvas del diagrama de transformación TTS (tiempo-temperatura-sensibilización) que ilustran la respuesta de aleaciones con diferentes contenidos de C [1]. Se puede notar que el incremento en el contenido de C desplaza a estas curvas hacia la izquierda, acortando los tiempos de aparición de precipitados en la aleación.

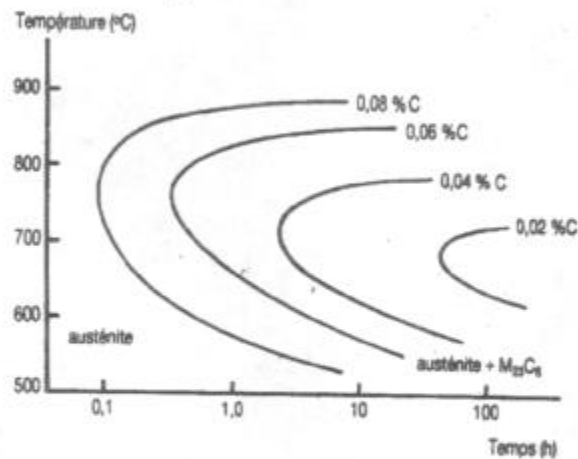


Figura I.5. Influencia del contenido de C en la cinética de precipitación de carburos $M_{23}C_6$ en un acero austenítico 18Cr-10Ni.

Existen otras aleaciones de aceros inoxidable que contienen Ti o Nb, las cuales son capaces de formar carburos más estables de la forma TiC o NbC, a fin de reducir el contenido de C en la matriz para proteger contra la corrosión intergranular provocada por la precipitación de $M_{23}C_6$.

B3. Problemas que pueden presentar los aceros inoxidables austeníticos en servicio a alta temperatura

Cuando los aceros inoxidables austeníticos son usados en aplicaciones a alta temperatura, pueden sufrir distintos fenómenos que degradan sus propiedades y pueden llegar a producir la falla del componente en servicio. Algunos de los problemas que pueden afectar a estos aceros son [6]:

- ✓ la sensibilización, que consiste en la precipitación de carburos de Cr en los bordes de grano como resultado de tratamientos térmicos en un rango de temperaturas entre 500 y 800 °C, y que puede ocurrir durante un proceso de soldadura, un trabajado mecánico en caliente, un tratamiento térmico o como consecuencia de un enfriamiento lento luego de un calentamiento. Entonces, este fenómeno tiene como consecuencia exponer a las zonas adyacentes a los bordes de grano empobrecidas en Cr a la corrosión intergranular, y además disminuye la resistencia del acero a la corrosión bajo tensión y a la fatiga.

- ✓ la fragilización por formación de fase σ (intermetálico duro y frágil de estructura tetragonal) cuando se los expone a tratamientos prolongados a temperaturas entre los 550 y 800 °C.
- ✓ la corrosión transgranular inducida por tensiones, que es un fenómeno de fisuración provocado por la acción simultánea de un medio agresivo (particularmente con iones cloruro) y tensiones de tracción en el acero.
- ✓ la fragilización por hidrógeno que ocasiona principalmente la pérdida de la ductilidad del material, como así también la modificación de las demás propiedades mecánicas.
- ✓ la carburización que sufren estos aceros cuando trabajan en presencia de atmósferas ricas en C. Este elemento reacciona con el Cr de la matriz formándose carburos masivos que dan origen a cambios en las propiedades del material. Este problema será tratado especialmente en lo que sigue.

C. EL PROBLEMA DE LA CARBURIZACIÓN

Este fenómeno es comúnmente observado en muchas aplicaciones industriales donde componentes de aleaciones Fe-Cr-Ni trabajan a altas temperaturas en atmósferas ricas en C, como por ejemplo tubos de calderas, hornos industriales para tratamientos térmicos, componentes de plantas petroquímicas expuestas a gases de hidrocarburos, monóxido o dióxido de C a temperaturas de hasta 1100 °C, intercambiadores de calor; también puede encontrarse en aplicaciones nucleares donde tubos de aceros inoxidable están en contacto con ambientes carburizantes gaseosos (CO – CO₂) o líquidos.

Se trata de un modo de degradación corrosiva de los metales que generalmente ocurre en el rango de temperaturas entre 800 y 1100 °C [7, 8] en ambientes reductores caracterizados por una baja actividad de O y una alta actividad de C ($a_c \cong 1$) [9].

Las aleaciones usadas en los procesos detallados son generalmente base Fe (y en algunos casos base Ni), en particular austeníticas para asegurar alta resistencia a la corrosión, a la oxidación y buena resistencia al creep, para lo cual se requiere alto contenido en Ni. Este elemento además mejora la resistencia a la carburización ya que decrece la solubilidad del C en las aleaciones base Fe [10]. La resistencia a la oxidación

está garantizada por un alto contenido en Cr (aproximadamente $\geq 20\%$ en peso) que permite la formación de una delgada capa pasivante de óxido de Cr.

C1. La cinética de la carburización

Se puede explicar la cinética del proceso de carburización como la sucesión de diferentes etapas [10, 11]:

- 1- inicialmente el transporte de moléculas de C hacia la superficie del metal desde la atmósfera rica en C (ocasionalmente el C puede provenir de una sustancia líquida y muy raramente desde un compuesto sólido como un trozo de C)
- 2- la transferencia del C a la fase metálica a través de reacciones químicas entre átomos de C y átomos de la superficie del metal
- 3- la difusión del C disuelto hacia la matriz del metal
- 4- la reacción química del C con los elementos formadores de carburos en el interior de la aleación y la difusión o migración de estos elementos hacia los precipitados.

Las características más importantes de una atmósfera carburizante son su potencial de C y su coeficiente de transferencia. A los fines prácticos, se puede considerar al potencial de C de la atmósfera como su actividad. El proceso de carburización se da cuando la actividad del C en la atmósfera es mayor que en el interior de la aleación. El coeficiente de transferencia de C determina la velocidad de transferencia del C desde la atmósfera al acero y depende de la composición química de la atmósfera y de la temperatura del proceso. Por lo general, las atmósferas de procesos industriales tienen coeficientes de transferencia de C en el orden de 10^{-5} cm/seg [12].

De lo expuesto se deduce que la carburización de una aleación es un fenómeno termoquímico determinado por la temperatura del proceso, el potencial de C y de O de la atmósfera, el coeficiente de transferencia del C hacia el metal y controlado por la difusión del C en la matriz del metal.

A través de estudios experimentales, se ha demostrado que el flujo de átomos de C desde la atmósfera al acero es proporcional al gradiente de la actividad del C entre la atmósfera y el acero [12, 13]:

$$J = \beta \rho (a_a - a_s) \quad (1.1)$$

donde: J es el flujo de C desde la atmósfera al acero

β es el coeficiente de transferencia de C

ρ es la densidad del acero

a_a es la actividad del C en la atmósfera

a_s es la actividad del C en la superficie del acero

Para aleaciones con bajo contenido de C , se puede sustituir el gradiente de actividad por el de concentraciones; entonces el flujo de C estará determinado por la siguiente ecuación:

$$J = K(c_p - c_s) \quad (1.2)$$

donde: J es el flujo de C desde la atmósfera al acero

K es la constante de la velocidad de la reacción

c_p es el potencial de C de la atmósfera

c_s es la concentración de C sobre la superficie del acero.

El C transferido a la superficie de la aleación debe difundir hacia el interior del metal de acuerdo con las leyes de difusión de Fick, que combinadas resultan en la ecuación diferencial parcial:

$$\frac{\partial C_c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D_c(x) \frac{\partial C_c}{\partial x} \right) \quad (1.3)$$

para el caso unidimensional, donde C_c es la concentración de la especie difundente, x la distancia, t el tiempo y D_c el coeficiente de difusión del C . Esta ecuación permite conocer la distribución de la concentración del elemento difundente en las capas subsuperficiales (cinética de la carburización), y a partir de ella las propiedades y los efectos resultantes de las capas carburizadas.

En el caso de un tratamiento termoquímico esta ecuación se puede resolver considerando la condición de contorno: el flujo de átomos J desde la atmósfera hacia la aleación, es proporcional a la diferencia entre la concentración en la atmósfera c_p y en el acero c_s (ecuación (1.2)). Esta condición permite tener en cuenta el efecto de la velocidad de la reacción química en la superficie sobre la cinética del crecimiento de la capa carburizada. Entonces, la reacción de transferencia de C a la superficie de la aleación y el coeficiente de difusión del C en el interior de la matriz son los factores más importantes que limitan la velocidad del proceso.

$$J = K(c_p - c_c) = -D_c(x) \frac{\partial C_c}{\partial x} \quad (1.4)$$

La solución a esta ecuación en condiciones de estado estacionario, es decir asumiendo que el coeficiente de difusión del C es constante en el metal (la temperatura y el potencial de C en el proceso no varían durante el mismo), resulta:

$$\frac{c - c_0}{c_p - c_0} = \operatorname{erfc}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) - \exp\left(\frac{Kx}{D} + \frac{K^2 t}{D}\right) \operatorname{erfc}\left(\frac{x + 2Kt}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (1.5)$$

siendo c_0 la concentración inicial de C en el acero [8, 14].

De otra manera, con variaciones en la temperatura y en el potencial de C de la atmósfera, la ecuación sólo puede ser resuelta empleando métodos numéricos [12,13].

Se puede representar en forma esquemática el mecanismo de la carburización explicado anteriormente en la Figura I.6 [8]. En ella se puede observar una alta concentración de C en una capa subsuperficial en el metal, donde se ha adsorbido el C liberado a través de las reacciones químicas ocurridas en la interfase atmósfera-metal. De esta manera, el proceso está controlado por la velocidad a la cual difunde el C desde la superficie del acero hacia la matriz.

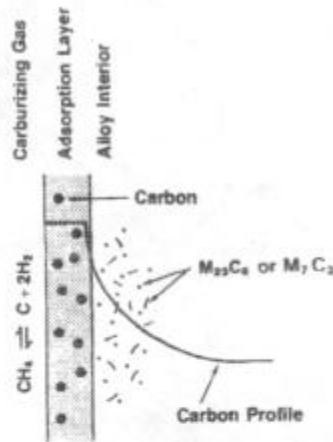


Figura I.6. Representación esquemática del mecanismo de carburización

A partir de la expresión (1.5), pueden ser obtenidas relaciones para el incremento de masa debido a la carburización, según que la reacción de transferencia del C a la aleación sea muy rápida o lenta comparada con la difusión del C. En el primer caso, el proceso de

carburización estará controlado por la difusión del C en la matriz metálica y el incremento de masa seguirá una ley parabólica de la forma:

$$\left(\frac{\Delta m}{A}\right)^2 = 2kt \quad (I.6)$$

donde k es un factor que involucra al coeficiente de difusión del C en el metal, y a la actividad del C en la matriz y en la superficie del acero [8, 10].

Distintos autores han estudiado cinéticas de carburización midiendo este incremento en la masa y han obtenido comportamientos parabólicos de acuerdo con (I.6) [8, 9, 15, 16, 17]. Por lo tanto, el proceso de carburización de un metal está gobernado por la difusión del C en la matriz.

Además, muchos investigadores han tratado de obtener expresiones para la profundidad de penetración de la zona con carburos precipitados. Por ejemplo, Wagner derivó una ley parabólica para la formación de precipitados de óxidos (oxidación interna) debida a la difusión de O dentro de un metal [15, 18, 19]. En este caso la difusión del O es el factor que controla la velocidad del proceso, por lo tanto observó un comportamiento parabólico. Algunos autores consideran que el proceso de formación de carburos internos es muy complicado, pero creen posible una analogía con el proceso de oxidación interna para dar una descripción simplificada de aquél [10, 15, 16]. De esta manera, la ecuación que describe el progreso de la formación interna de carburos es la siguiente [10, 16, 18]:

$$x^2 = 2 \frac{\varepsilon D_c c_c}{\nu c_M} t = 2k' t \quad (I.7)$$

donde D_c es el coeficiente de difusión del C en la matriz del metal

c_c es la concentración del C en el metal

ε es un factor que toma en cuenta la reducción en la sección libre para la difusión del C causada por la precipitación de los carburos

ν es un factor estequiométrico promedio para la formación de carburos, $\nu = [C]/[M]$

c_M es la concentración de los elementos formadores de carburos (principalmente Cr).

Todos los valores anteriores cambian con el tiempo y con la distancia desde la superficie, de tal manera que la expresión para k' es solamente una aproximación, pero sirve para mostrar las magnitudes de las cuales depende.

Hay que destacar que la ecuación (1.7) vale en el caso en que el proceso de carburización no esté impedido por la formación de una capa de óxido (Cr_2O_3 o SiO_2) sobre la superficie del material. En esta situación, el progreso de precipitación interna de carburos está gobernado por la difusión del C en el interior de la aleación [10, 16, 19].

Las aleaciones usadas en condiciones carburizantes, generalmente están protegidas contra el medio corrosivo por una capa de óxido de Cr (Cr_2O_3). En este compuesto la solubilidad del C es prácticamente nula, por lo que la carburización sólo es posible a través de los poros o grietas del óxido, resultando un proceso lento que depende de la estructura de la capa del óxido. Sin embargo, a temperaturas mayores que 1050°C , el Cr_2O_3 deja de ser estable, se convierte en una fase rica en carburos no protectores y la carburización evoluciona sin ningún tipo de protección. Así, las aleaciones en estas condiciones, son incapaces de desarrollar una capa de óxido protector en la superficie del metal en medios de tipo reductor [7]. El C generado por las reacciones químicas que involucran al gas carburizante reacciona con el Cr de la superficie del acero para formar una capa de carburos tipo M_3C_2 si la actividad del C en la superficie es lo suficientemente alta. Luego, fases de carburos más estables crecen sobre la capa de óxido. Debido al continuo crecimiento de la capa de carburos en la superficie, se produce un empobrecimiento de Cr en el sustrato, lo cual dificulta la formación de una capa de óxido protectora. Entonces, el C puede penetrar en la aleación con relativa facilidad, pues su movilidad atómica es alta en la capa de carburos. El resultado es la precipitación masiva de fases de carburos las cuales degradan la resistencia mecánica del acero [9, 16]. Se observó en estos casos una cinética de carburización que sigue también una ley parabólica [9].

La solubilidad y difusividad del C en las aleaciones Fe-Cr-Ni son relativamente altas de tal manera que la difusión del C hacia la matriz del metal predomina y la difusión de los elementos formadores de carburos hacia la superficie del material es mucho más lenta [10]:

$$D_c \gg D_M$$

siendo D_c y D_M los coeficientes de difusión del C y de los elementos metálicos respectivamente. En el rango de temperaturas entre 550 y 850°C , el coeficiente de difusión del C varía entre $1.4 \cdot 10^{-8}$ y $9.1 \cdot 10^{-7} \text{ cm}^2/\text{seg}$ y el del Cr entre $8.0 \cdot 10^{-14}$ y $8.2 \cdot 10^{-12} \text{ cm}^2/\text{seg}$ [20], lo que demuestra una diferencia de varios órdenes de magnitud.

De esta manera, el proceso de carburización tiene como consecuencia la formación y precipitación interna de carburos estables de Cr, en menor escala de Fe y muy raramente de Ni debido a su limitada estabilidad térmica [11]. Entonces el Cr es el principal componente metálico de los carburos, los cuales precipitan en forma masiva en la matriz austenítica. Estos carburos pueden tener diferentes estequiometrías y estructuras cristalinas, pero básicamente se presentan como cuatro tipos [21]: MC (estructura cúbica), $M_{23}C_6$ (fcc), M_6C (fcc) y M_7C_3 (hexagonal), donde M representa uno o más elementos metálicos. Sin embargo, en aleaciones base hierro-níquel y base níquel envejecidas, el carburo más importante es el $M_{23}C_6$. Generalmente, este tipo de carburo se deposita en los bordes de grano como una cadena de partículas globulares discretas, dependiendo su forma precisa de algunas características del límite como por ejemplo su orientación, temperatura del tratamiento, etc [21]. Las partículas que precipitan en las maclas no coherentes son de forma de bastón o laminar; aquellas que precipitan en maclas coherentes tienen apariencia de placas. Con el tiempo de tratamiento térmico estos carburos aumentan su tamaño. Las largas exposiciones del material a tratamientos que deterioran sus propiedades producen precipitación de carburos dentro de los granos y a veces, pueden formar redes continuas de estas partículas.

Si bien el Cr es el elemento primario, otros elementos metálicos, tales como el níquel, cobalto, hierro, molibdeno y tungsteno pueden sustituirlo, siendo sus posibles composiciones las combinaciones siguientes: $(Cr_{16}Fe_3Mo_2)C_6$, $(Cr_{17}Fe_{4.5}Mo_{1.5})C_6$, $(Fe, Cr)_{23}C_6$ [21].

Dicho carburo presenta además diversas morfologías, la más observada es la globular, aunque también es común encontrarlo en forma de plaquetas, láminas o celdas.

Para las aleaciones que contienen Ti o Nb, los primeros carburos que precipitan son del tipo MC (C = Ti o Nb), pequeños, globulares y se encuentran en manera similar dentro de los granos y en los bordes de grano.

C2. Los cambios en el material después de la carburización

Es importante discutir algunos de los cambios en las propiedades del material como consecuencia de la carburización. Se incrementa levemente la resistencia al creep en la aleación carburizada; el crecimiento en tamaño y cantidad de los carburos dentro del

material causa tensiones internas y un aumento de su volumen pero con menor densidad que la aleación original. Así se establece un gradiente de densidad entre las zonas carburizadas y no carburizadas. Por otro lado, la conductividad térmica es afectada por la carburización. Así, componentes en servicio que presenten zonas con diferencias en densidad y conductividad térmica pueden sufrir fallas debido a que estas diferencias promueven la generación de altas tensiones térmicas. Además, la carburización de los aceros inoxidable contribuye a su fragilización como consecuencia del alto contenido de carburos precipitados. También se incrementa la susceptibilidad al ataque por oxidación en los bordes de grano del material si se lo expone a ambientes oxidantes o disminuye su resistencia frente a otro tipo de medios corrosivos, ya que la matriz se encuentra empobrecida en Cr por la formación preferencial de carburos de este metal.

La formación de los carburos resulta en la pérdida de ductilidad del material. Otro cambio que se da en estos materiales cuando son expuestos a fuertes procesos de carburización es el cambio en la composición química de la matriz, la cual inicialmente amagnética, pasa a tener un comportamiento ferromagnético a bajas temperaturas.

Se han investigado diferentes métodos para detectar la carburización en los aceros austeníticos. Pero el más exitoso es aquel que permite detectar cambios magnéticos. En particular, el grado de carburización puede ser conocido midiendo los cambios en la permeabilidad magnética, para lo cual se usan generalmente equipos de corrientes inducidas [22]. Las modificaciones producidas en la matriz son proporcionales al cambio magnético, de tal forma que se puede establecer una relación directa entre el grado de carburización y las mediciones de permeabilidad magnética. Debido a la naturaleza comparativa del método, su efectividad depende del uso de patrones de referencia carburizados y caracterizados, hechos de la misma aleación y con el mismo espesor de los componentes que serán objeto del análisis.

La Figura I.7 muestra cómo varía la permeabilidad magnética de un tubo de aleación de fundición HK-40 expuesto a carburización, en función de la distancia medida desde la pared interna del tubo, la cual está en contacto con la atmósfera rica en C [22]. Se observa un aumento significativo de la permeabilidad en la zona adyacente a la pared interna, lugar donde se produce la variación en la composición del material debida a la precipitación de la fase carburos. Luego, la permeabilidad magnética decae rápidamente

hacia la pared externa del tubo. Contrariamente, se puede notar un comportamiento inverso en el contenido de Cr de la matriz, evidenciando un importante empobrecimiento en la zona cercana a la pared interna del tubo.

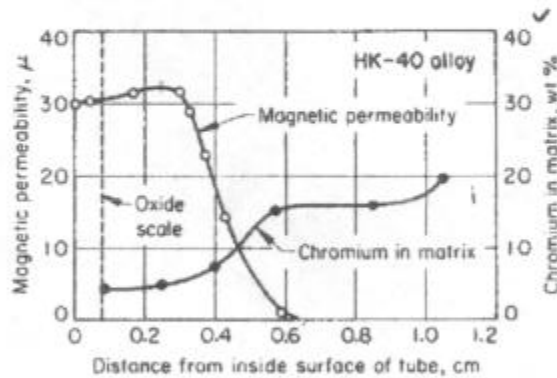


Figura I.7. Relación entre la permeabilidad magnética y el contenido de Cr de la matriz de un tubo de aleación de fundición HK-40 después de ser carburizado.

El alcance de la carburización en un componente es una función del contenido de sus aleantes, de la temperatura, del tiempo en servicio y de la química de la atmósfera. Otros autores han demostrado que la resistencia a este tipo de corrosión a alta temperatura, depende del contenido de Cr [3, 11]. La carburización se reduce al incrementar progresivamente el contenido de Cr en el acero. En la Tabla I.1 se presentan los incrementos en el contenido de C para aceros de distintas aleaciones con Cr y Cr-Ni, carburizados en un medio sólido (pack carburization) a 981 °C [3]. Comparando aleaciones similares pero con distintos contenidos de Cr, se puede notar el efecto de este elemento como limitador en la incorporación de C en el acero. En las aleaciones con mayor contenido de Cr la difusión del C es más lenta [11], como puede verse para los casos de aceros tipo 446 y 430 de la tabla. Otros elementos aleantes, tales como el Si, Ti y Nb retardan la carburización como puede observarse en la misma tabla. También, el efecto del incremento en el contenido del Ni es beneficioso para disminuir la absorción de C [3], y puede notarse al comparar aleaciones con contenidos cercanos de Cr y muy diferentes de Ni, por ejemplo los aceros tipos 304 (18-8) y 330, como muestra la Figura I.8.

Por lo general, para servicios a alta temperatura en atmósferas carburizantes, algunos de los aceros que se eligen son: 309, 310, 330, 304, 316 y 347 [3].

Tipo de material	Composición	Contenido Si, % en peso	Incremento en el contenido de C en volumen, % en peso
330	15Cr-35Ni	0.47	0.23
330	15Cr-35Ni+Si	1.00	0.08
310	25Cr-20Ni	0.38	0.02
314	25Cr-20Ni+Si	2.25	0.03
309	25Cr-12Ni	0.25	0.12
347	18Cr-8Ni+Nb	0.74	0.57
321	18Cr-8Ni+Ti	0.49	0.59
304	18Cr-8Ni	0.39	1.40
302B	18Cr-8Ni+Si	2.54	0.22
446	28Cr	0.34	0.07
430	16Cr	0.36	1.03

Tabla I.1. Comparación del incremento de C en volumen para diferentes aleaciones de aceros.

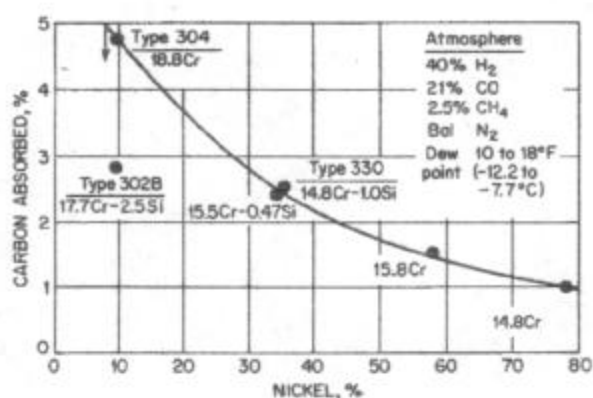
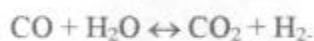


Figura I.8. Efecto del Ni en la carburización gaseosa de aceros con 15 % Cr a 975 °C y 1500 hs.

Otro efecto que puede notarse en los aceros que han sido sometidos a procesos de carburización es el incremento de la dureza en la superficie expuesta [9, 23]. De tal manera que este fenómeno se aplica como tratamiento para obtener superficies endurecidas y muy resistentes al uso y a la fatiga, mientras que el núcleo de la pieza conserva su ductilidad [12]. Tales tratamientos para endurecer superficies pueden llevarse a cabo carburizando a través de diferentes medios: sólido, líquido o gaseoso [24, 25]. Para el caso sólido, la temperatura usada es aproximadamente 925 °C, y es un proceso usado desde tiempos muy

antiguos. Se utiliza un trozo de C y el fenómeno tiene lugar como consecuencia de las reacciones entre éste y el oxígeno de la atmósfera que generan CO y CO₂; en la actualidad se agregan otros elementos como carbonatos de Na o de Ba para energizar el proceso. Durante el período de calentamiento, el carbonato de Ba se divide y libera CO₂ (BaCO₃ → BaO + CO₂), que reacciona con el C expuesto para formar CO (CO₂ + C → 2CO). Luego, el CO reacciona en la superficie del acero para formar C atómico, el que difunde rápidamente en la estructura austenítica (2CO → C + CO₂). El proceso se repite en forma cíclica, ya que el CO₂ producido en la última reacción, reacciona con el C expuesto y otra vez se generan todos los pasos anteriores. En el caso líquido, se utilizan sales fundidas donde el constituyente activo es NaCN o KCN o Ca(CN)₂. El oxígeno lo provee la atmósfera del baño de sal y otra vez la carburización se lleva a cabo a través de la generación de CO. Se usan temperaturas alrededor de 900 °C y tiempos cortos de aproximadamente 2 horas.

El caso de carburización mediante una atmósfera gaseosa se lleva a cabo con gases de hidrocarburos como propano (C₃H₈), butano (C₄H₁₀), metano o mezclas de CO y CO₂ en hornos a temperaturas cercanas a los 925 °C. A veces se usan temperaturas más elevadas, hasta 980 °C, para requerimientos específicos como la obtención de mayor profundidad de las capas carburizadas o aceleración del proceso. Durante el calentamiento, el componente debe ser rodeado por una atmósfera inerte o reductora (con baja actividad de oxígeno), que generalmente es un gas endotérmico. Al alcanzar la temperatura de carburización, la atmósfera es enriquecida para lograr el nivel de C adecuado (potencial de C) adicionando hidrocarburos los cuales generan CO y el C es adsorbido en la superficie del acero. Los principales constituyentes de la atmósfera son: CO, N₂, H₂, CO₂, H₂O y CH₄. Entre ellos, N₂ es inerte y actúa sólo como diluyente. Las cantidades de CO, CO₂, H₂O y H₂ presentes deben ser las adecuadas para asegurar el equilibrio de la reacción reversible:



Aunque no se conoce en detalle la secuencia de reacciones involucradas, se sabe que el C será introducido en el acero si se cumple la totalidad de las siguientes reacciones reversibles:



una vez que el metano o propano enriquecieron el gas endotérmico, aparece la fuente primaria de C para carburizar a través de las reacciones:



Estas reacciones regeneran CO y H₂ favoreciendo la evolución de (I.8) y (I.9), y además reducen las concentraciones de CO₂ y H₂O. Sumando las reacciones (I.8) y (I.10) y por otro lado (I.9) y (I.11), resulta:



Entonces, con un contenido constante de CO₂, el cambio en la atmósfera carburizante es una reducción en el contenido de metano y un incremento en el de H [24].

C3. Formas de prevenir la carburización

Para la protección de los materiales frente al fenómeno de la carburización se adiciona Si (1.5 – 2 % en peso) o Al a la aleación, elementos que forman subcapas de SiO₂ o Al₂O₃ respectivamente, que son estables en condiciones reductoras de altas actividades de C a altas temperaturas y que actúan como barreras efectivas contra la difusión del C en la aleación [9,10]. También, la transferencia de C a la fase metálica puede ser impedida agregando H₂S a la atmósfera, el cual es absorbido por la superficie del metal, bloqueando los posibles sitios para la transferencia del C y entonces la carburización puede ser fuertemente retardada [8, 16].

CAPITULO II

DESARROLLO EXPERIMENTAL DE LA CARACTERIZACION MICROESTRUCTURAL

A. ELECCION DE LOS MATERIALES.

Como se describió en el capítulo anterior los materiales usados en aplicaciones que involucran procesos de carburización son generalmente aceros austeníticos. Por tal motivo y para obtener características similares a los que se pueden obtener en campo, se decidió estudiar el comportamiento del fenómeno en las siguientes aleaciones: AISI 304, AISI 347 H y AISI 310.

Estas tres aleaciones presentan distinta sensibilidad a la carburización de acuerdo al contenido de sus aleantes. Según la Tabla I.1, la diferencia en el incremento de C en volumen entre los aceros 304 y 310 es 70 veces y entre el 347 y 310 es aproximadamente 30 veces. Por lo tanto, el AISI 310 es el más resistente a este tipo de degradación, siguiendo en orden el AISI 347 y por último el AISI 304.

En una primera etapa del desarrollo se adquirieron trozos de aceros 310 y 304 en forma de flejes de dimensiones aproximadas: $400 \times 100 \times 4$ mm, mientras que las muestras de acero 347 - material que se incorporó más tarde al estudio - fueron obtenidas de una sección de un tubo.

Para determinar su composición, se enviaron a CONARCO (laboratorio de Chascomús) muestras de los tres materiales, y los resultados se presentan en la Tabla II.1.

SS	C	Cr	Ni	Mo	Mn	V	Cu	Co	Si	P	S	Nb
304	0.025	16.6	11.30	1.99	1.85	0.01	0.20	0.12	0.52	0.004	0.007	<.01
310	0.040	23.4	19.95	0.04	1.78	0.13	0.13	0.04	0.64	0.018	0.006	<.01
347	0.047	17.54	8.97	0.25	1.36	0.01	0.07	0.04	0.46	0.018	0.007	0.55

Tabla II.1. Composición química de los materiales seleccionados para estudiar el proceso de carburización

B. PREPARACIÓN DEL MATERIAL

A partir de los flejes de 304 y 310 se cortaron varias muestras con dimensiones: (35 × 50) mm y 4 mm de espesor. Del sector de tubo de acero 347 H se cortaron también diversas muestras con dimensiones aproximadas de (35 × 30) mm y 15 mm de espesor. Todas se sometieron a una limpieza (decapado) para eliminar cualquier vestigio de óxidos formados en la superficie. Para ello se las colocó en una mezcla de NO_3H al 10 %, HF al 2 % y agua destilada a 60 °C durante un periodo de tiempo de 20 minutos. Luego fueron cuidadosamente lavadas y secadas.

C. TRATAMIENTOS DE CARBURIZACIÓN

La totalidad de las muestras fueron expuestas a una atmósfera carburizante compuesta de una mezcla de CO , CO_2 y vapor de agua con un potencial de C entre 1.1 y 1.2 %, dentro de un horno a una temperatura de 975 °C. Luego de tal proceso fueron enfriadas rápidamente en agua.

En una primera etapa del trabajo las muestras de aceros 304 y 310 fueron tratadas térmicamente a 975 °C con periodos de tiempo entre 1 y 6 hs de duración. Además se prepararon dos muestras testigo (A0 y B0), una de cada una de estas aleaciones, las cuales recibieron un tratamiento térmico sin atmósfera carburizante, durante dos horas a la misma temperatura (975 °C) y luego enfriadas en agua. Se eligió esta temperatura porque es la temperatura característica de trabajo de los componentes en una planta industrial (por ejemplo en una petroquímica) y además porque está dentro del rango de temperaturas que produce esta degradación corrosiva en los metales (800 a 1100 °C) [7,8].

En una segunda etapa del desarrollo del trabajo, y debido a algunas características observadas en el análisis microestructural de la etapa anterior en las muestras de acero 310, que serán relatadas más adelante, se decidió repetir los tratamientos térmicos para estas muestras con un tratamiento de solubilización previo al de carburización, con el fin de disolver posibles carburos de Cr residuales precipitados en los bordes de grano [26]. La duración de la solubilización fue de 1 hora y a una temperatura de 1050 °C, seguida de un

rápido enfriamiento en agua. Del mismo modo, se aplicó un tratamiento previo de solubilización para las muestras de acero 347 H. Otra vez se prepararon muestras testigo (SA0 y C0) para cada uno de estos materiales, las que resultaron luego del tratamiento de solubilización, sin presencia de atmósfera carburizante y templado en agua.

Muestra	Tratamiento térmico (TT)	Tiempo de carburización (hs)
AISI 304		
B0	Recocido en horno a 975 °C	2
B1	Carburización	2
B3	Sin TT – material as-received	-
B4	Carburización	1
B5	Carburización	3
B6	Carburización	4
B7	Carburización	6
B8	Carburización (repetición)	2
B9	Carburización (repetición)	3
B10	Carburización	8
AISI 310		
A0	Recocido en horno a 975 °C	2
A1	Carburización	2
A3	Sin TT – material as-received	-
A4	Carburización	1
A5	Carburización	3
A6	Carburización	4
A7	Carburización	6
SA0	Solubilización a 1050 °C 1 hora	-
SA8	Solubilización 1 h y carburización	1
SA9	Solubilización 1 h y carburización	2
SA10	Solubilización 1 h y carburización	4
SA11	Solubilización 1 h y carburización	6
SA12	Solubilización 1 h y carburización	8
AISI 347		
C0	Solubilización a 1050 °C 1 hora	-
C1	Solubilización 1 h y carburización	1
C2	Solubilización 1 h y carburización	2
C3	Solubilización 1 h y carburización	4
C4	Solubilización 1 h y carburización	6
C5	Solubilización 1 h y carburización	8
AR	Sin TT – material as-received	-

Tabla II.2. Tratamientos térmicos aplicados a las muestras.

Se repitieron además algunos tratamientos de carburización de 2 y 3 horas de duración para el acero 304. Vale aclarar que las muestras correspondientes a este material no tuvieron tratamiento previo de solubilización.

Durante todos los tratamientos de carburización, las muestras estaban colocadas en un soporte que las mantenía en forma vertical dentro del horno, de tal manera de no entorpecer el ingreso de C por ninguna de las dos superficies.

En la Tabla II.2 se detallan los tratamientos térmicos con sus tiempos de duración aplicados a cada una de las muestras.

D. CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

A continuación se enumeran todas las técnicas que fueron utilizadas en el desarrollo del presente trabajo. Posteriormente, se presentarán los resultados obtenidos en cada una de ellas con su interpretación y conclusiones.

D1. Preparación metalográfica.

De cada una de las muestras de las diferentes aleaciones, luego de haber sido carburizadas, se extrajo un pequeño trozo de aproximadamente 10×10 mm para ser estudiado metalográficamente. Los mismos fueron incluidos en resina epoxi.

En todos los casos el pulido mecánico consistió en desbaste grueso y fino, utilizando papeles esmeriles de Carburo de Silicio (CSi) de granulometría: 220, 320, 400 y 600, en máquina de abrasión rotativa con lubricación acuosa. Luego de desbastar con el papel más fino, se continuó el pulido usando paño grueso de $6 \mu\text{m}$ pasta de diamante y paño fino $1 \mu\text{m}$ pasta de diamante. Luego de la etapa de pulido se procedió a lavar las muestras con detergente y a enjuagar con agua. Para una mejor limpieza antes del ataque químico, se sumergieron en alcohol y se les aplicó ultrasonido.

El pulido ataque para revelar la estructura se hizo con dos tipos de reactivo según el microscopio donde se examinaría la muestra:

- Oxálico al 10 % para ser observada a través de microscopio óptico.

- Mezcla de ácido clorhídrico 25 cm³, ácido nítrico 7 cm³ y alcohol metílico 10 cm³ para ser observado a través de microscopio electrónico de barrido. Esta última solución destaca un mayor contraste en la topografía de los carburos precipitados en el material para este tipo de microscopio.

La duración del ataque estaba relacionada con la composición de cada aleación, pero oscilaba entre 1 y 2 minutos. El enjuague se hizo con abundante agua y alcohol y el secado, con aire caliente.

D2. Observación por microscopía óptica y electrónica de barrido

Estas técnicas permitieron observar la estructura de los granos de cada una de las aleaciones estudiadas luego de la carburización, los lugares en los cuales habían precipitado las fases de carburos, sus morfologías, estimar los tamaños y formas de los mismos, medir los espesores de las capas subsuperficiales carburizadas.

Para ello se utilizaron microscopios ópticos Olympus BX60M con aumentos de 50X a 500X y Microscopio Electrónico de Barrido (MEB) modelo PSEM-500 marca Philips que permite trabajar con aumentos desde 12X hasta 80000X.

D3. Microanálisis dispersivo en energía (EDS)

El sistema EDS, adosado al microscopio electrónico de barrido, permite identificar los elementos presentes en una muestra en forma muy rápida, pudiéndose obtener valores cuantitativos si la concentración de un elemento dado es superior a 1 % aproximadamente. En el espectrómetro dispersivo de energía (EDS) los rayos X característicos emitidos por una muestra son detectados por un sistema que produce pulsos cuya altura es proporcional a la energía de los fotones incidentes. Estos pulsos electrónicos son procesados por un analizador multicanal que permite obtener una visualización con forma de espectro que presenta la cantidad de pulsos en función de la energía característica de cada pulso.

Se utilizó este dispositivo para identificar los carburos precipitados y para observar los porcentajes relativos de Cr y de Fe en distintos sectores de las capas de carburos y de la matriz. De esta manera se quiso observar si en la matriz existían empobrecimientos locales de Cr en adyacencias de la zona de precipitación de la fase carburos. Para ello se

obtuvieron espectros sobre los carburos y sobre distintas regiones donde la precipitación era masiva y también sobre la matriz.

D4. Análisis con microsonda electrónica

Esta técnica de caracterización fue empleada para estudiar la distribución de los carburos en la dirección perpendicular a la superficie de la muestra que estuvo en contacto con la atmósfera carburizante y por la que penetró y difundió el C. Para ello se tomaron perfiles de los contenidos en peso y atómico de Cr, C, Ni estimando el Fe por diferencias en las aleaciones AISI 304 y 310. Para la aleación AISI 347 H, que es estabilizada con Nb, los perfiles estudiados fueron los de Cr, C, Ni, Nb y el Fe, también en este caso, fue determinado por diferencias.

El microanálisis cuantitativo se realizó con una Microsonda Electrónica CAMECA SX50, operando con un potencial acelerador de 20 KV. La microsonda electrónica usa un haz de electrones acelerados focalizado sobre el punto de la muestra a analizar. Allí se produce la emisión de radiación X característica de todos los elementos presentes en el microvolumen estudiado. Esta radiación es analizada mediante espectrómetros con cristales monocromadores.

El equipo permitió realizar las mediciones en las muestras carburizadas de dos maneras diferentes:

- en forma automática para microanalizar puntos sobre un recorrido previamente determinado a lo largo de toda la zona carburizada. El barrido comenzaba en la superficie de la muestra y terminaba en la matriz donde no había precipitados. Se fijaba el número de mediciones a realizar y la medida del paso entre las mediciones. También en esta forma se midieron algunos granos (a lo sumo dos) con gran densidad de carburos

- en forma manual para medir sobre un punto de particular interés y obtener el resultado de la medida en ese punto.

Las mediciones obtenidas fueron recibidas ya procesadas con los programas CALIB, DECLAR, QUANTI (para mediciones tomadas en la forma manual) y QUANTA (para mediciones tomadas en forma automática), que posee el equipamiento de análisis adosado a la microsonda. Los resultados fueron graficados en función de la distancia a la superficie de la muestra.

D5. Identificación de los carburos por difracción de rayos X

Con el objetivo de conocer el tipo de carburos precipitados se efectuó el análisis de las superficies de las muestras con esta técnica [9]. Además se quería observar si la estequiometría de los carburos era diferente en las distintas zonas de las capas de carburos precipitados. Para obtener los espectros de rayos X se empleó un equipo PHILLIPS modelo X'PERT con una unidad PW3710 P. Se utilizó radiación $K\alpha_1$ y $K\alpha_2$ del Cu con y sin monocromador. Los datos fueron procesados mediante el programa PC-APD que contiene el sistema de análisis que acompaña al difractómetro, el cual permite obtener la posición e intensidad de los picos del diagrama.

Una vez obtenidos los diagramas, éstos fueron analizados con la ayuda del personal del laboratorio de Difracción de Rayos X. Para conocer los posibles carburos y óxidos en la superficie de las muestras, se utilizó un programa que usa el método Rietveld y software de Lutterotti [27]. Éste permite comparar los picos del diagrama de Rayos X obtenido con los de diferentes compuestos almacenados como fichas [28]. De esta manera se puede determinar si es probable que se encuentre una fase o compuesto en el material estudiado.

Los primeros espectros fueron obtenidos sin utilizar monocromador, debido a una falta de disponibilidad en el laboratorio. En estos casos la relación de intensidad pico - fondo observada no fue buena, haciéndose muy dificultosa la identificación de los picos del diagrama. De esta manera, se obtuvieron espectros de rayos X sobre las caras pulidas de las muestras usadas para el análisis metalográfico, en las cuales los precipitados se encontraban en los bordes. Las muestras analizadas fueron: B6, B10, SA12, C3 y C5. Además, se estudiaron los diagramas de los óxidos crecidos en la superficie durante el tratamiento térmico, con el propósito de conocer su estequiometría. Para esto se ubicaron algunas de las muestras enteras dentro del difractómetro: B0, A0, SA0 y C0. En todos estos casos los espectros se midieron entre $10^\circ \leq 2\theta \leq 110^\circ$ con un paso de 0.03° y tiempo de paso de 1 segundo.

Luego, se tomaron diagramas sobre las muestras de las tres aleaciones con tratamientos de carburización más largos (6 u 8 horas), usando el difractómetro con monocromador. Así se analizaron las muestras: B7, A7, SA11, SA12 y C5. Se tomaron diagramas sobre las caras pulidas utilizadas para la caracterización metalográfica y también sobre la superficie expuesta de las muestras. Esta superficie no estaba pulida, presentando

rugosidad y óxido, pero los precipitados estaban distribuidos sobre ella. Por ello, dichas superficies fueron levemente desbastadas para eliminar algún resto de óxido, con el fin de detectar los carburos precipitados mediante esta técnica.

Esta vez, los diagramas se adquirieron entre $10^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$, con paso de 0.02° y tiempos de paso de 1 seg y de 15 segundos para mejorar el conteo en la intensidad de los picos del espectro.

La sección del haz de rayos X es de aproximadamente 1 cm^2 y el 90 % de la intensidad difractada proviene de una capa de entre 1 a $3 \mu\text{m}$ de profundidad, dependiendo de 2θ .

En todos los casos se obtuvieron espectros complejos debido a que las muestras analizadas eran polifásicas.

D6. Mediciones de microdureza

Como se vio en el capítulo I, el proceso de carburización tiene el efecto de endurecer la superficie del material debido a la formación de fases duras. Con el objeto de estudiar en qué medida el fenómeno había endurecido las superficies y cómo variaba la dureza de acuerdo a la duración del tratamiento térmico, se midieron perfiles de microdureza sobre las muestras carburizadas. Para comparar las durezas se midieron perfiles también sobre muestras as-received y testigos. Se usó para ello un microdurómetro marca Leitz, modelo Durimet. Teniendo en cuenta la medida de los espesores de las capas de carburos, se realizaron las mediciones de dureza desde la superficie del material hasta 1 mm de profundidad para todas las muestras y con paso de 0.1 mm. Así, se evaluaron zonas con distintas densidades de carburos hasta llegar a la matriz del material.

Las mediciones se realizaron usando una fuerza de ensayo (pesa) de 100 gramos para efectuar la impronta. Luego, se midieron sobre ésta las longitudes de ambas diagonales y se calculó el promedio de estos valores. El mismo se relaciona con la dureza en unidades Vickers a partir de la siguiente fórmula:

$$HV = \frac{1854 \cdot P}{d^2} \quad (\text{II.1})$$

donde: HV es la dureza Vickers en kg/mm^2

P es la fuerza de ensayo en gramos

D es el valor medio de las diagonales medidas sobre la impronta en micrones.

Una manera más práctica y directa de obtener el valor de la dureza Vickers es deducirla de la tabla que acompaña al microdurómetro [29].

La distancia mínima entre los centros de improntas consecutivas debe ser como mínimo 2 o 3 veces la medida de la diagonal, para evitar errores en la determinación de la dureza por la deformación que se produce alrededor de la impronta. En el caso particular de las muestras de aceros, se tomó una distancia mínima de tres veces el valor de la diagonal. El mismo criterio se aplicó para determinar la distancia entre el borde de la muestra y la primera impronta.

E. RESULTADOS OBTENIDOS

En esta parte se expondrán todos los resultados logrados con la aplicación de las diferentes técnicas enunciadas anteriormente.

E1. Observación por microscopía óptica y electrónica de barrido

Luego de los tratamientos de carburización y de la preparación metalográfica de cada una de las muestras, se obtuvieron micrografías para documentar el aspecto de la microestructura, la distribución de los carburos precipitados en la matriz, observar su morfología, tamaño y características de la precipitación. En todas las muestras tratadas térmicamente se observó la presencia de granos equiaxiales, tamaño de grano heterogéneo; típico aspecto austenítico. Entonces, luego del proceso termoquímico aplicado y del enfriamiento rápido, resultaron estructuras austeníticas con precipitaciones masivas de carburos de Cr en las zonas subsuperficiales. También se notó en forma cualitativa, que el tamaño de los granos era pequeño en las zonas adyacentes a la superficie, evidenciando una recristalización, pero éste aumentaba en forma significativa hacia el interior de la muestra. En las micrografías de las muestras carburizadas se pueden distinguir claramente cuatro regiones bien diferenciadas comunes a todas las muestras de las tres aleaciones consideradas:

- Región 1: es la región que está ubicada inmediatamente por debajo de la superficie de la muestra. Presenta una gran densidad de carburos que han precipitado en forma masiva. Los mismos se distribuyen tanto en los bordes de grano como en el interior de los

granos. Además se ven precipitados sobre maclas y carburos que han coalescido. Esta capa puede extenderse por varios cientos de micrones.

- Región 2: es la que continúa a la región 1 hacia el interior de la muestra. En ella la densidad de los carburos precipitados decae significativamente dentro de los granos, pero no en los bordes de grano, donde sigue siendo intensa o masiva.
- Región 3: es la región que sigue a la anterior y más interna de la muestra. En ella se observa sólo precipitación de carburos en los bordes de grano, mientras que el interior de los granos aparece limpio de carburos. También esta región puede extenderse varios cientos de micrones.
- Región 4: es la zona interna de la matriz, en ella no hay carburos.

Puede advertirse entonces que la difusión a través de los bordes de grano tiene mayor alcance, siendo éstos caminos preferenciales para la difusión del C. Distintos trabajos sobre difusión mencionan cómo los coeficientes de difusión en bordes de grano superan, en varios órdenes de magnitud, a los correspondientes en volumen a una dada temperatura y para distintos difundentes y materiales [14, 30]. Este hecho está estrechamente relacionado con lo expuesto en el capítulo I e ilustrado por la Figura I.4, donde se muestra cómo es la secuencia de la precipitación de los carburos en la austenita. Si el coeficiente de difusión es mayor, entonces es lógico que el alcance de la precipitación en los bordes de grano se extienda más allá de aquélla en el volumen. Por la misma razón, serán los bordes de grano los primeros en presentar precipitados de carburos.

Para ilustrar las distintas características de las regiones de precipitados se presentan en las páginas siguientes varias de las micrografías obtenidas con microscopio óptico y con MEB. Con el fin de lograr una cuantificación de la profundidad de la muestra afectada por el proceso descrito, se midieron los espesores de las capas I y II de carburos precipitados. Se consideró a la capa I como aquella zona que presenta gran densidad de carburos precipitados en el interior del grano y también en los bordes de grano. La capa II se consideró como aquella que comienza en el borde de la probeta y que finaliza en el interior de la misma, donde no hay más presencia de carburos precipitados en los bordes de los granos. De esta manera, la capa I está contenida dentro de la capa II, y esta última se extiende hasta los extremos de los límites de granos con carburos precipitados.

En las micrografías a continuación pueden observarse varias de las características destacadas más arriba, en el Capítulo I y también aquellas inferidas a través del desarrollo experimental.

Las Figuras II.1 a II.3 muestran diferentes zonas con precipitados carburos para una muestra de acero inoxidable AISI 304 expuesta a carburización por 6 horas. La primera de ellas destaca las capas I y II de carburos precipitados. En la micrografía de la Figura II.2 se ve una gran densidad de carburos intragranulares formando casi una red continua de precipitados con diferentes morfologías; hay carburos con forma cúbica, otros con forma de plaqueta, y partículas precipitadas de mayor tamaño formadas por la coalescencia de varios carburos pequeños. También, es posible ver la precipitación sobre algunas maclas y el grueso espesor de los bordes de los granos cercanos a la superficie de la muestra, este hecho, debido a la difusión del C por esta vía. En la siguiente micrografía, Figura II.3 se nota el cambio en la densidad de la precipitación de los carburos hacia una zona más interna de la muestra (transición entre las Regiones 2 y 3) y la coalescencia contigua de pequeños carburos para delimitar los bordes de grano.

En la micrografías de las Figuras II.4, II.5 y II.6, correspondientes a distintos sectores de una muestra de acero inoxidable AISI 310 sin solubilización previa al tratamiento de carburización de 6 horas, se observan carburos con morfologías de diferente aspecto del observado para el acero 304. Principalmente pueden verse carburos con forma de plaquetas dispuestas paralelas y en distintas direcciones. En otro sector de la muestra se observan carburos discretos de forma cúbica, y también grupos de precipitados coalescidos.

Comparando las Figuras II.1 y II.4, se puede notar la diferencia en la extensión de la zona con carburos precipitados, siendo mayor la penetración del C en el acero 304. Para este material, en la micrografía se destaca también la ausencia de carburos en la Región 4, mientras que en la muestra de acero 310 aparecen todos los bordes de grano con precipitados.

En la Figura II.7, correspondiente a la muestra de acero 304 carburizada por 6 horas y tomada en la Región 3, se ilustra la coalescencia contigua de pequeños carburos precipitados en los bordes de grano. Las Figuras II.8 y II.9 muestran las morfologías de los carburos de forma cúbica para distintas magnificaciones. En estas imágenes se observa también, la coalescencia de carburos de mayor tamaño.

La Figura II. 10 representa una vista general de las Capas I y II con carburos precipitados en una muestra de acero 304 carburizada 2 horas. En las micrografías de las Figuras II.11 y II.12, se observa con mayor detalle cómo es la red de carburos precipitados dentro de los granos para esta misma muestra.

En las micrografías de las Figuras II.13 y II.14 se observan distintos sectores con precipitados en una muestra de acero inoxidable 310 solubilizado y carburizado durante 4 horas. En ellas se ve una distribución densa de carburos cerca de la superficie de la muestra y más leve hacia el interior de la misma. También se pueden distinguir las morfologías que presentan tales carburos: cúbicos, con forma de bastones o de láminas; así como también la precipitación en los límites de grano mediante la coalescencia contigua de los carburos. La Figura II.15 es una micrografía tomada con microscopio óptico y muestra la forma cúbica de la mayoría de los precipitados carburos. Cabe destacar que también en el caso de este material previamente solubilizado, los bordes de grano de toda la muestra resultaron revelados luego del ataque químico, lo cual hizo imposible identificar la Capa II de precipitados.

La carburización en el acero inoxidable AISI 347 H está representada en las Figuras II.16, II.17 y II.18 para una muestra carburizada por un periodo de tiempo de 2 horas. En la primera de las imágenes se observa una vista general de las Capas I y II carburizadas. En las otras se puede ver una red casi continua de carburos de aspecto globular cerca de la superficie de la muestra, mientras que en otros granos más internos aparecen carburos con forma de plaquetas paralelas entre sí en la transición de las Regiones 2 y 3. Las imágenes de las Figuras II.19, II.20 y II.21, también corresponden a este mismo tipo de acero pero carburizado 8 horas. La primera de ellas ilustra la apariencia de la capa de carburos intragranulares. Se puede notar la diferencia en los espesores de las capas de carburos entre las dos vistas generales para dos tiempos de tratamiento diferentes en este material. Otra imagen muestra la variación de la densidad de carburos hacia el interior de la muestra y la última micrografía ilustra la forma irregular de los carburos precipitados intragranularmente.

Las micrografías de las Figuras II.22, II.23 y II.24 corresponden a muestras de acero inoxidable 310 solubilizado y carburizado durante 4, 6 y 8 horas respectivamente. Fueron tomadas a través de microscopio óptico. En ellas se puede observar la morfología de los

carburos, la precipitación en los bordes de granos por la coalescencia contigua de carburos y partículas precipitadas de mayor tamaño.

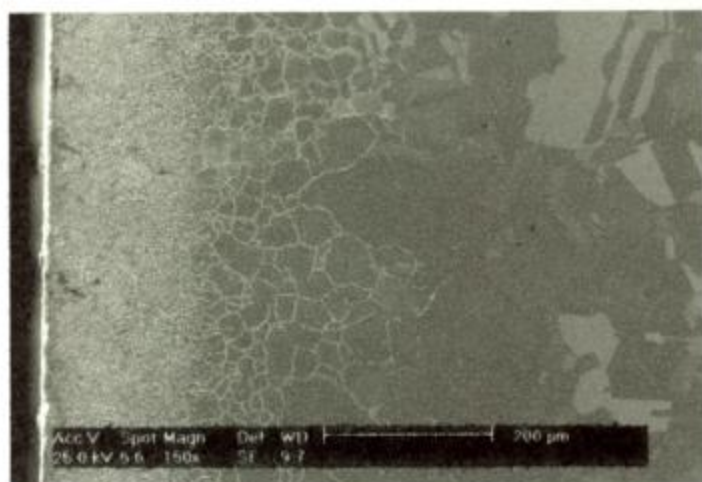


Figura II.1. Vista general de la precipitación de carburos en una muestra de acero AISI 304 expuesta a carburización durante 6 horas. Se distinguen claramente las Capas I y II. Hacia el interior de la muestra, la precipitación intragranular desaparece y los carburos precipitan en los bordes de grano.

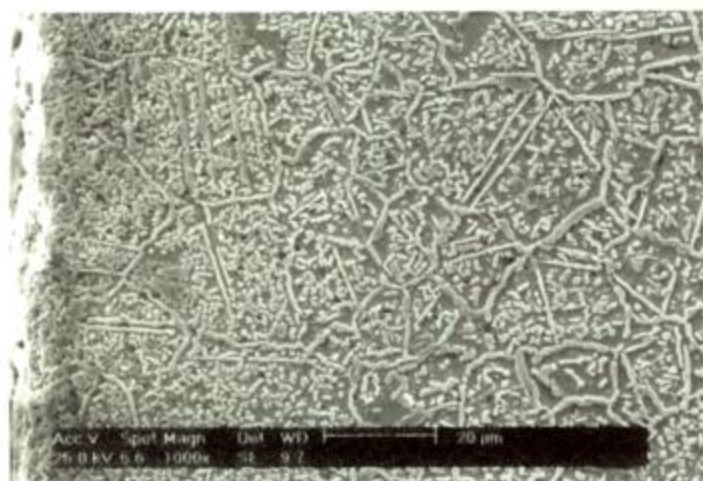


Figura II.2. Aspecto de la distribución de los carburos en la adyacencia del borde de la probeta anterior. Se aprecia una alta densidad de precipitados dentro de los granos, formando una red casi continua de carburos.

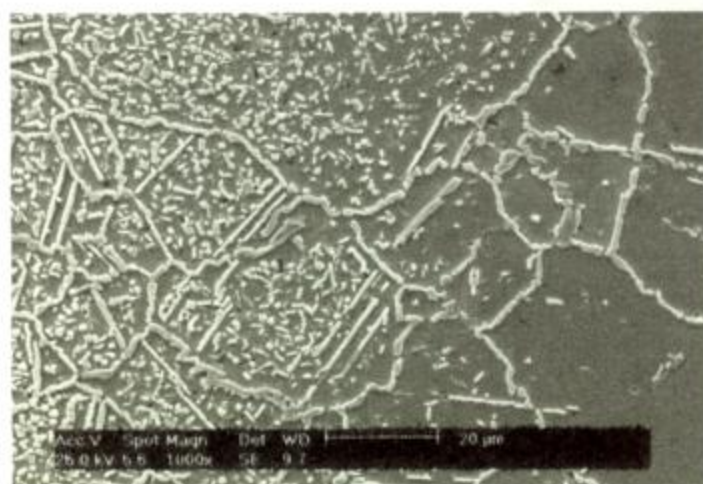


Figura II.3. Variación en la densidad intragranular de los carburos precipitados en la transición de las Regiones 2 y 3 correspondiente a la misma muestra. Se nota también la precipitación contigua de carburos formando los bordes de grano.

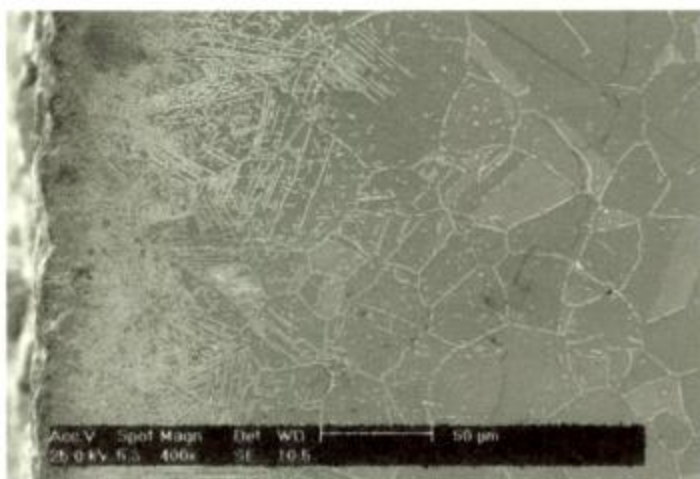


Figura II.4. Vista general de la distribución de carburos precipitados en una muestra de acero AISI 310 expuesta a 6 horas de carburización. Se observa gran densidad de carburos cerca del borde de la probeta, la que disminuye hacia el interior de la muestra donde la precipitación es sólo en borde de grano.

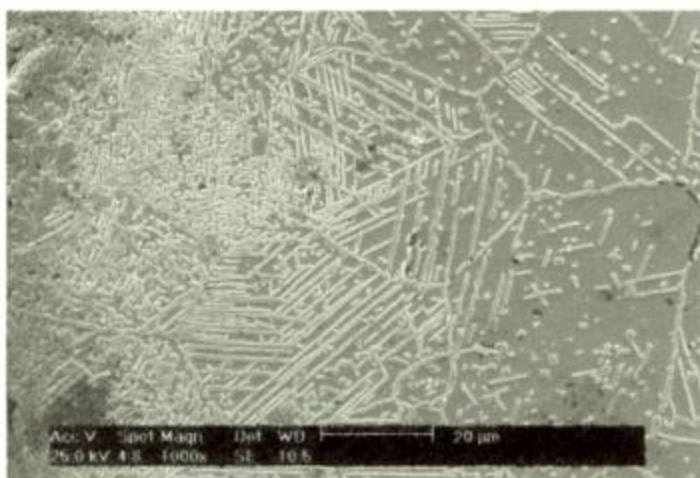


Figura II.5. Vista parcial de una zona de la micrografía anterior. Puede notarse gran densidad de carburos intragranulares cerca del borde de la muestra con distinta morfología y precipitación sobre maclas. Hacia el interior de la muestra la densidad de los precipitados disminuye.



Figura II.6. Otro sector de la misma muestra con gran densidad de carburos. Se observan distribuciones de precipitados con forma de plaquetas con distintas direcciones.

Escala:  20 μm
Magnificación: 1440X

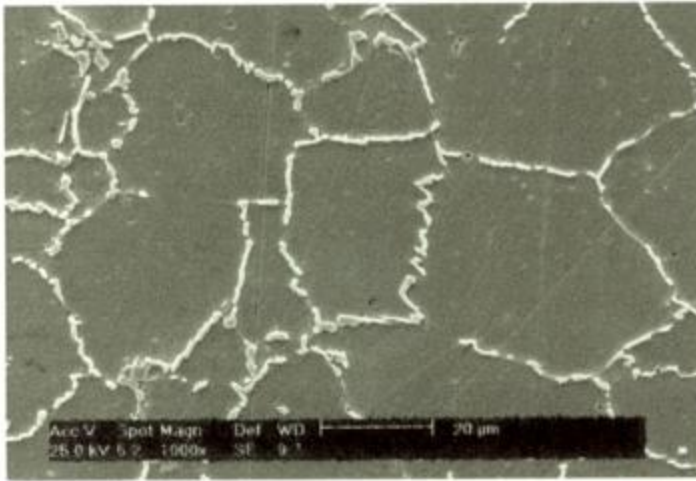


Figura II.7. Precipitados en borde de grano para una muestra de acero AISI 304 expuesta a carburización durante 6 horas. Los carburos se agrupan como una cadena para conformar dicho límite. Se observa una sección de la Región 3.

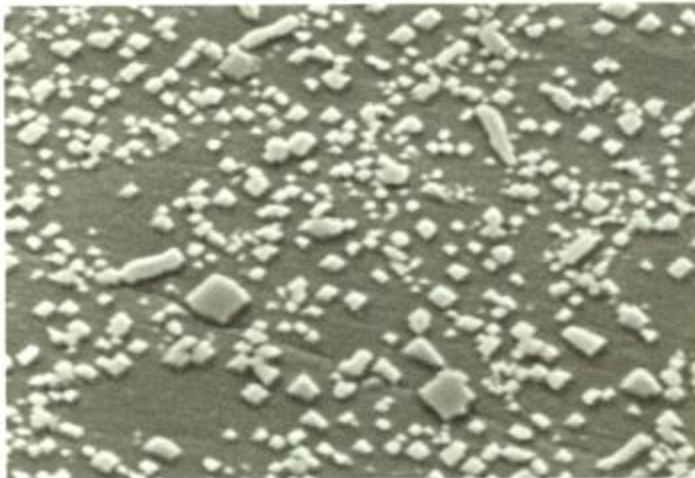



Figura II.8. Aspecto de la morfología cúbica de los precipitados carburos en una muestra de acero AISI 304 carburizada durante 4 horas. Algunos de ellos han coalescido para formar partículas precipitadas de mayor tamaño.

Escala:  5 μm
Magnificación: 6400X

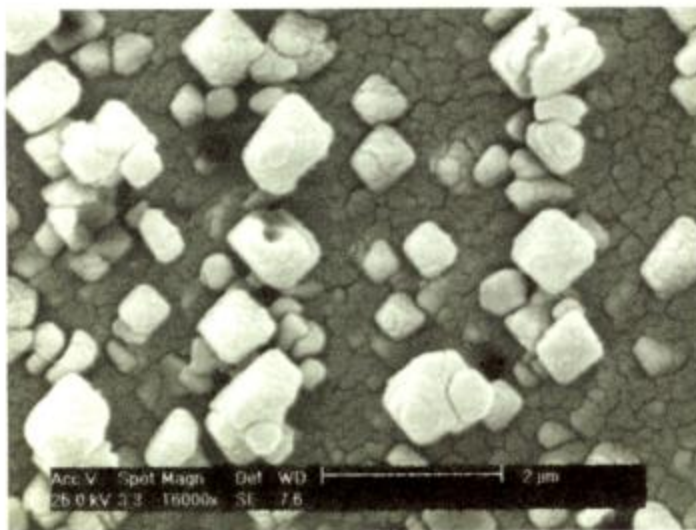


Figura II.9. Carburos precipitados en una muestra de acero AISI 304 carburizada 4 horas. Se puede apreciar su forma cúbica y dimensionar su tamaño.

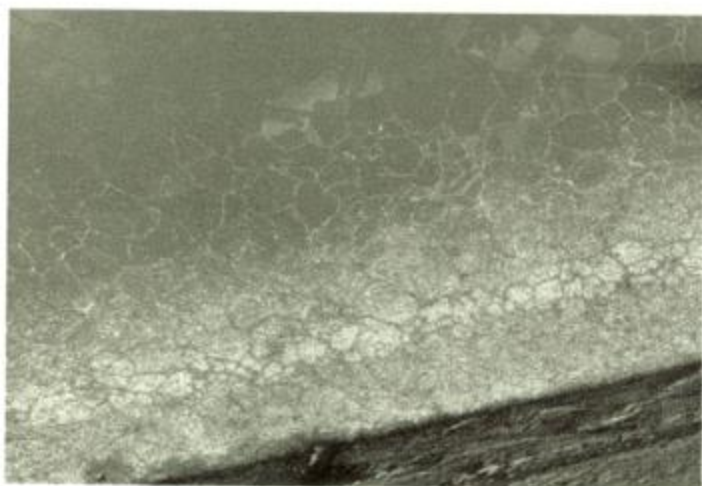


Figura II.10. Vista general de las Capas I y II de carburos precipitados en una muestra de acero AISI 304 carburizada durante 2 horas. Se nota que hacia el interior de la muestra, los carburos intragranulares desaparecen, y se disponen en los bordes de grano. En la matriz del material no aparecen carburos.

Escala:



Magnificación: 100X

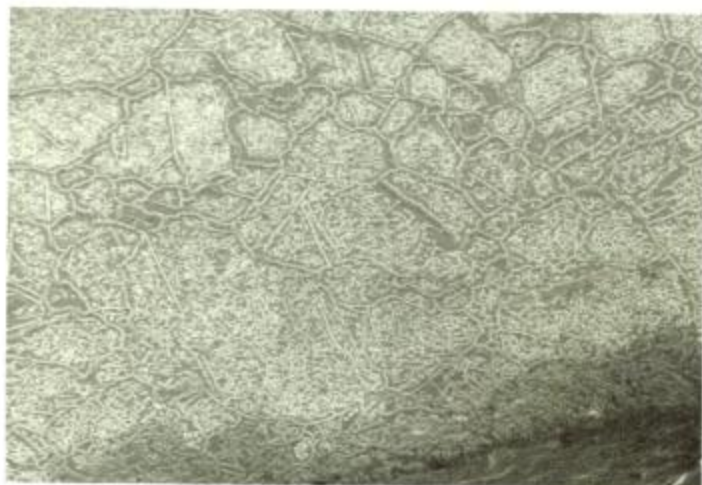


Figura II.11. Granos con carburos precipitados en la zona adyacente al borde de la misma muestra. Se observa una gran densidad.

Escala:



Magnificación: 400X

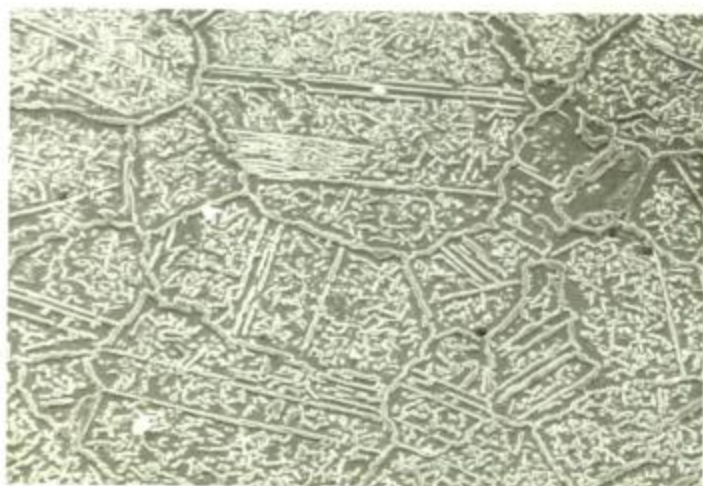


Figura II.12. Otra vista de precipitación intensa de carburos en granos de la misma muestra. Se observan precipitaciones sobre algunas maclas y grupos de distribuciones de carburos en forma de plaquetas o agujas.

Escala:



Magnificación: 800X

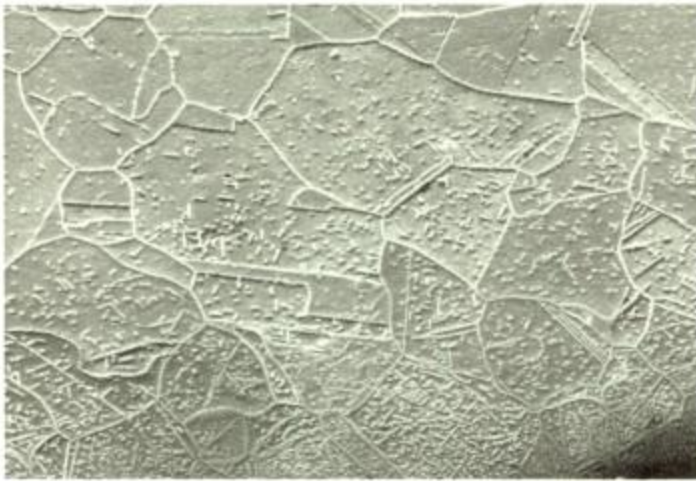


Figura II.13. Vista de la distribución de los precipitados carburos en una muestra de acero inoxidable AISI 310 solubilizado y carburizado 4 horas. Se observa mayor densidad cerca de la superficie de la muestra.

Escala:

┌──────────┐ 100μm

Magnificación: 380X



Figura II.14. Aspecto que presentan los carburos intragranulares en la misma muestra. Se ven pequeños carburos con forma cúbica y otros con forma de plaqueta. Se distinguen además, precipitados formados por la coalescencia de varios carburos.

Escala: ┌──────────┐ 20 μm

Magnificación: 1440X



Figura II.15. Imagen de los carburos intragranulares en una muestra de acero inoxidable 310 solubilizado y carburizado 8 horas, tomada con microscópio óptico. Se ve la forma cúbica de algunos precipitados, otros con forma de plaquetas y grupos donde han coalescido.

Magnificación: 50X

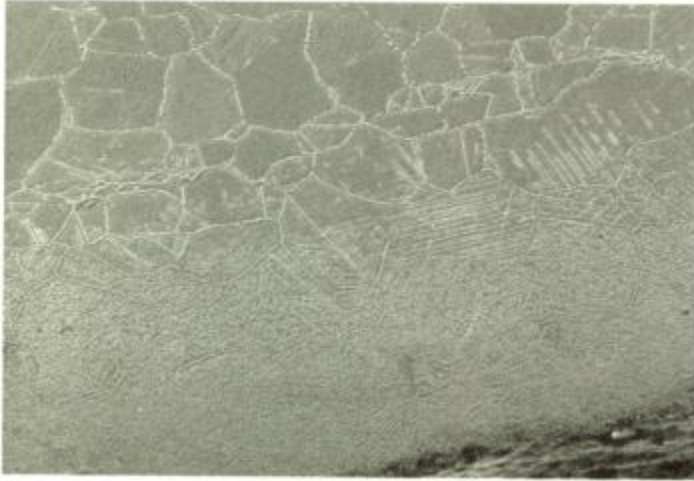


Figura II.16. Vista general de la carburización en una muestra de acero inoxidable AISI 347 tratada térmicamente durante 2 horas. Se observa una gran densidad de carburos intragranulares cerca del borde de la probeta y precipitación sólo en borde de grano hacia su interior.

Escala:

┌──────────┐ 100 μ m

Magnificación: 360X

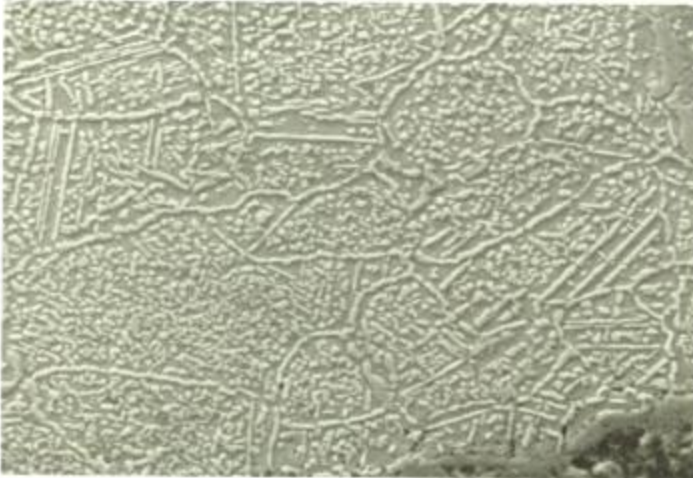


Figura II.17. Carburos en el interior de los granos y en sus límites en la misma muestra y muy cerca del borde. Se nota alta densidad de los mismos y precipitación sobre maclas.

Escala: ┌──────────┐ 20 μ m

Magnificación: 1440X



Figura II.18. Vista de la precipitación de los carburos en una región más interna de la misma muestra. Se nota el cambio en la densidad de los carburos precipitados hacia el interior de la probeta. Se destaca una importante concentración de carburos precipitados como plaquetas.

Escala: ┌──────────┐ 50 μ m

Magnificación: 720X

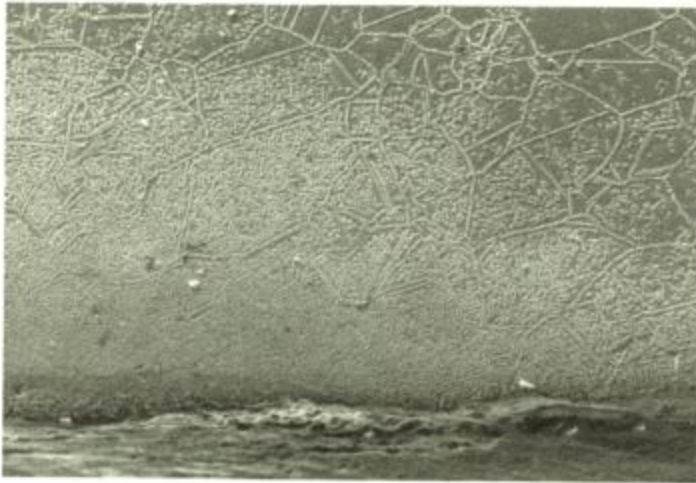


Figura II.19. Vista general de uno de los bordes carburizados de una muestra de acero inoxidable AISI 347 tratado durante 8 horas. Se nota la alta densidad de carburos precipitados dentro de los granos cerca de la superficie y su disminución hacia el interior de la misma.

Escala:  100 μm

Magnificación: 320X

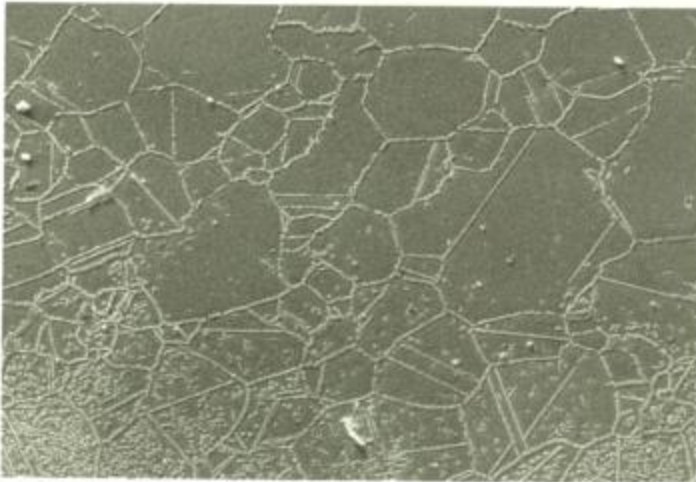


Figura II.20. Vista de una zona más interna correspondiente a la misma muestra. Se observa principalmente la precipitación en borde de grano.

Escala:  100 μm

Magnificación: 320X

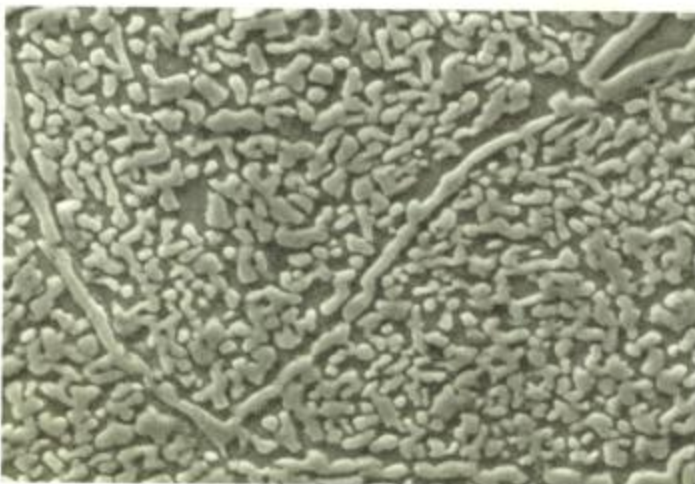


Figura II.21. Morfología de los carburos precipitados. Algunos coalescidos, por lo que el tamaño de los precipitados es grande. También, se destaca claramente la precipitación en los bordes de grano. Escala:

 20

μm

Magnificación: 2400X

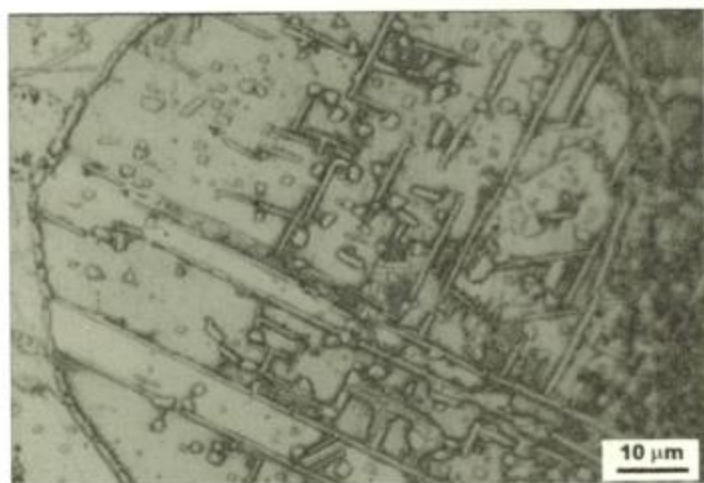


Figura II.22. Carburos en un grano de una muestra de acero inoxidable AISI 310 solubilizado y carburizado por 4 horas. Se distinguen carburos con forma cúbica y otros con forma de plaquetas. Se destaca la formación de un cordón con carburos que han precipitado en forma contigua. Micrografía tomada con microscopio óptico.
Magnificación: 50X

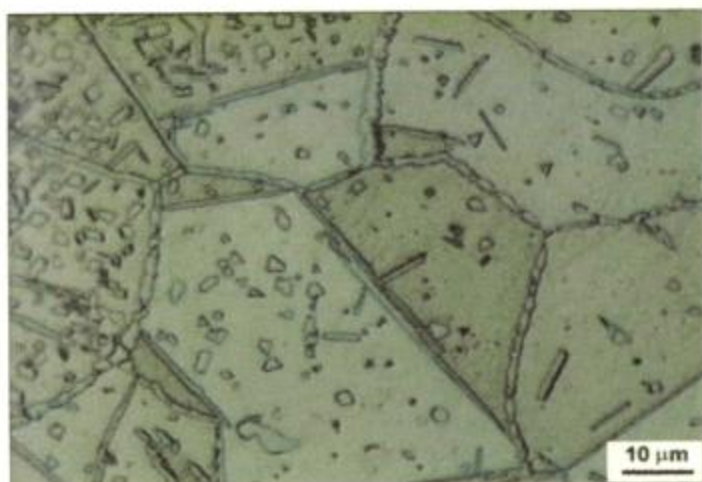


Figura II.23. Precipitación de carburos en granos de una muestra de acero inoxidable AISI 310 solubilizado y carburizado por 6 horas. Se ven las distintas morfologías de los carburos y cómo éstos se depositan sobre los límites de grano. Micrografía tomada con microscopio óptico.
Magnificación: 50X.

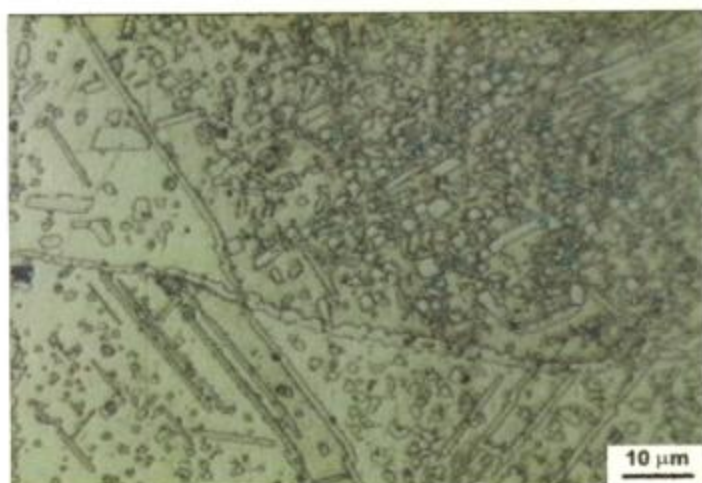


Figura II.24. Alta densidad intragranular de carburos en una muestra de acero inoxidable AISI 310 solubilizado y carburizado durante 8 horas. Se destacan diferentes morfologías de los precipitados y grupos de precipitados coalescidos. Micrografía a través de microscopio óptico.
Magnificación: 50X.

E2. Identificación de los carburos precipitados por Microanálisis Dispersivo en Energía (EDS)

Como se mencionó en la sección **D.3** se usó esta técnica para estudiar los elementos presentes en los precipitados de las muestras mientras éstas eran observadas a través del microscopio electrónico. Se obtuvieron EDS en algunos puntos particulares de las mismas para analizar cómo variaba el contenido de los principales aleantes (Fe, Cr, Ni) en distintas zonas de la muestra debido al ingreso de carbono. Así se obtuvieron los diagramas de energía con sus respectivos análisis semicuantitativos. A continuación se presentan estos resultados tomados sobre tres muestras diferentes: B10 (acero inoxidable AISI 304 carburizado por 8 horas), SA11 (acero inoxidable AISI 310 solubilizado y carburizado por 6 horas) y C5 (acero inoxidable AISI 347 solubilizado y carburizado por 8 horas).

Para cada una de estas probetas se estudiaron tres zonas, una muy cerca de la superficie, donde la densidad de los carburos era muy abundante (Región 1), otra sobre carburos precipitados y otra sobre la matriz del material lejos de la región con precipitados (Región 4).

En la Tabla II.3 se presentan los resultados de los análisis semicuantitativos realizados sobre las diferentes muestras. Una comparación con los resultados de los análisis químicos, Tabla II.1, permite observar que los contenidos de Cr y Ni en la Región 4 son muy cercanos a los de la matriz.

Los diagramas correspondientes pueden verse en las Figuras II.25 a II.33.

La Figura II.25 muestra el diagrama de energía para la muestra B10, tomado sobre una ventana muy cerca de la superficie (Región 1). Si bien el pico de energía para el elemento Fe es más alto que el del Cr, el análisis semicuantitativo demuestra que el porcentaje en peso del Cr es mayor que el correspondiente a la aleación, confirmando la presencia de los carburos de Cr.

En la Figura II.26 se presenta el diagrama tomado puntualmente sobre un carburo de esta misma muestra. Se observa la importancia del pico de Cr frente a los restantes elementos, lo que indica que el principal componente metálico de los carburos precipitados es el Cr.

La Figura II.27 ilustra un diagrama tomado sobre una ventana en la zona interna de la matriz de esta muestra (Región 4), donde no se aprecian carburos. Del análisis

semicuantitativo se ve que el porcentaje en peso del Cr es prácticamente el mismo de la aleación original, con lo cual el efecto de la carburización no ha llegado a esta zona de la muestra.

La Figura II.28 indica el diagrama de energías para una ventana tomada en la Región 1 de la muestra SA11. El pico del elemento Fe es más alto que el del Cr y el análisis semicuantitativo demuestra que la cantidad de Cr es algo menor que la correspondiente a la aleación sin tratamiento térmico, tal vez debido al hecho de que el mismo fue evaluado sobre una ventana en dicha Región, promediando también en la evaluación los lugares de la matriz donde no se depositaron carburos. El diagrama de la Figura II.29 destaca la importancia del pico del elemento Cr cuando la medición fue obtenida sobre un precipitado. Similar resultado indica el análisis semicuantitativo, en el que se observa un porcentaje en peso muy elevado para el Cr.

Otra vez, haciendo una medición en la Región 4, donde no han precipitado carburos, el porcentaje en peso del Cr es del orden del de la aleación. Esto puede observarse en la Figura II.30, que indica las energías relativas de los distintos elementos.

Para la muestra C5, una medición sobre uno de los carburos indica un importante contenido de Cr, revelando que este elemento es el principal componente de este compuesto, Figura II.31. En cambio, no se obtuvo ninguna evidencia de la presencia del elemento Nb, a través de esta técnica de análisis. En la Figura II.32 se ilustra un EDS realizado puntualmente sobre la matriz, pero en una zona con gran densidad de carburos precipitados (Región 1), para observar la decromización del material en ese sector adyacente a los carburos precipitados. En el análisis semicuantitativo correspondiente, se ve una importante disminución en el porcentaje en peso del Cr, evidenciando una migración de este elemento hacia los lugares donde se formaron los precipitados. Otro análisis se hizo sobre una ventana en la Región 4 (matriz interna) de la muestra, cuyo diagrama de energías se indica en la Figura II.33. Del análisis semicuantitativo se observa que el valor del Cr en esta región es muy cercano al original de la aleación.

Muestra	Región de	Elemento	% en peso	% atómico
B10	Región 1	CrK	22.35	23.71
		FeK	68.74	67.91
		NiK	8.91	8.37
	Carburo	CrK	42.19	44.04
		FeK	52.66	51.19
		NiK	5.15	4.76
	Región 4	CrK	16.09	17.17
		FeK	73.24	72.75
		NiK	10.66	10.07
SA11	Región 1	CrK	22.58	24.10
		FeK	56.49	56.12
		NiK	20.93	19.78
	Carburo	CrK	32.29	34.16
		FeK	49.98	49.23
		NiK	17.72	16.60
	Región 4	CrK	23.74	25.31
		FeK	56.02	55.59
		NiK	20.24	19.10
C5	Carburo	CrK	37.39	39.15
		FeK	58.87	57.39
		NiK	3.73	3.46
	Región 1 Matriz	CrK	8.32	8.92
		FeK	82.72	82.57
		NiK	8.96	8.51
	Región 4	CrK	17.14	18.26
		FeK	74.23	73.60
		NiK	8.63	8.14

Tabla II.3. Resultados de los análisis semicuantitativos de EDS.

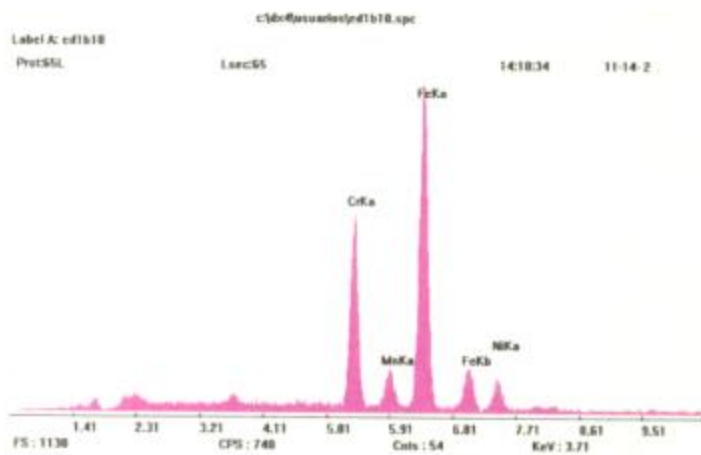


Figura II.25. Diagrama de energía EDS sobre la Región 1, obtenido para la muestra de acero inoxidable AISI 304 carburizada por 8 horas. Se observa un contenido de Cr más importante que el de la aleación original.

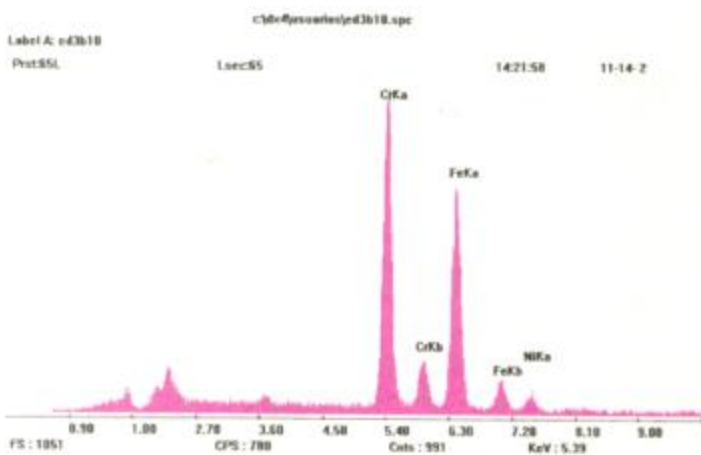


Figura II.26. EDS tomado sobre un carburo en la Región 1 de la misma muestra. Se destaca la altura del pico correspondiente al Cr frente al del Fe, lo que permite considerar al Cr como el principal componente de estos precipitados.

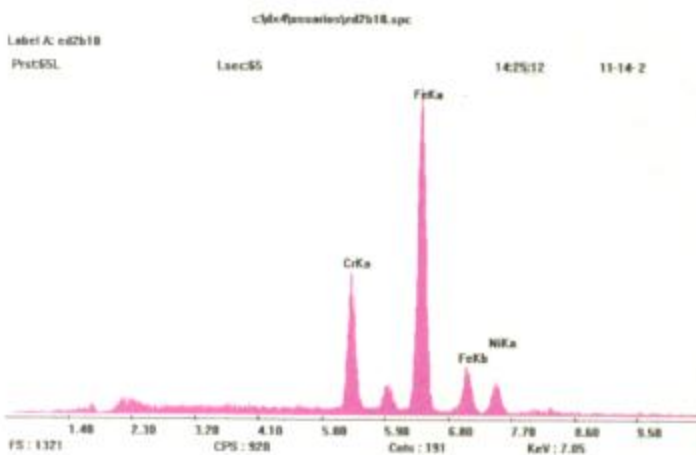


Figura II.27. EDS tomado sobre la Región 4 de la misma muestra. Se nota la disminución en altura del pico del Cr respecto de las figuras anteriores, para tomar un valor muy próximo al de la aleación sin tratamiento.

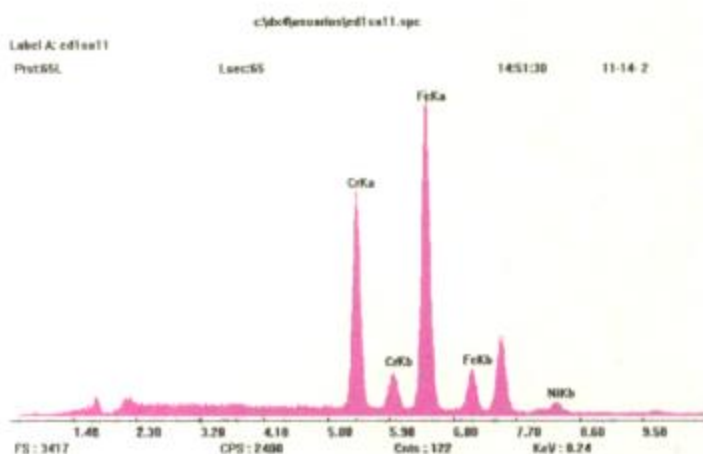


Figura II.28. Diagrama de energía EDS sobre la Región 1 de la muestra de acero inoxidable AISI 310 solubilizada y carburizada durante 6 horas. El contenido de Cr obtenido es muy cercano al de la aleación sin tratamiento.

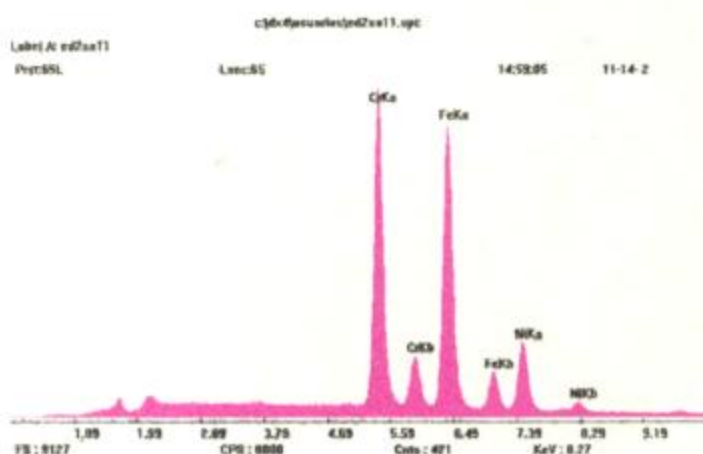


Figura II.29. EDS tomado sobre un carburo en la Región 1 de la misma muestra. Se observa la importancia del pico del Cr relativa al del Fe, indicando que este elemento es un componente esencial de los carburos.

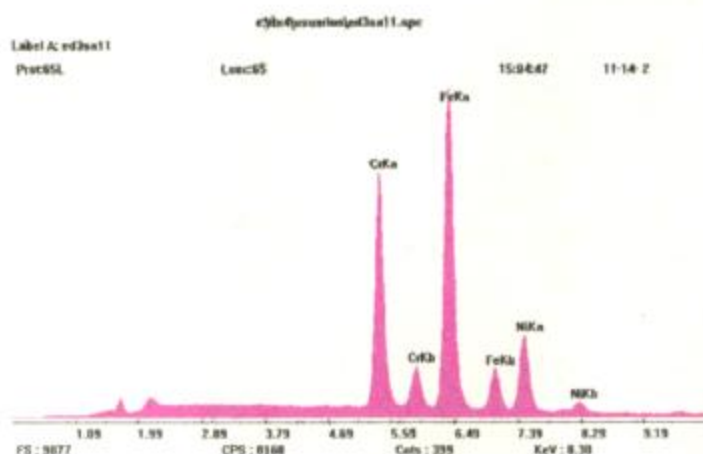


Figura II.30. EDS sobre la Región 4 de la misma muestra. Se nota un pico de Cr menor que el del Fe y un porcentaje en peso muy cercano al valor correspondiente de la aleación sin tratamiento térmico.

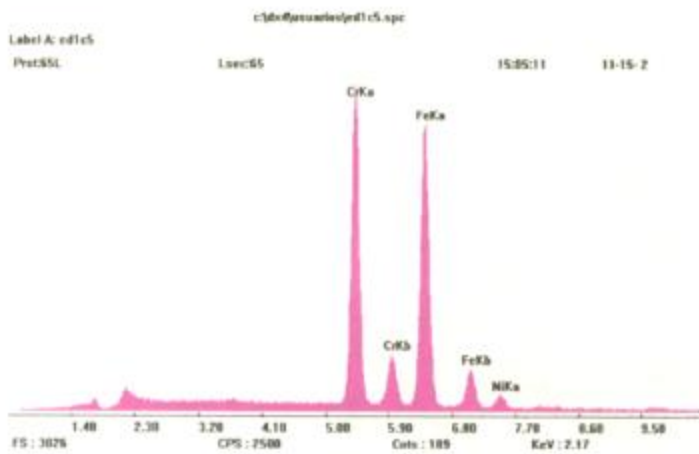


Figura II.31. Diagrama de energía EDS para la muestra de acero inoxidable AISI 347H solubilizada y carburizada durante 8 horas, tomada sobre un precipitado. Se destaca la importancia del pico del Cr relativa a la del Fe, evidenciando la composición de los carburos.

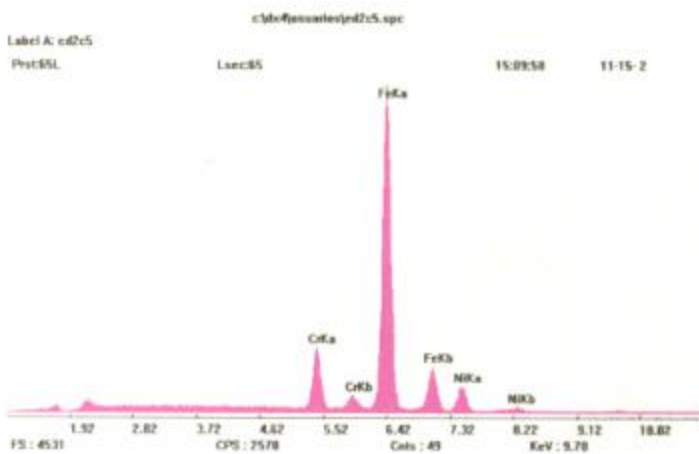


Figura II.32. EDS tomado puntualmente sobre la matriz en la Región I de la misma probeta. Tal región presenta gran densidad de carburos. Se nota que el pico de Cr disminuyó en forma significativa, demostrando una importante descromización en la matriz en las adyacencias de los precipitados.

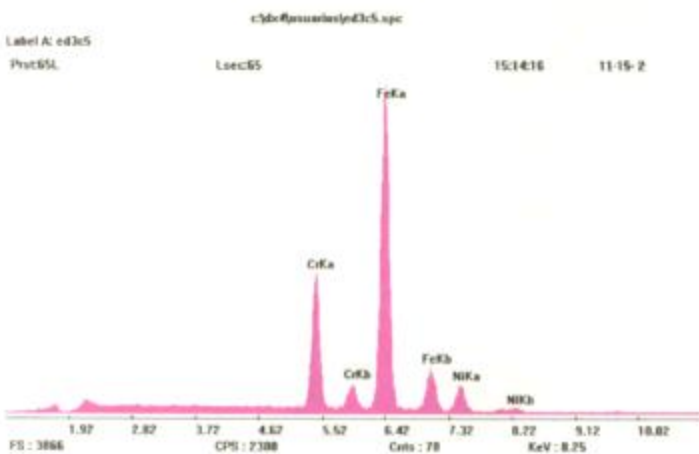


Figura II.33. EDS evaluado sobre la matriz en la Región 4 de la misma muestra. El pico de Cr es menor que el del Fe y el contenido en peso de este elemento es muy cercano al de la aleación sin tratar térmicamente, con lo cual se observa que el efecto de la carburización no está presente en esta zona.

E3. Medición de los espesores de las capas de carburos precipitados

Se midieron los espesores de las capas de precipitados utilizando un microscopio óptico Olympus BX60M con aumentos de 50X a 500X, al cual se le reemplazó uno de los oculares por uno con escala graduada. Se operó en modo monocular, con un ocular de 10X con escala graduada y un objetivo de 10X. Para calibrar la escala graduada del ocular se utilizó un patrón graduado que posee 100 divisiones, cada una a 0.010 mm. Observando el patrón graduado y haciendo coincidir dos líneas del mismo con dos líneas del ocular se encontró una relación de 10 μm por línea para el ocular. Se usó esta relación para efectuar todas las mediciones.

Así se pudieron obtener las medidas de los espesores en forma directa sobre la sección transversal al espesor de la capa.

Para cada una de las muestras se midió alrededor de 10 a 15 valores de espesor de las capas I y II. Estos valores fueron tomados sobre un corte de la sección transversal, perpendicular a las superficies carburizadas de las muestras. Luego, se calculó un promedio de tales valores, el que fue considerado para realizar el análisis de la tendencia del alcance del proceso de carburización en cada una de las muestras.

Los espesores promedios de las capas I y II calculados para los diferentes tiempos de tratamiento de carburización y para cada una de las muestras, se presentan en la Tabla II.4. En el Apéndice A se incluyen los espesores medidos sobre las muestras de acero inoxidable 304 con tratamientos térmicos repetidos para 2 y 3 horas.

Vale aclarar que en algunos casos no se observó una gran uniformidad en los espesores crecidos de las capas de carburos, tanto en ambas superficies de la muestra como en distintos sectores de una misma superficie. Esto podría deberse a que la muestra estuviera mal apoyada en algún sector del soporte que las sujetaba dentro del horno, o que ese sector estuviese cubierto con una capa de óxido más denso, situaciones ambas que hubiesen impedido la entrada del C.

En las aleaciones AISI 304 y 347 H claramente se pueden medir las dos capas I y II. Esto no ocurre con los aceros AISI 310 y 310 previamente solubilizado, ya que debido al ataque químico, los bordes de grano en toda la muestra quedaron revelados, con lo cual se hizo imposible distinguir ambas capas. En este último caso, sólo se presenta en la tabla el valor de espesor promedio correspondiente a la capa I. Hay que destacar que para la

muestra SA8 (AISI 310 solubilizado más 1 hora de carburización) no se observó capa alguna de carburos, en ninguna de las dos superficies. Prácticamente en todas las muestras de esta aleación solubilizada se pudo medir la capa carburizada en un sola de las superficies, ya que en la otra no se pudieron detectar carburos.

Tiempo TT (hs)	AISI 304		AISI 310	AISI 310 S	AISI 347 H	
	e_I (μm)	e_{II} (μm)	e_I (μm)	e_I (μm)	e_I (μm)	e_{II} (μm)
0	0	0	0	0	0	0
1.00 ± 0.08	97 ± 14	262 ± 10	90 ± 11	-	66 ± 17	177 ± 25
2.00 ± 0.08	224 ± 16	467 ± 28	152 ± 14	130 ± 16	197 ± 24	414 ± 32
3.00 ± 0.08	225 ± 14	479 ± 34	111 ± 23	-	-	-
4.00 ± 0.08	433 ± 73	736 ± 99	132 ± 17	239 ± 34	215 ± 34	514 ± 43
6.00 ± 0.08	484 ± 26	839 ± 77	162 ± 24	298 ± 39	290 ± 32	714 ± 53
8.00 ± 0.08	513 ± 63	874 ± 63	-	360 ± 32	280 ± 48	704 ± 86

Tabla II.4. Espesores de las capas I y II de carburos precipitados en las muestras de diferentes aceros austeníticos.

De la Tabla II.4 se nota un crecimiento en el espesor de ambas capas I y II con el aumento del tiempo del tratamiento de carburización. Se observa, en los casos de los aceros 304 y 347 H, que los espesores de la capa II son significativamente mayores que los correspondientes a la capa I, hecho que está de acuerdo con la mayor rapidez de la difusión del C por borde de grano. También puede notarse para el acero 304 que los cocientes relativos entre capa I y II (e_{II}/e_I) decrecen al incrementarse el tiempo de tratamiento de carburización. Este decrecimiento también se cumple para los espesores del acero 347 H pero en forma menos marcada.

También, se puede observar que para algunos espesores las desviaciones standard calculadas son mayores que el 12 %, lo cual verifica la dispersión entre los datos medidos sobre capas de carburos no uniformes.

Para observar la tendencia que siguen los espesores en función del tiempo de tratamiento termoquímico, se presentan a continuación distintos gráficos donde se comparan los comportamientos de las distintas aleaciones. Además, se ajustaron los puntos por una curva con el fin de estudiar si la cinética del proceso experimental realizado se

aproxima a la mencionada en la bibliografía. El ajuste se realizó utilizando el programa Origin 6.0 Professional. Partiendo de una función del tipo $x=at^b$, con exponente $b=0.5$ (función de la forma que sigue el crecimiento de la capa de carburos en la carburización o el óxido en la oxidación interna, ecuación (I.7)), se realizaron varias iteraciones hasta ajustar lo mejor posible a los puntos experimentales, permitiendo variar ambos parámetros a y b .

En las Figuras II.34 y II.35 se comparan las cinéticas seguidas por los aceros 304, 310 con y sin solubilización previa, y 347 H para los espesores de carburos intragranulares y en bordes de grano (capa I). Como se puede observar, la que más se aproxima a la tendencia parabólica es la del acero 347 H, siendo el exponente resultante del ajuste $b=0.48$. Para el acero 310 sin solubilización, los resultados están muy lejos del comportamiento parabólico, ya que no marcan una clara tendencia ascendente con el tiempo de carburización. Por otro lado, los aceros 304 y 310 solubilizado evidencian una cinética más rápida que la esperada, con exponentes cercanos a 0.7 como resultado del ajuste.

De todas maneras, es importante destacar que de acuerdo con los espesores de las capas de carburos medidas, el material que permite el menor ingreso de C, es decir que presenta los espesores de capas más angostos, es el acero 310. Luego, sigue el 347 H y el acero con mayor ingreso de C es el 304. Esto tiene relación directa con la resistencia a la carburización que presenta cada una de las aleaciones, discutida en el capítulo I.

En la Figura II.36 se puede notar el efecto de la solubilización sobre la aleación 310, que permitió obtener mayores espesores de capas de carburos y más diferenciados entre sí que en el caso no solubilizado. Al solubilizar a 1050 °C, los carburos de Cr se disuelven y el C pasa a estar en solución en la aleación. En estas condiciones, la difusión de C desde la atmósfera se hará en forma más fácil, ya que la distribución de C será homogénea en el metal y no existirán carburos capaces de entorpecer las trayectorias de la difusión del C en el metal.

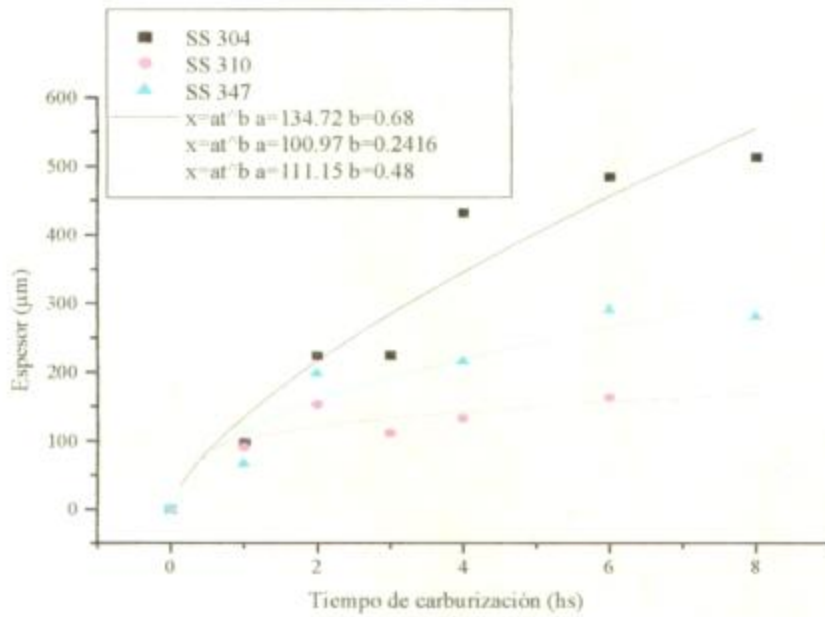


Figura II.34. Comparación de los espesores de la capa I de carburos precipitados en aceros AISI 304, 310 y 347 H.

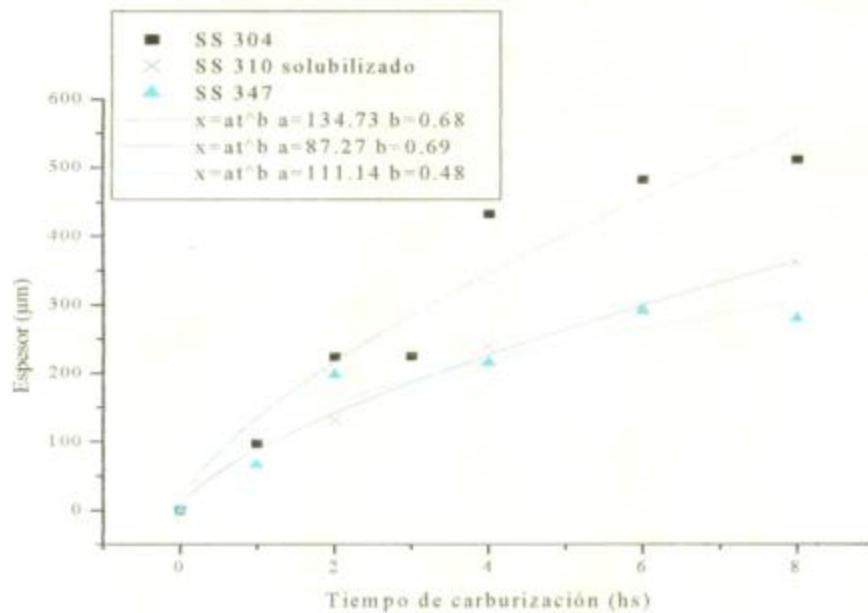


Figura II.35. Comparación de los espesores de la capa I de carburos precipitados en aceros AISI 304, 310 solubilizado y 347 H.

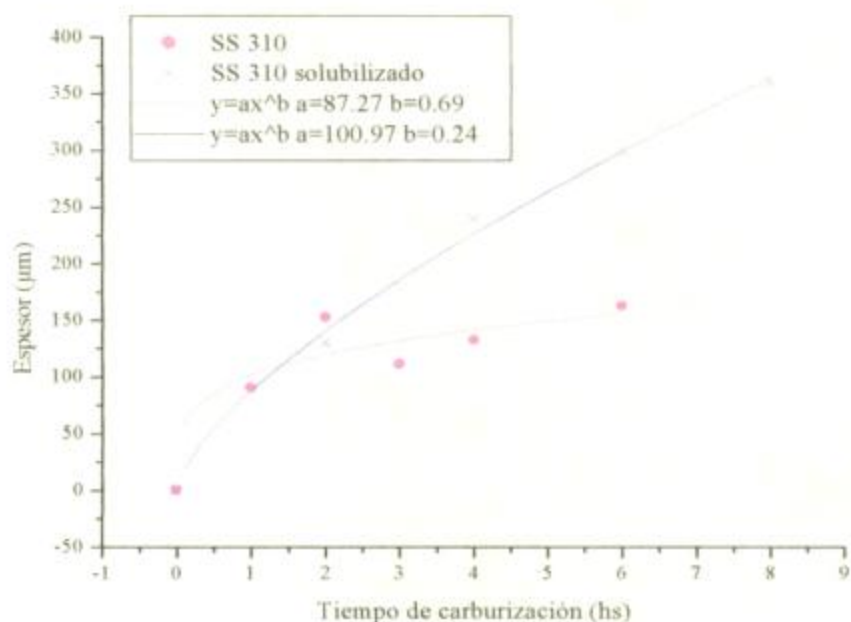


Figura II.36. Comparación de los espesores de la capa I de carburos precipitados en aceros AISI 310 y 310 solubilizado.

Para observar cómo es la tendencia de la difusión del C solamente por borde de grano en las muestras se calculó la diferencia de los espesores ($e_{II} - e_I$) para las muestras de aceros 304 y 347 H. En la Figura II.37 se ilustra esta tendencia. Se observa que el crecimiento de la diferencia ($e_{II} - e_I$) con el tiempo de carburización, conduce a exponentes, en un caso menor que el correspondiente a la capa I para el acero 304, y en el otro comparable a aquél para el acero 347 H.

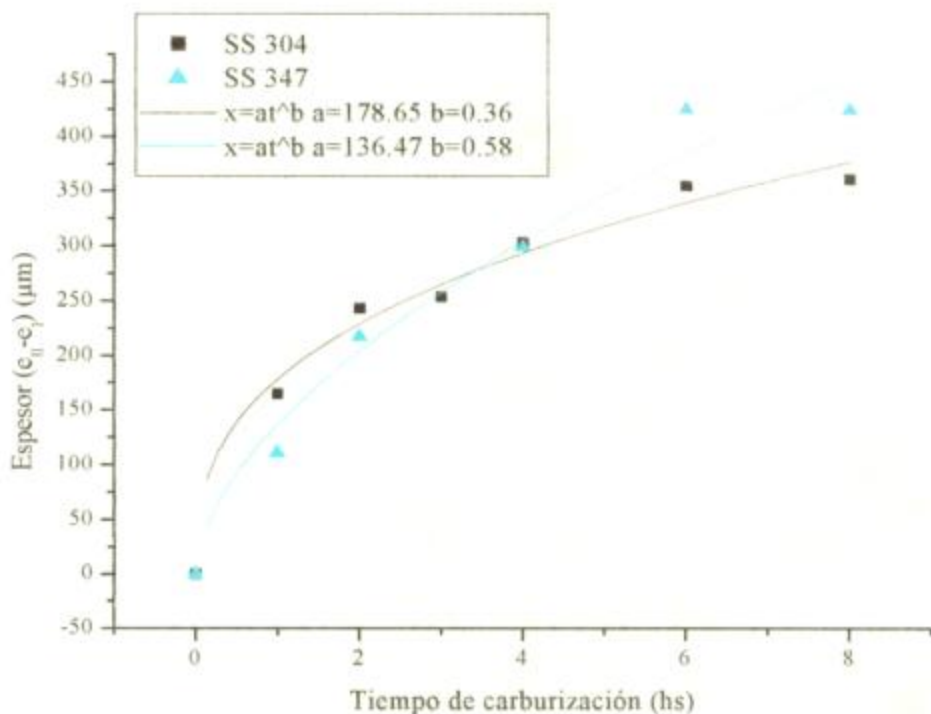


Figura II.37. Tendencias del espesor ($e_{II} - e_I$) para los aceros inoxidables 304 y 347

H

En este punto es importante aclarar que desde la perspectiva de los ensayos no destructivos se podría llegar a detectar a través de diferentes técnicas, solamente la presencia de la capa I, si bien para otras áreas de interés, como por ejemplo la de control de vida residual de componentes, puede ser muy interesante conocer hasta donde llega el daño de este tipo de corrosión en la matriz del material.

Luego de medir los espesores de las capas de carburos y de estudiar la cinética de su crecimiento, se graficó x^2 vs. t para cada una de las aleaciones involucradas. De la ecuación (I.7) se observa que el factor de proporcionalidad k' contiene al coeficiente de difusión del C en el material, acompañado de otros factores que fueron detallados anteriormente. El factor k' puede ser considerado como un coeficiente de difusión efectivo D_e^{ef} en volumen. Se distinguió entre difusión en volumen, siendo D_I^{ef} su coeficiente y difusión por borde de grano con $D_{(II-I)}^{ef}$ como su coeficiente.

Los puntos graficados se ajustaron por cuadrados mínimos, siendo el valor de la pendiente de la recta obtenida el coeficiente D_1^{ef} o $D_{(II-I)}^{ef}$. Los valores de los coeficientes de difusión en volumen fueron comparados entre sí y con valores de coeficientes de difusión del C en la austenita encontrados en la bibliografía. La Figura II.38 ilustra los coeficientes de difusión de la capa I para cada una de las aleaciones estudiadas. Se puede observar que los valores del coeficiente de difusión en volumen para las tres aleaciones son similares y están de acuerdo con los datos reportados en [31] para aleaciones austeníticas de similares composiciones a 950 °C. La Figura II.39 muestra que los coeficientes de difusión considerando la diferencia de los espesores de las capas I y II para los aceros 304 y 347 H son del orden de magnitud de los correspondientes a la capa I.

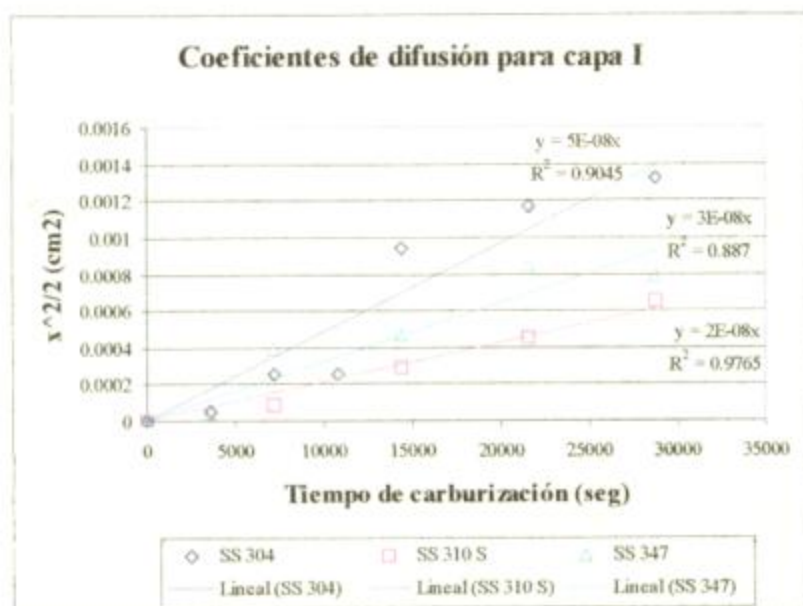


Figura II.38

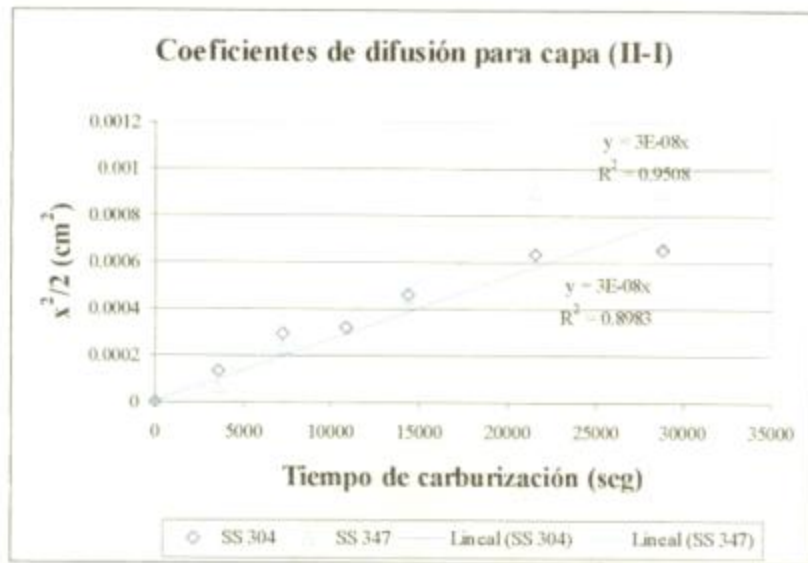


Figura II.39

Hay que destacar que las cinéticas de precipitación en volumen y en borde de grano son en principio diferentes, por cuanto los coeficientes de difusión, los mecanismos y defectos involucrados en las mismas son distintos. No obstante, para ambos puede obtenerse inclusive, una relación parabólica y con coeficientes de difusión del mismo orden.

E4. Mediciones de microdureza en las muestras carburizadas

A continuación se presentan algunos de los resultados obtenidos para los perfiles de microdureza medidos sobre muestras carburizadas. Como se expresó anteriormente, se tomaron 10 mediciones para cada muestra, con paso de 0.1 mm desde la superficie hasta 1 mm de profundidad. Se midió sobre las diferentes regiones con carburos precipitados hasta la matriz. Las Figuras II.40, II.41 y II.42 ilustran cómo es la variación de esta magnitud con el aumento de tratamiento térmico para las tres aleaciones estudiadas. Claramente, se nota un incremento de la dureza superficial al aumentar el tiempo de tratamiento de carburización. En especial para los aceros 347 H y 310 S esta tendencia puede discriminarse en forma más evidente. También se observa que la dureza disminuye hacia el interior de la muestra. Este decrecimiento es notorio hasta la profundidad donde los carburos precipitados desaparecen en cada una de las muestras, luego de lo cual el valor de

la dureza se mantiene aproximadamente constante y muy cercano a los valores de las muestras as-received y testigos.

En la bibliografía se encontró que la dureza de los aceros inoxidable utilizados en el desarrollo del presente trabajo está en el rango de 120 y 200 HV [25, 32].

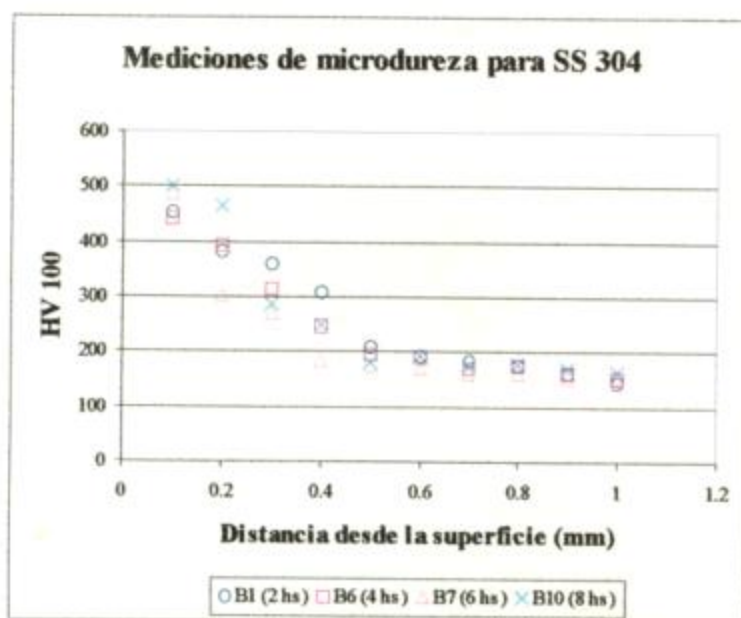


Figura II.40

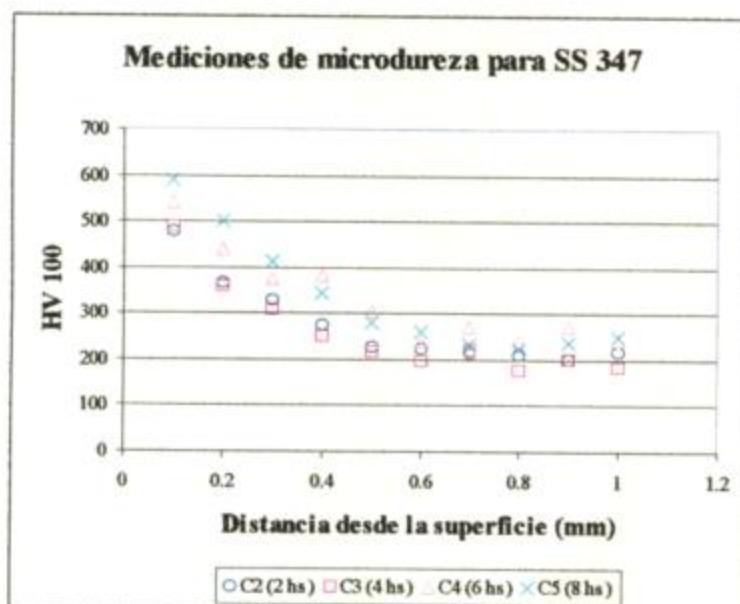


Figura II.41



Figura II.42

Para observar que el aumento de la dureza superficial fuese consecuencia sólo del tratamiento de carburización, se compararon los valores medidos de microdureza de las muestras carburizadas con las de los materiales as-received o tratados térmicamente sin atmósfera rica en C. De esta manera, se descartó cualquier efecto de incremento de dureza debida a la deformación por corte de las muestras para la preparación metalográfica o del proceso de trabajado mecánico de las placas de acero inoxidable o del tubo. De tal comparación, se puede notar que los valores medidos sobre las muestras B3 (as-received) son mayores en aproximadamente un 14 % que las correspondientes a B0, ya que esta última recibió un tratamiento térmico de recocido, el cual restituye su dureza y ductilidad. Así, B3 puede contener carburos precipitados como consecuencia del trabajado de la chapa adquirida, mientras que en B0, el tratamiento de recocido pudo disolverlos, con lo cual la dureza medida es menor.

Entre las muestras A3 y SA0 no se pueden notar diferencias en los valores de la dureza, ya que las mismas se encuentran dentro de la banda de errores calculados.

Las muestras AR y C0, pertenecientes a la aleación 347 H presentan una dureza mayor que la de los otros dos materiales, pero dentro del rango de los valores encontrados

en bibliografía para esta material [25, 32]. La diferencia entre los valores de dureza para AR y C0 solubilizada quedan comprendidas dentro de los márgenes de error calculados.

Vale destacar que las mediciones de microdureza para estas muestras se mantienen alrededor de un valor constante a lo largo del perfil, con variaciones acotadas dentro del margen de error calculado.

Las tablas de mediciones de dureza obtenidas pueden encontrarse en el Apéndice A.

E5. Análisis con microsonda electrónica

Sobre las muestras de los aceros estudiados expuestas a tratamientos de carburización por tiempos de 2, 4, 6 y 8 horas, se tomaron perfiles de los contenidos en peso y atómico de Cr, C, Ni y Nb, Fe determinado por diferencias. El recorrido de tales perfiles se realizó desde la superficie de la muestra hasta la matriz, donde no había presencia de carburos precipitados. De acuerdo al espesor de las capas I y II con carburos que presentaban las muestras, se midió sobre cantidades diferentes de puntos en cada una de ellas y con pasos entre los mismos elegidos según dicho criterio. Todos los perfiles comenzaron a 10 μm desde el borde de la muestra, según la precisión de la microsonda.

Para algunas muestras se tomaron además perfiles sobre unos pocos granos (1 a 3) en particular, con pasos de 1 μm entre los puntos medidos, de manera tal de barrer “en forma casi continua” la zona con precipitados. Los granos elegidos, en todos los casos, se encontraban dentro de la capa I, muy próximos a la superficie de la probeta y tenían una gran densidad de carburos en su interior.

A continuación se presentan algunos resultados en forma de gráficos de porcentaje en peso de los elementos aleantes y del C vs. la distancia desde la superficie de la muestra.

En las Figuras II.43, II.44 y II.45 se ilustran los perfiles de Cr, Ni, C y Fe (por diferencias) para las muestras de acero inoxidable AISI 304 carburizadas por tiempos de 2, 4 y 6 horas. Se puede notar que en las zonas muy cercanas a las superficies de las muestras, el contenido en peso de Cr es significativamente mayor que el nominal correspondiente al análisis químico del material (16.6 %), demostrando así una distribución diferente de este elemento respecto de la del material sin carburizar. Hacia la zona interna de la muestra los contenidos de Cr se estabilizan muy próximos al valor nominal para ese aleante, siendo este límite el lugar donde aproximadamente finaliza la capa I de carburos precipitados.

Comparando las tres figuras, se observa que para la muestra expuesta a carburización durante un periodo de tiempo más largo, el contenido en peso de Cr presenta mayor cantidad de picos intensos hacia el borde de la muestra. Esto indica que a mayor tiempo de tratamiento de carburización, la precipitación de carburos de Cr es más abundante. También, a partir de los gráficos se ve que el espesor de la zona con precipitados es más extenso para la muestra con tratamiento térmico más largo.

Además, se observa que en algunos puntos medidos el contenido en peso de Cr es menor que el nominal de la aleación. Entonces, puede considerarse que en estos puntos se ha producido un empobrecimiento local de Cr, elemento que migró para formar junto con el C difundido, los carburos precipitados en las zonas adyacentes a esta decromización.

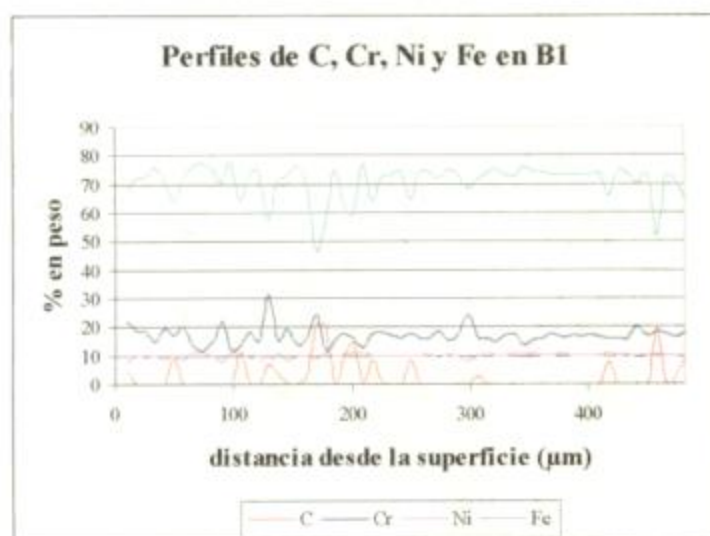


Figura II.43 - Perfiles de C, Cr, Ni y Fe en muestra de SS 304 expuesta a tratamiento de carburización por 2 hs.

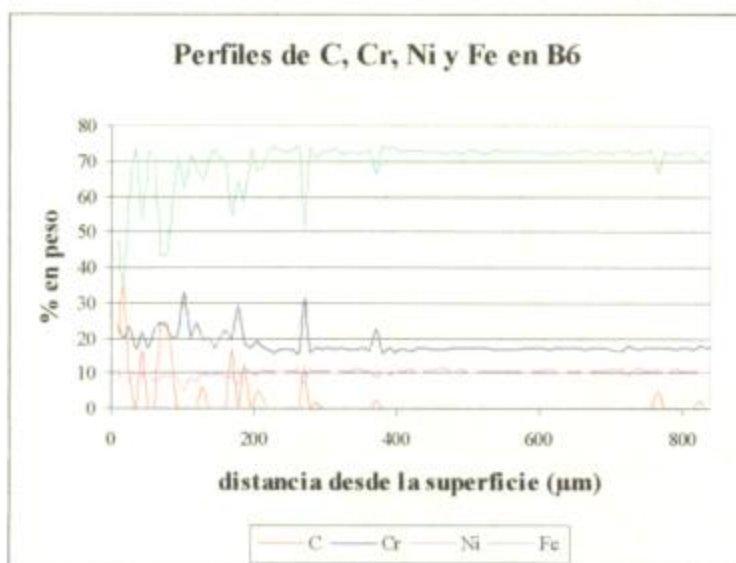


Figura II.44 – Perfiles de C, Cr, Ni y Fe en muestra de SS 304 expuesta a tratamiento de carburización por 4 hs.

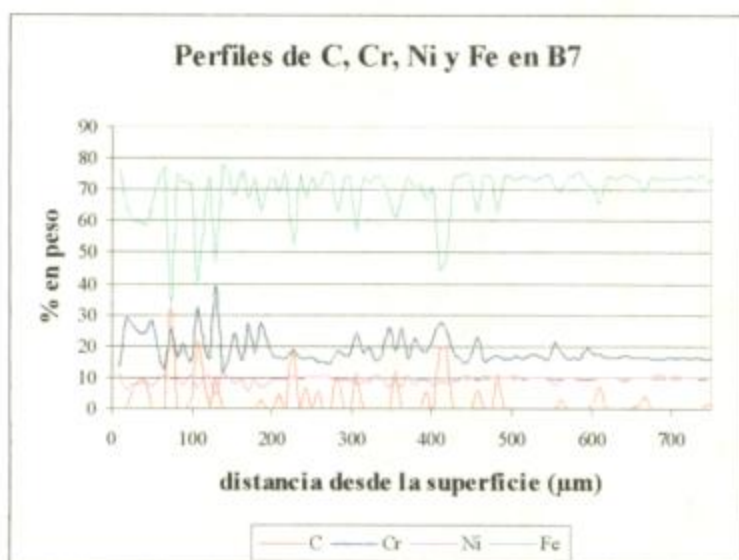


Figura II.45 - Perfiles de C, Cr, Ni y Fe en muestra de SS 304 expuesta a tratamiento de carburización por 6 hs.

También, los gráficos muestran que el contenido en peso de C medido es mucho mayor que el valor nominal de la aleación, demostrando que el ingreso de este elemento en el material es importante.

El contenido en peso de Ni se mantiene constante y muy próximo al valor nominal de la aleación, pero presenta empobrecimientos locales en algunos puntos, los cuales se hacen más evidentes para los tratamientos térmicos más largos.

Las Figuras II.46 y II.47 ilustran los perfiles evaluados en dos granos muy próximos a las superficies de estas muestras. La longitud barrida en los granos de la muestra B1 fue de 66 μm y para los de B6 de 110 μm . Las características enunciadas anteriormente se observan en forma más destacada.

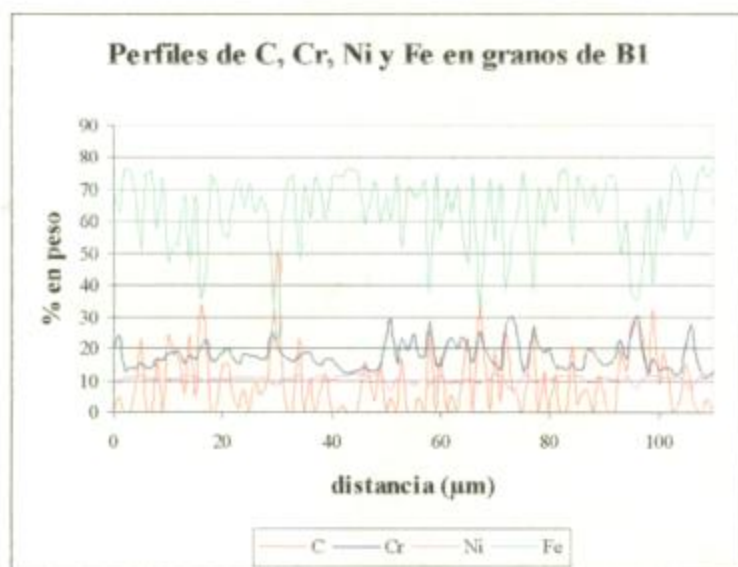


Figura II.46 – Perfiles de C, Cr, Ni y Fe en dos granos de una muestra de SS 304 expuesta a tratamiento de carburización por 2 hs.

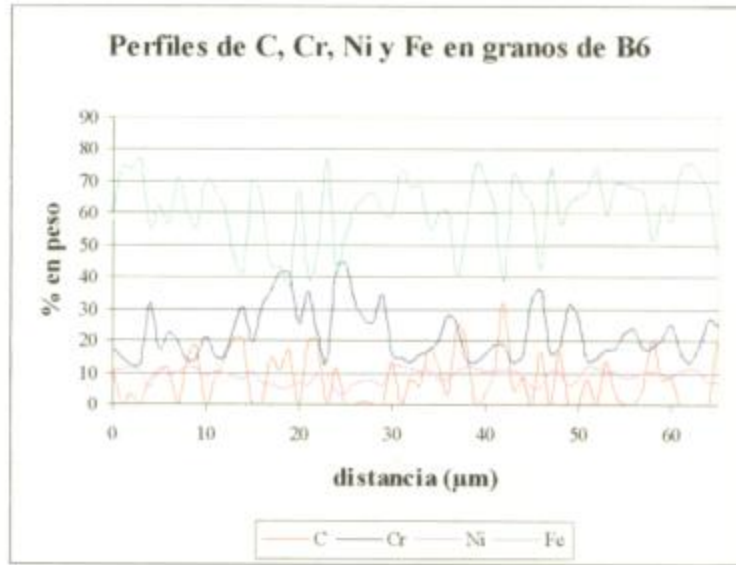


Figura II.47 - Perfiles de C, Cr, Ni y Fe en dos granos de una muestra de SS 304 expuesta a tratamiento de carburización por 4 hs.

En las Figuras II.48 y II.49 se muestran los perfiles resultantes para las muestras de acero inoxidable 310 solubilizada con tratamientos de carburización de 6 y 8 horas. Otra vez se evidencia que los contenidos de Cr y de C son mayores en las regiones subsuperficiales muy próximas al borde de la muestra. Tales valores en peso superan a los correspondientes propios de la aleación, demostrando una importante incorporación de C en el material y una redistribución del Cr dentro del mismo. Estos perfiles se toman constantes cerca de la distancia correspondiente a los espesores de la Capa I para la muestra de 6 horas de tratamiento, y con un valor muy próximo al correspondiente a la composición química de la aleación (23.4 % Cr y 0.04 % C). Para la muestra con 8 horas de carburización, se puede ver que la intensidad de los picos de C es mayor que la de los correspondientes a la muestra de 6 horas; evidenciando una mayor cantidad de C ingresado por difusión desde la atmósfera para el caso del tratamiento más extenso. Sin embargo, los contenidos de Cr y C se estabilizan antes (aprox. 100 μm) de la distancia correspondiente al espesor de la capa I.

Por otro lado, el contenido en peso de Ni presenta empobrecimientos locales en ciertos puntos medidos muy cercanos a la superficie para ambas probetas.

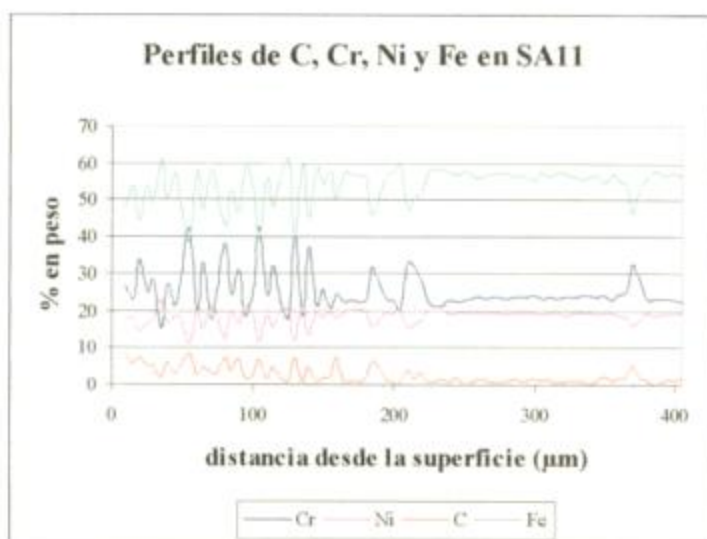


Figura II.48 - Perfiles de C, Cr, Ni y Fe en una muestra de SS 310 solubilizado expuesta a tratamiento de carburización por 6 hs.

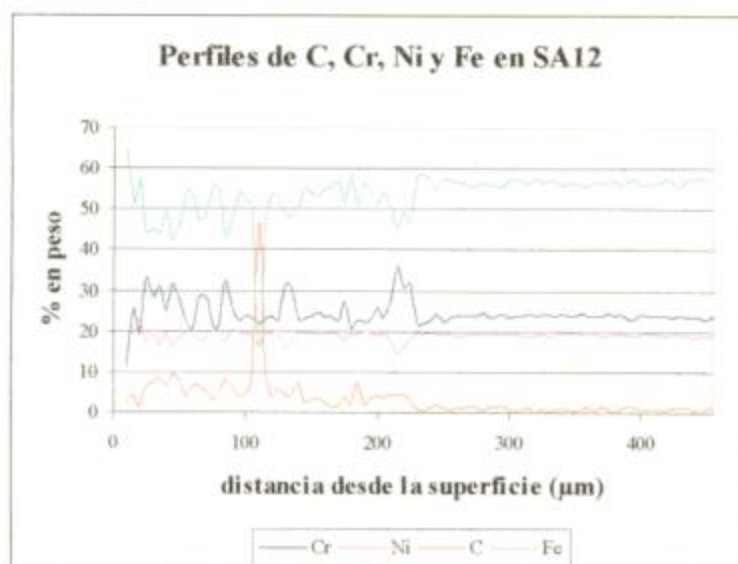


Figura II.49 - Perfiles de C, Cr, Ni y Fe en una muestra de SS 310 solubilizado expuesta a tratamiento de carburización por 8 hs.

La Figura II.50 es un perfil sobre tres granos de la muestra de acero 310 solubilizado y carburizada durante 8 horas. La longitud barrida fue de 153 μm con paso de 1 μm entre los puntos medidos. Estos resultados afirman las características destacadas anteriormente.

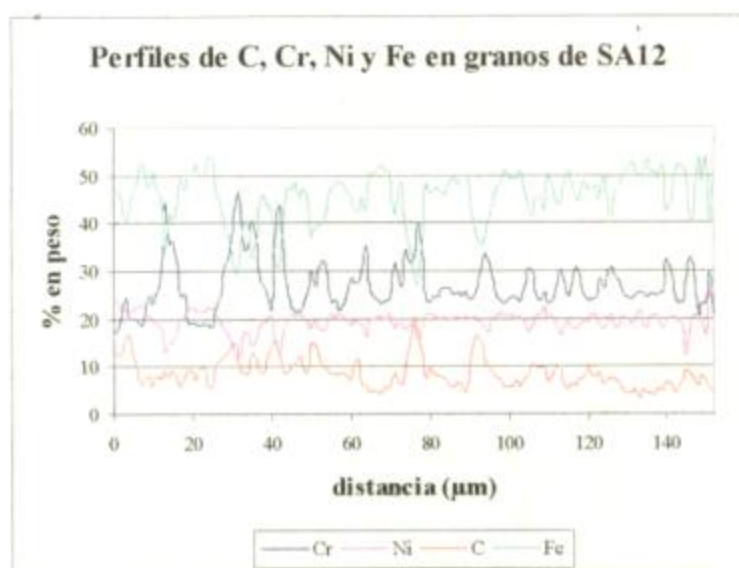


Figura II.50 - Perfiles de C, Cr, Ni y Fe en granos de una muestra de SS 310 solubilizado expuesta a tratamiento de carburización por 8 hs.

Las Figuras II.51, II.52 y II.53 muestran el incremento en el contenido de C ingresado a la muestra con el aumento de la duración del tratamiento térmico. También, puede verse una redistribución en el contenido de Cr cerca de la superficie de la probeta expuesta a la atmósfera carburizante y puntos con decromizaciones locales. Además, el contenido en peso de Ni presenta algunos empobrecimientos locales en puntos muy próximos al borde de la muestra, pero hacia el interior se mantiene en un valor levemente inferior al nominal de este elemento como aleante. No es significativo el contenido de Nb, evidenciado solamente con algunos picos de muy baja intensidad en los perfiles.

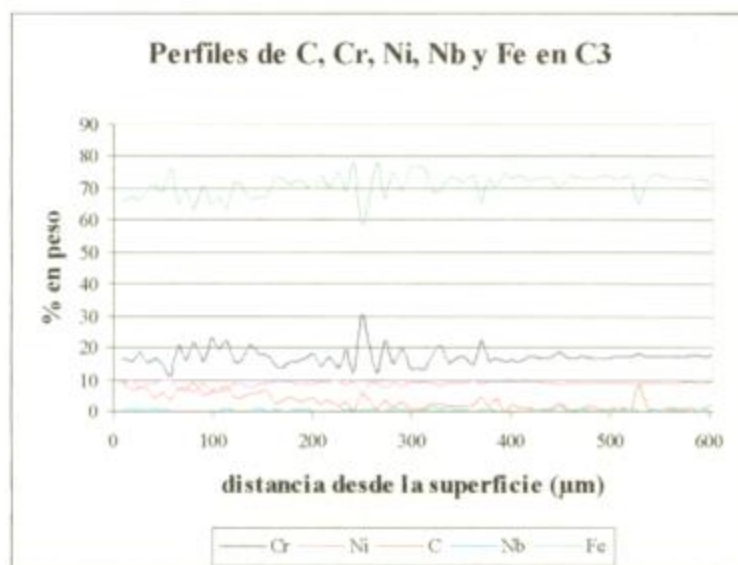


Figura II.51 - Perfiles de C, Cr, Ni, Nb y Fe en una muestra de SS 347 H expuesta a tratamiento de carburización por 4 hs.

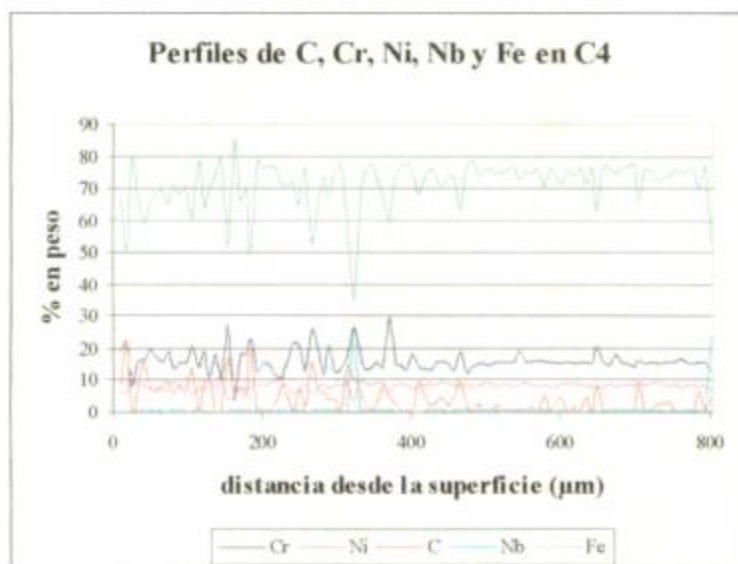


Figura II.52 - Perfiles de C, Cr, Ni, Nb y Fe en una muestra de SS 347 H expuesta a tratamiento de carburización por 6 hs.

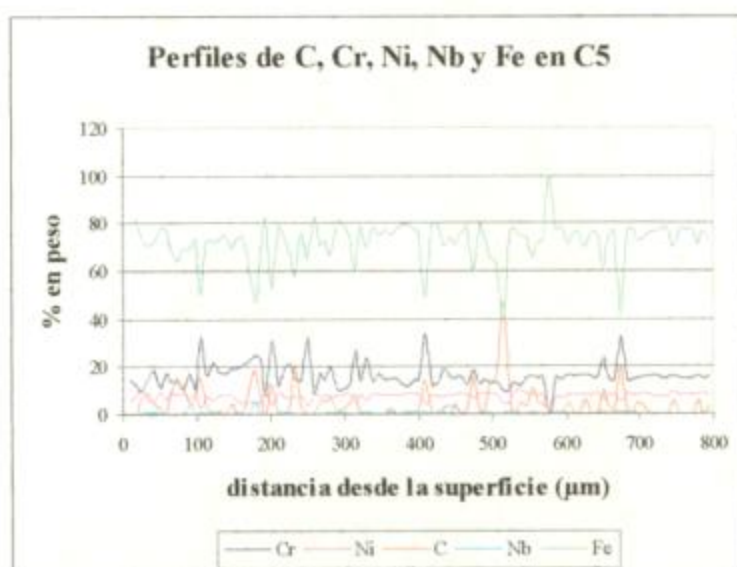


Figura II.53 - Perfiles de C, Cr, Ni, Nb y Fe en una muestra de SS 347 H expuesta a tratamiento de carburización por 8 hs.

Comparando muestras de las tres aleaciones para un mismo tiempo de tratamiento de carburización (6 horas), se puede observar de las Figuras II.45, II.48 y II.52 que el ingreso de C es aproximadamente similar para los aceros inoxidables 304 y 347 H, siendo estos valores notablemente mayores que el contenido de C difundido en el acero 310. Este hecho está de acuerdo con las diferentes resistencias al proceso de carburización que presentan las distintas aleaciones, lo que fue tratado en el Capítulo I y con los resultados de los espesores de las capas de carburos precipitados formadas en cada uno de estos aceros.

E6. Identificación de los carburos por difracción de Rayos X

Obtenidos los diagramas de Rayos X sobre las superficies de las muestras, se analizaron según lo mencionado en D.5 para determinar la presencia de aquellos carburos que según la bibliografía son característicos del proceso en estudio ($Cr_{23}C_6$, Cr_7C_3 , NbC).

A continuación se presentan los resultados del análisis de los diagramas obtenidos usando difractómetro con monocromador, con paso de 0.02° , velocidad de 15 segundos por paso y barridos entre $10^\circ \leq 2\theta \leq 80^\circ$. Las probetas estudiadas fueron las

expuestas a los tratamientos de carburización más largos: B7 (acero inoxidable AISI 304 carburizada durante 6 horas), SA11 (acero inoxidable AISI 310 solubilizado y carburizado durante 6 horas), SA12 (acero inoxidable AISI 310 solubilizado y carburizado durante 8 horas), C5 (acero inoxidable AISI 347 H solubilizado y carburizado por 8 horas). Se presentan los diagramas de difracción por rayos X obtenidos sobre la superficie previamente desbastada para eliminar los restos de óxido. En estos casos, el área irradiada de las probetas variaba entre 0.5 y 1 cm².

No se presentan los análisis de los otros diagramas mencionados en **D.5** ya que sus resultados no arrojaron la presencia de carburos. En este caso las superficies estudiadas fueron las mismas que las utilizadas para la caracterización metalográfica, con áreas entre 0.25 y 0.5 cm² y con los carburos precipitados en los bordes de la muestra. De esta manera, no fue posible detectar su presencia con esta técnica, ya que representaban una cantidad muy pequeña de partículas de segunda fase.

Para la probeta B7, se identificaron a través del análisis, los siguientes compuestos: la fase Fe γ del acero, y los carburos Fe₃C y Cr₂₃C₆, como lo muestra la Figura II.54.

Los picos de la fase mayoritaria están bien definidos y son muy intensos. En cambio, para las fases minoritarias, como en este caso de los carburos, los picos resultan anchos.

En el análisis de la probeta SA11 se ven identificados los picos correspondientes a la fase Fe γ y los carburos de Fe y de Cr: C₃Fe₇, Cr₂₃C₆ y CFe₃. En la parte central del diagrama, se ve un pico bien definido correspondiente al oro, elemento que se utilizó para observar la muestra en el MEB (Figura III.55) y que permaneció en la muestra.

Para la probeta SA12, los compuestos identificados fueron: la fase Fe γ , el carburo CFe₃, el óxido Fe₂O₃ y oro. En este caso, no fue posible detectar el carburo Cr₂₃C₆ mediante esta técnica (Figura II.56).

En el diagrama de la Figura II.57, correspondiente a la probeta C5, se identificaron los compuestos: claramente la fase Fe γ y los carburos CFe₃ y Cr₂₃C₆.

Vale destacar que esta identificación de los compuestos a través del análisis de los diagramas nos da en el caso de las fases minoritarias, una cierta probabilidad de que el compuesto se encuentre en la muestra. Esto sucede porque para la técnica resulta

difícil detectar compuestos muy pequeños o que están presentes en pequeñas proporciones en la muestra. El límite de detección es del orden de 1 % de fase.

Asimismo, se observa en algunos casos que los picos del diagrama no coinciden exactamente con los de los compuestos identificados, es decir que hay pequeños corrimientos debidos a variaciones del parámetro de red. Para muestras masivas, como es el caso que estudiamos, a veces estos parámetros de red de los compuestos se ven modificados debido a la textura del material.

Tal vez esta técnica se podría haber complementado mediante la extracción de réplicas y su análisis por microscopio electrónico de transmisión (TEM) [9], pero no se realizó debido a la extensión del trabajo y el tiempo límite dispuesto para su desarrollo.

Con la presentación de todos estos resultados finaliza la caracterización microestructural que se efectuó en las muestras de los tres tipos de aceros inoxidable estudiados.

En el próximo capítulo se intentará detectar a través de ensayos no destructivos las modificaciones observadas en las muestras, descriptas en la presente caracterización.

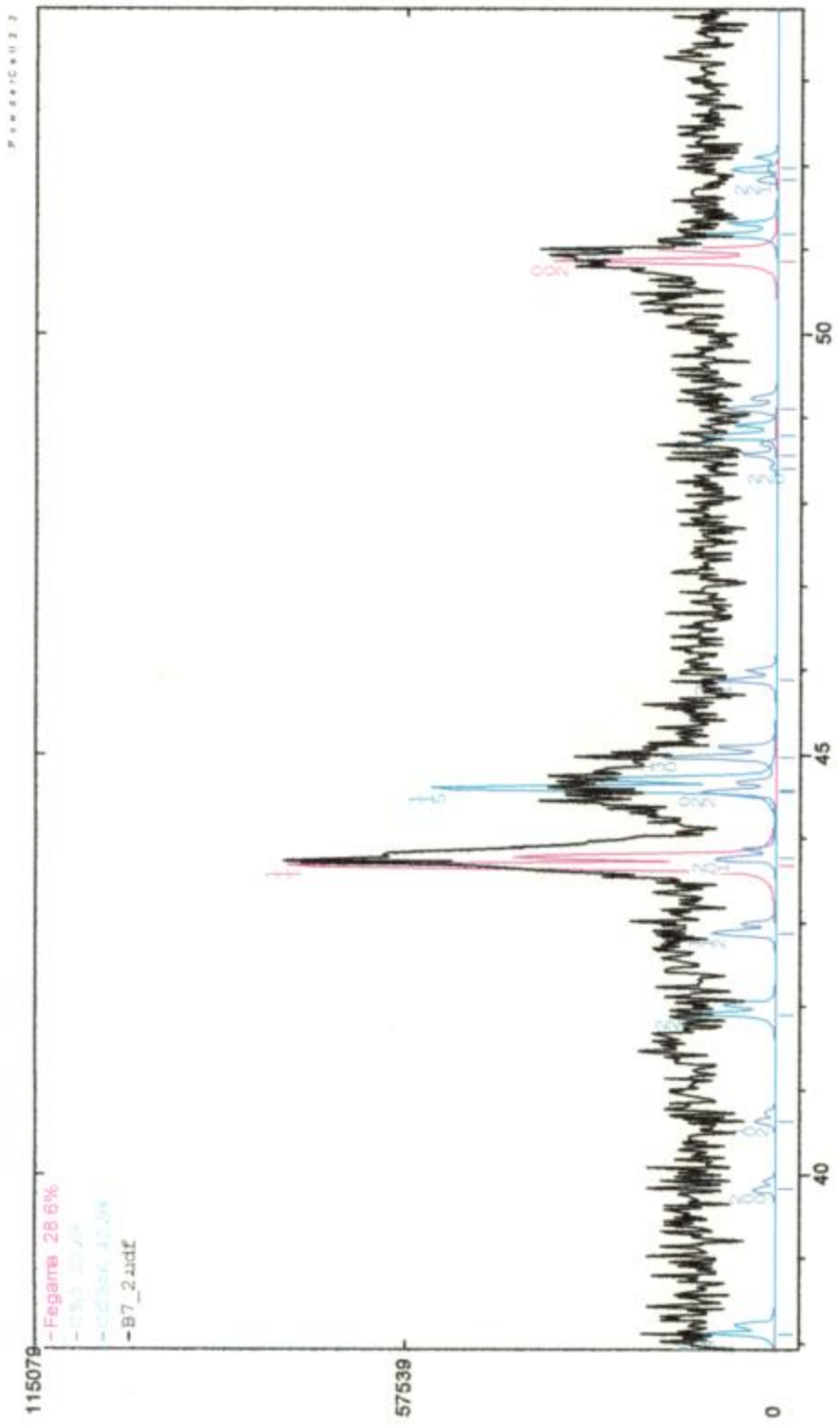


Figura II.54. Identificación de los picos del diagrama de Rx para la muestra B7 (acero inoxidable AISI 304 carburizada por 6 horas)

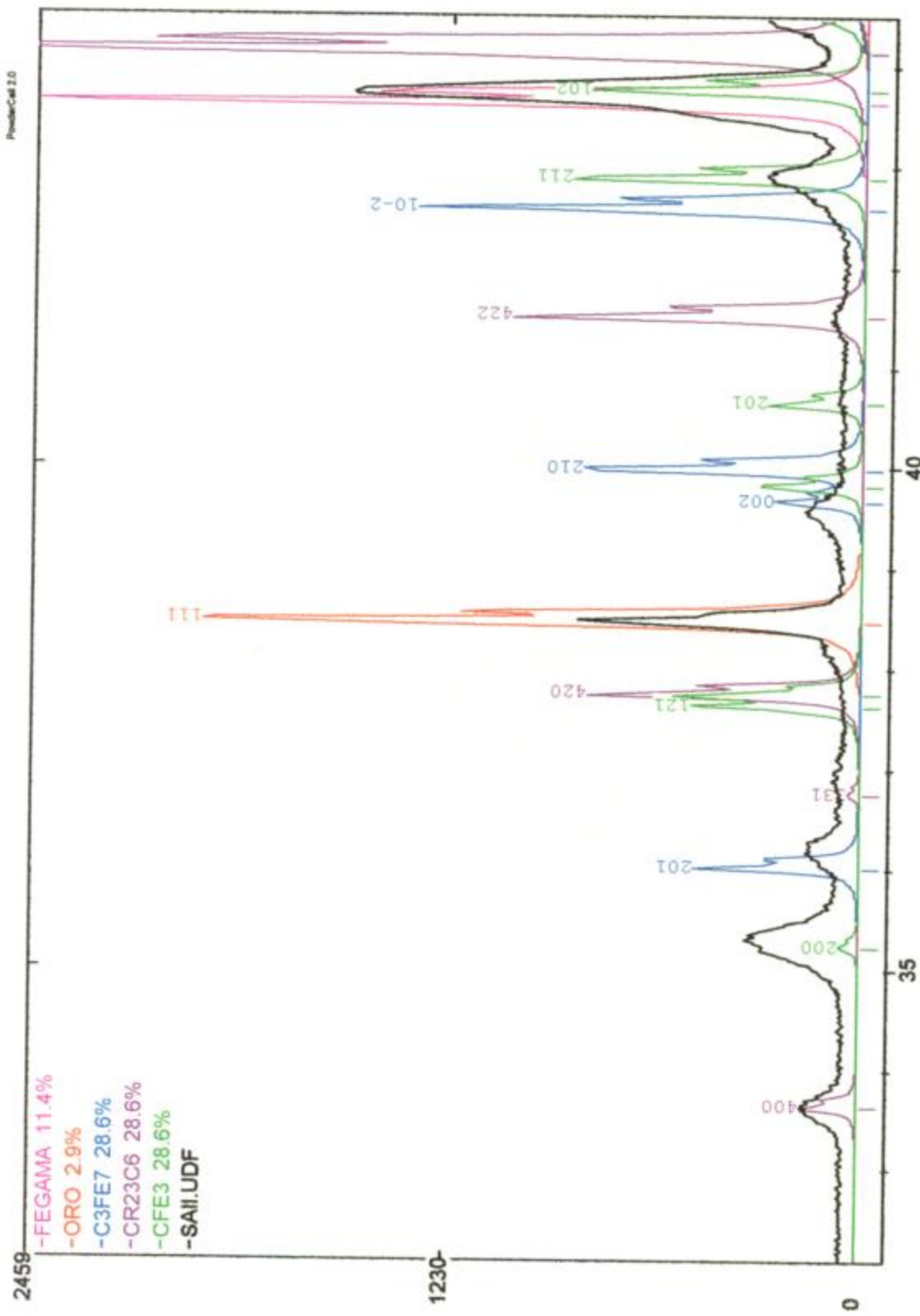


Figura II.55. Identificación de los picos del diagrama de Rx para la muestra SAI1 (acero inoxidable AISI 310 solubilizado y carburizado por 6 horas)

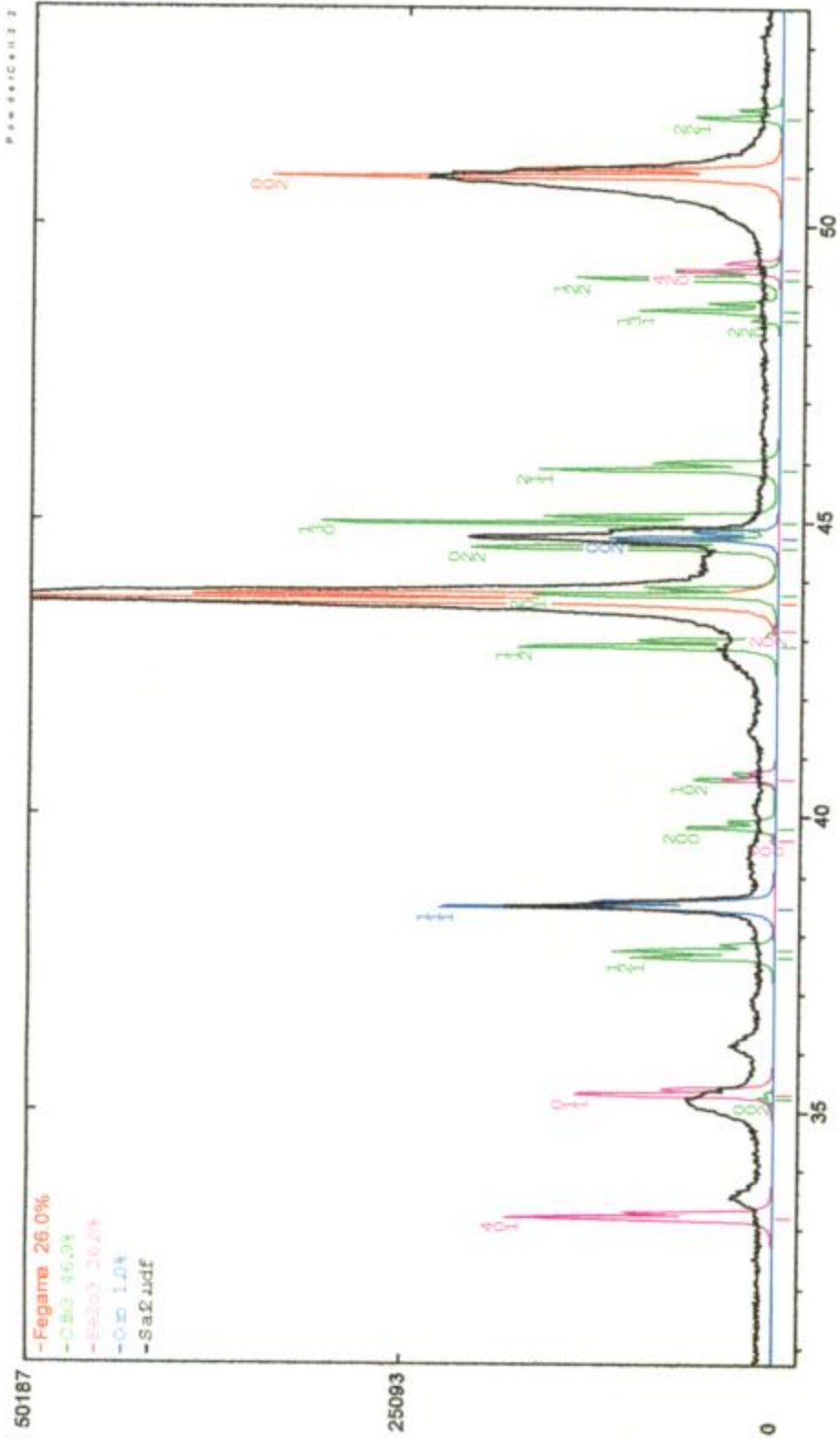


Figura II.56. Identificación de los picos del diagrama de Rx para la muestra SA12 (acero inoxidable AISI 310 solubilizado y carburizado por 8 horas)

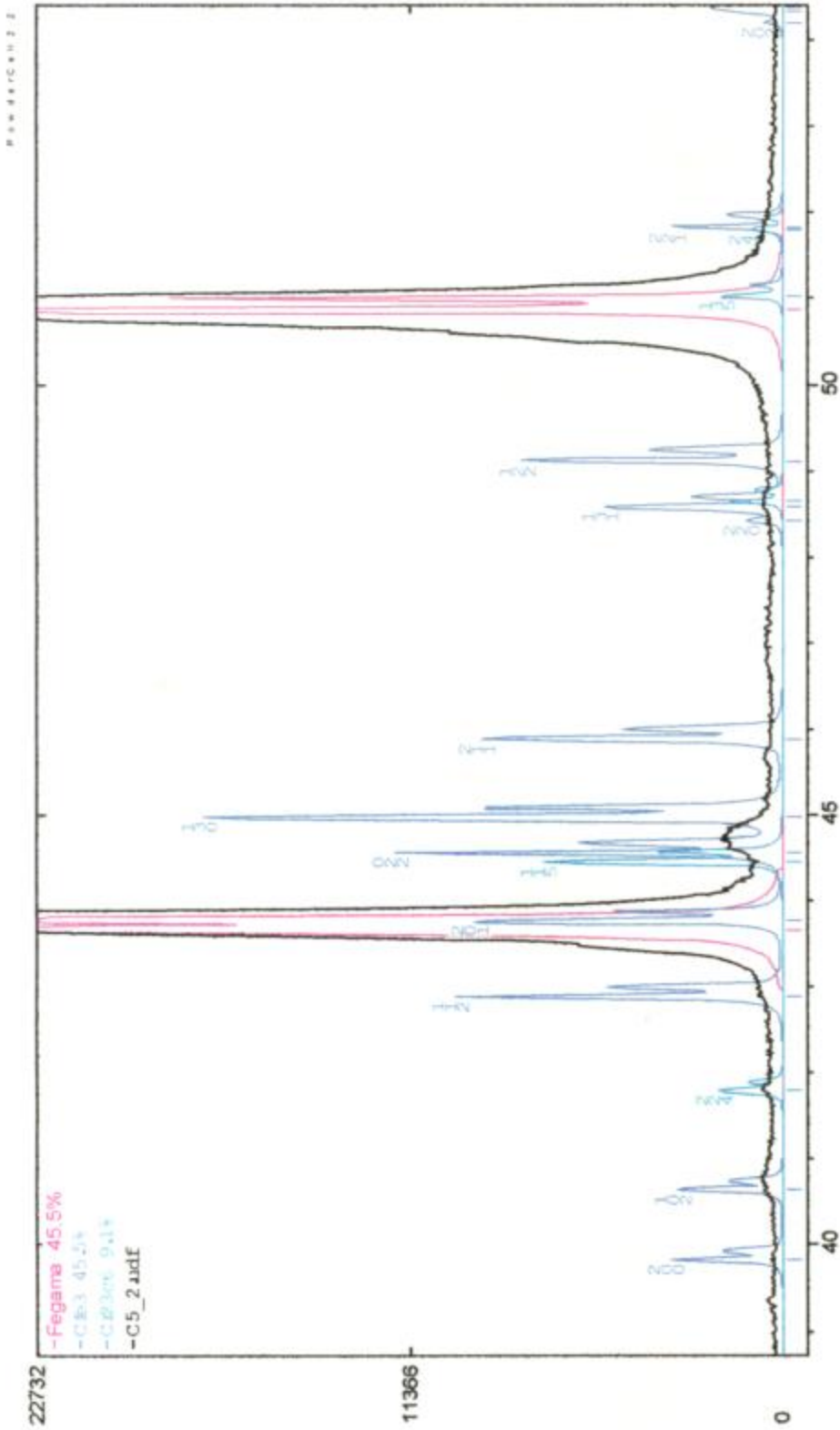


Figura II.57. Identificación de los picos del diagrama de Rx para la muestra C5 (acero inoxidable AISI 347 H solubilizado y carburizado por 8 horas)

CAPITULO III

DESARROLLO EXPERIMENTAL DE LA CARACTERIZACION NO DESTRUCTIVA

A. IMPORTANCIA DE LA CARACTERIZACIÓN NO DESTRUCTIVA

Los ensayos no destructivos utilizan una amplia variedad de métodos basados en diferentes principios físicos, para la detección de defectos, medición de propiedades mecánicas y físicas, o para estudiar el estado de los materiales, componentes o estructuras. Éstos permiten efectuar la detección de fallas durante el servicio y la determinación de la vida remanente de los componentes o de la planta. Así, tales ensayos se consideran como una herramienta sumamente valiosa para el estudio de la degradación de los componentes, permitiendo dar en algunas oportunidades estimaciones cuantitativas de la vida remanente de los mismos [33]. La degradación de los materiales en servicio puede manifestarse a través de diferentes modificaciones: i) cambios microestructurales que producen variaciones en el comportamiento frente a la corrosión o mecánico, afectando las propiedades del material; ii) cambios microestructurales que generan la formación de microfisuras; iii) crecimiento de las microfisuras que evolucionan a macrofisuras que provocan la falla en el componente. Los ensayos no destructivos pueden ser clasificados como: a) ensayos para detección y caracterización de defectos en la forma de discontinuidades físicas, entre las cuales las fisuras son consideradas las más dañinas; b) ensayos para caracterización de materiales, que estudian la microestructura, determinan las propiedades mecánicas y estiman las condiciones del material para la resistencia a la corrosión. Todas las manifestaciones de las degradaciones del material son importantes para estimar la vida remanente del componente.

En el caso del presente trabajo, la degradación del material se manifiesta por la precipitación de los carburos de Cr en la matriz de los diferentes tipos de aceros inoxidable estudiados, como resultado de la carburización a la que fueron expuestos. Los cambios microestructurales y de la composición química que tienen lugar durante la carburización

fueron descriptos y discutidos en los capítulos I y II. En el presente capítulo veremos si estas modificaciones afectan variables involucradas en diferentes métodos de ensayos no destructivos, con el objetivo de determinar un procedimiento que permita evaluar este tipo de degradación en forma no destructiva.

Para estudiar si la carburización producida en las diferentes muestras preparadas podría ser detectada, se realizaron distintos ensayos no destructivos. Una breve secuencia de los mismos se presenta a continuación.

Como se ha mencionado en el Capítulo I, las modificaciones en la composición química de la matriz podrían provocar un comportamiento ferromagnético en ésta. Entre las técnicas no destructivas, utilizaremos entonces aquéllas que sean capaces de detectar posibles cambios en la permeabilidad magnética y en la resistividad eléctrica, como por ejemplo las corrientes inducidas (c.i.).

En principio se midió la resistividad eléctrica de cada una de las probetas tratadas para ver si esta magnitud variaba debido a la presencia de carburos. Tales ensayos se realizaron con dos equipos comerciales diferentes de corrientes inducidas, el MIZ-22 y el ECT-MAD8D, usados en distintas configuraciones.

Se hicieron también mediciones utilizando otras técnicas específicas no disponibles en nuestro laboratorio. Las mismas se realizaron durante una estadía en el Instituto Fraunhofer de END (IZFP), Saarbrücken, Alemania, utilizando equipos desarrollados en esa institución como el 3MA Analyzer y el Barkhausen Noise and Eddy Current Microscope (BEMI).

Se construyó también en el laboratorio un circuito magnético basado en la variación de reluctancia.

A continuación se presentarán todas las mediciones realizadas con las diferentes técnicas y equipos utilizados, como así también se expondrán brevemente algunos conceptos básicos del equipo construido.

B. MEDICIONES DE LA RESISTIVIDAD ELÉCTRICA UTILIZANDO LA TÉCNICA DE CORRIENTES INDUCIDAS.

Se presenta una breve discusión teórica del problema electromagnético de las c.i.:

La ecuación para el flujo de corrientes inducidas en un material conductor en las proximidades de un campo magnético variable, que se deduce a partir de las ecuaciones de Maxwell, es [34]:

$$\nabla^2 J = \sigma\mu \frac{\partial J}{\partial t} \quad (\text{III.1})$$

siendo J la densidad de corriente, σ la conductividad, μ la permeabilidad magnética.

Para un conductor de espesor grueso (que puede ser considerado como semi-infinito) la solución a tal expresión para una geometría cartesiana y una excitación armónica es:

$$\frac{J_x}{J_0} = e^{-\beta x} \text{sen}(\omega t - \beta x) \quad (\text{III.2})$$

donde J_x/J_0 es la relación entre la densidad de corrientes inducidas J_x a la profundidad x y la densidad superficial J_0 , β está dada por x/δ , con

$$\delta = (\pi f \mu \sigma)^{-1/2} \quad (\text{III.3})$$

que se define como la profundidad de penetración standard.

La ecuación (III.2) puede separarse en dos factores:

$$\frac{J_x}{J_0} \propto e^{-\frac{x}{\delta}} \quad (\text{III.4})$$

expresión que describe el decrecimiento exponencial en la densidad de corriente con la profundidad, y

$$\frac{J_x}{J_0} \propto \text{sen}\left(\omega t - \frac{x}{\delta}\right) \quad (\text{III.5})$$

que denota la variación temporal y el corrimiento de fase de la señal sinusoidal con la profundidad.

La sensibilidad de la técnica de corrientes inducidas depende de la densidad y distribución de corriente en la zona donde se localiza el defecto o la propiedad del material

que se quiere medir. Como indica (III.4), la densidad J_x decrece rápidamente con la profundidad. Por ejemplo, a δ , $J_\delta = \frac{J_0}{e}$, a 2δ , la densidad decrece a $(1/e)^2$ o 13.5 % de la densidad superficial, y a 3δ es menor que el 5 % de la densidad superficial [34].

Como acabamos de discutir, las corrientes inducidas en un conductor debidas a un campo magnético variable se concentran cerca de la superficie adyacente a la bobina de excitación. La profundidad de penetración decrece con la frecuencia del ensayo y es una función de la conductividad eléctrica y de la permeabilidad magnética del material. A este fenómeno se lo denomina “*efecto pelicular*”. Las corrientes inducidas que circulan en el material en estudio a cualquier profundidad producen campos magnéticos los cuales se oponen al campo primario, y entonces el flujo magnético neto se reduce causando una disminución en el flujo de corriente a medida que la profundidad se incrementa.

La conductividad puede medirse en pequeñas áreas localizadas o bien considerando un gran volumen del material para determinar su valor en volumen. El volumen del material involucrado en cada ensayo depende del tamaño de la sonda y de la frecuencia de la corriente de excitación. Para las mediciones en volumen se debe usar una sonda de dimensiones importantes y una baja frecuencia de ensayo para maximizar la penetración.

La medición de conductividad por corrientes inducidas es una técnica comparativa, ya que son necesarias muestras de referencia o patrón de conductividad conocida para la calibración del instrumento. En este trabajo se usó un caja de muestras de referencia Zetec Ser 520 del 26/03/96 con 5 muestras, las cuales abarcan todo el rango de conductividades de los metales. En la Tabla III.1 se detallan los valores de conductividad en % IACS de las mismas.

	Patrón 5	Patrón 4	Patrón 3	Patrón 2	Patrón 1
Conductividad (%IACS)	0.9536	3.502	9.296	29.91	100.57

Tabla III.1. Conductividades en % IACS de las muestras referencia.

Las variables que pueden afectar la exactitud de la medida de esta propiedad física son el lift-off (distancia entre la sonda y la superficie de la probeta), la temperatura y los cambios en el flujo de las corrientes inducidas en la probeta debidos a la presencia de fisuras, al espesor de la muestra o a la geometría de su superficie.

En particular, para que el espesor de la muestra (t) no altere la medición de conductividad, aquél debería ser mayor o igual que 2.6δ [35], es decir:

$$t \geq 2.6\delta \quad (\text{III.6})$$

Por otro lado, debido al efecto de borde, se necesita que la superficie del material a ensayar sea por lo menos 1.75 cm^2 . Además, por esta misma razón es aconsejable ubicar la sonda a no menos de 3.2 mm del borde de la probeta, dependiendo de otras variables tales como el diámetro de la bobina y la frecuencia del ensayo [34].

B1. Medición de la resistividad utilizando el equipo Miz 22.

Para esta parte de la caracterización del material preparado se utilizó un equipo comercial portátil "Miz 22 Eddy Current Tester" diseñado para la detección de defectos, medición de espesores de recubrimientos y de conductividad en materiales eléctricamente conductores. Las características del instrumento proveen muy buena sensibilidad y estabilidad en el procesamiento de la señal [36]. Esta unidad permite trabajar en un amplio rango de frecuencias entre 50 Hz y 2 MHz. En particular, posee funciones especiales como la medición digital de la conductividad del material que se está ensayando así como también la medición de espesores de recubrimientos no conductores sobre sustratos conductores.

El instrumento se usó configurado para presentar en su pantalla los datos como lecturas directas de la conductividad en % IACS (International Annealed Copper Standard). En este sistema, la conductividad del cobre puro a 20 °C es considerada como el 100 % y la de cualquier otro material se da como un porcentaje de la de aquél. Existe una relación de equivalencia entre la conductividad (σ) de un material en % IACS y su resistividad (ρ) en $\mu\Omega \cdot \text{cm}$, dada por [34]:

$$\% IACS = \frac{172}{\rho} \quad (\text{III.7})$$

En esta configuración, el equipo Miz 22 utiliza una sonda del tipo emisor-receptor. La corriente de excitación circula por la bobina emisora e induce un campo magnético, parte del cual es transmitido a la probeta conductora. El campo es detectado por la bobina receptora, en la cual se induce una tensión, que contiene información sobre las características de la muestra en estudio.

Este equipo permite realizar la medición de conductividad a tres frecuencias de excitación diferentes: 60, 120 y 240 kHz.

Las profundidades de penetración standard para los diferentes tipos de aceros inoxidables estudiados en el presente trabajo, dependiendo de la frecuencia del ensayo, están dadas en la Tabla III.2, así como las resistividades eléctricas de cada material base, tomadas de [3]. Para los cálculos se usó la expresión (III.3).

Material	Acero AISI 304	Acero AISI 310	Acero AISI 347 H
Resistividad ($\mu\Omega \cdot \text{cm}$) [3]	70	88	72
Espesor promedio de las muestras (mm)	4	4	15
Frecuencia (kHz)	$\delta(\text{mm})$ profundidad de penetración standard		
60	1.71	1.91	1.73
120	1.21	1.35	1.22
240	0.85	0.96	0.87

Tabla III.2. Profundidad de penetración de las corrientes inducidas en los aceros inoxidables AISI 304, 310 y 347 H, calculadas según (III.3).

Por otro lado, vale destacar que para todas las frecuencias de ensayo utilizadas en la evaluación de los materiales estudiados, δ fue superior a los espesores de la Capa 1 de carburos precipitados. La condición (III.6) se cumple para todas las frecuencias en el caso de AISI 347 H y sólo para 120 y 240 kHz para los otros dos materiales.

Para cada frecuencia de ensayo del Miz-22, se midió sobre todas las probetas, en ocho puntos distintos sobre cada una de sus caras, notándose cierta dispersión en estos

valores (entre un 5 y 8 % aproximadamente). Con estos resultados se hizo un promedio para cada una de las caras y se calculó la resistividad según la ecuación (III.7). Los valores promedio se presentan en forma de gráficos que muestran la resistividad en función del tiempo de carburización de las probetas. Los mismos están indicados en las Figuras III.1 a III.9.

En el Apéndice B se detallan todos los resultados correspondientes a las mediciones realizadas para la conductividad en % IACS y los valores calculados de la resistividad, para cada una de las frecuencias de ensayo.

De los gráficos se pueden mencionar algunos comentarios como los que siguen:

i) Para la frecuencia de ensayo 60 kHz:

- a) Se observa que el valor de la resistividad del acero inoxidable AISI 304 as-received (probeta B3) es mayor que los correspondientes a las muestras carburizadas y también mucho mayor que el valor tabulado en [3]. No se puede definir una tendencia para los valores de la resistividad ρ en las probetas con carburos precipitados, ya que se mantienen constantes aun con el incremento del tiempo del tratamiento térmico. También se nota que para los tratamientos de muy corta duración (1 y 2 horas) los valores de resistividad son significativamente mayores que los que corresponden a tratamientos más largos. Ver Figura III.1
- b) Para el acero inoxidable AISI 310 solubilizado, el valor de la resistividad ρ para el material as-received (A3) es similar a los medidos para las muestras tratadas térmicamente. Tampoco se puede definir una tendencia según el tiempo del tratamiento térmico (Figura III.2), pero se nota que los valores se encuentran dentro de un rango próximo al valor de la muestra as-received. Sólo la cara B de la muestra SA10 (4 horas) da un valor de ρ más alto que las demás.
- c) Las muestras de acero inoxidable AISI 347 H presentan una gran dispersión entre los valores de sus respectivas caras A y B, como se aprecia en la Figura III.3. Los valores de ρ para la muestra as-received (AR) se encuentran dentro del rango donde fluctúan los valores medidos para las muestras con precipitados por carburización, siendo menores que aquéllos, en la mayoría de los casos. Se puede notar una tendencia de decrecimiento de la resistividad a medida que se incrementa el tiempo de tratamiento de carburización.

ii) *Para la frecuencia de ensayo 120 kHz:*

- a) Se observa que las mediciones para el acero inoxidable AISI 304 sobre la probeta as-received (B3), en ambas caras, arrojan valores muy elevados de resistividad comparados con los dados en la bibliografía ($70 \mu\Omega \cdot \text{cm}$) [3]. Además, este valor es en todos los casos mayor que las resistividades medidas para las muestras sometidas a carburización, como puede notarse en la Figura III.4. Se ve también que a medida que el tiempo de tratamiento térmico crece, la ρ disminuye y luego tiende a establecerse en un valor constante. No obstante, los resultados de la resistividad sobre las muestras carburizadas son mayores que el valor de resistividad dado en la bibliografía correspondiente a ese determinado material.
- b) Para el acero inoxidable AISI 310 solubilizado, los valores medidos de resistividad para el material as-received (A3) resultaron ser del orden de los medidos para las probetas carburizadas. Esto puede relacionarse con la mayor resistencia a la carburización que posee este material.

No es posible determinar una tendencia de esta propiedad física de acuerdo a la duración del tratamiento térmico, pero se ve una fluctuación de los valores alrededor de un valor cercano al de bibliografía para este material. Hay también cierta dispersión en los valores medidos sobre ambas caras de las probetas tratadas (ver Figura III.5). Igual que antes, ρ en la cara B de SA10 es más alta que en las demás probetas.

En cambio, se nota una gran similitud en los valores de resistividad medidos en ambas caras del material as-received con el valor dado en [3].

- c) Para el acero inoxidable AISI 347 H los valores de resistividad resultantes para las muestras que sufrieron carburización son mayores que los obtenidos para la probeta as-received (AR). También, se observa dispersión en los valores de ρ sobre cada una de las caras de una misma muestra. Sin embargo, no puede definirse una tendencia en la evolución de los valores de la magnitud medida según el tiempo de duración del tratamiento térmico de las muestras, como lo ilustra la Figura III.6. Los valores de resistividad obtenidos para la probeta as-received (AR) fueron muy cercanos a los referidos en [3].

iii) *Para la frecuencia de ensayo 240 kHz:*

- a) De la Figura III.7 puede notarse que los valores de resistividad obtenidos para ambas caras de la muestra as-received (B3) del acero AISI 304, coinciden y además concuerdan con el valor dado en [3].

Los valores de ρ para las muestras carburizadas resultaron ser mayores que los de la muestra as-received. De esta manera, la resistividad que ofrecen las muestras con carburos precipitados es mayor que la de la probeta as-received.

Se nota dispersión entre las resistividades obtenidas sobre las diferentes caras de una misma muestra. Puede decirse que para una de las caras, se ve una leve tendencia decreciente de la resistividad con el aumento del tiempo de tratamiento de carburización que no se nota sobre la otra cara. Obsérvese que aun ocho horas de tiempo máximo de duración en el proceso de carburización, representa un tratamiento térmico corto. Aún así, pueden notarse diferencias en las mediciones efectuadas sobre las probetas.

- b) Con respecto al acero inoxidable AISI 310, otra vez se observa que el valor medido para la muestra as-received es muy próximo al de bibliografía. Los valores de ρ para las muestras son muy cercanos entre si y levemente mayores al correspondiente a la muestra A3. Nuevamente, para este material más estable frente a la carburización no se observan grandes diferencias en las muestras con segundas fases precipitadas respecto al material as-received; y los valores se mantienen constantes alrededor de un valor, como se nota en la Figura III.8. Además, se observa gran dispersión en los valores obtenidos para cada una de las caras en una misma probeta.
- c) Para el acero inoxidable AISI 347 H, la resistividad de la muestra as-received (AR) es muy próxima al valor de referencia tomado de [3] y también es menor que los correspondientes a las muestras carburizadas. Se observa muy poca diferencia entre los valores de esta magnitud para las probetas con distintos tiempos de tratamiento de carburización, por lo que se podría decir que la tendencia de la resistividad es constante, como se ilustra en la Figura III.9.

Vale aclarar que para los tratamientos repetidos para el acero inoxidable AISI 304 de 2 y 3 horas de carburización, hay cierta dispersión en los valores de resistividad obtenidos para cada una de las frecuencias de ensayo utilizadas.

No se han presentado los resultados para las probetas del acero inoxidable AISI 310 sin tratamiento de solubilización previo, ya que los valores muestran una tendencia similar a las probetas solubilizadas, pero en un rango de resistividad menor.

En resumen, si bien no se puede generalizar una tendencia para el comportamiento de la resistividad según el tiempo de tratamiento de carburización, se pueden destacar las diferentes sensibilidades de los ensayos a distintas frecuencias. En los casos de los aceros inoxidables 304 y 310, la mayor sensibilidad se logró para la frecuencia de 240 kHz. La profundidad de penetración de las corrientes inducidas en cada una de las probetas de estos materiales es mayor que el espesor de la Capa I de carburos precipitados y menor que el espesor de las mismas, por lo que dicha frecuencia es insensible al espesor de la probeta, pero la lectura es un promedio de las resistividades de todas las capas.

En cambio, para las probetas del acero inoxidable 347 H, cuyo espesor es mucho mayor que el de los otros dos materiales, la mejor sensibilidad se obtuvo con la frecuencia de ensayo de 120 kHz, pues con la frecuencia mayor no se mostraban diferencias entre algunos de los valores de resistividad medidos.

Aun en el caso de la frecuencia más alta, el espesor de la Capa I representa un pequeño porcentaje de δ . Esto significa que el método está integrando sobre el material base y las zonas carburizadas. Cuanto menor es la frecuencia de ensayo mayor es la incidencia de la matriz en el valor de la conductividad medida por esta técnica.

Además, todos los valores de conductividad medidos para la totalidad de las probetas no indicarían cambios en la permeabilidad relativa de las muestras, como se puede inferir a partir de los resultados de [37].

Otra característica a destacar es la dispersión en los valores de la conductividad medida en diferentes puntos de una misma cara, y también la observada entre ambas caras de una misma probeta. Este hecho puede asociarse con la inhomogeneidad en la distribución de los carburos precipitados debida al proceso de carburización mencionada en el Capítulo II. También puede haber relación con la existencia de alguna capa de óxido inhomogénea que recubre partes de la probeta.

Por otro lado, es de esperar que la resistividad del material con carburos precipitados debido al proceso de carburización, aumente respecto de la correspondiente a los materiales sin precipitados, ya que la presencia de estas segundas fases ofrecería una mayor resistencia al flujo de los electrones [38, 39]. Tal vez, para observar en forma bien definida, esta tendencia del incremento de la resistividad eléctrica con la precipitación de segundas fases, deberíamos haber contado con tratamientos térmicos mucho más extensos que los que se realizaron, de manera tal que la profundidad de las capas sea por lo menos del orden de δ a alguna de las frecuencias utilizadas.

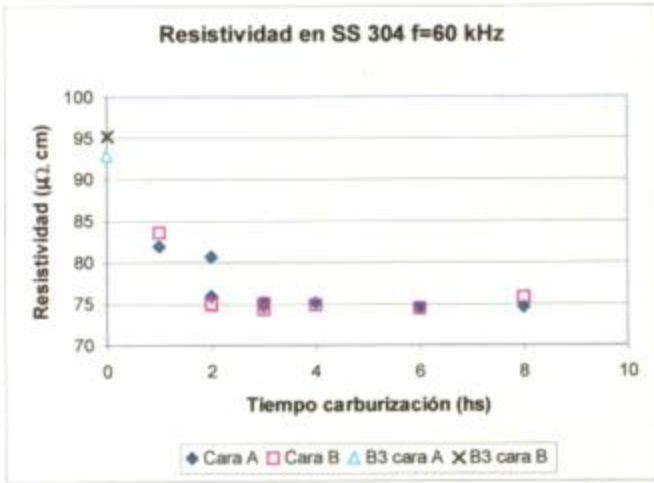


Figura III.1

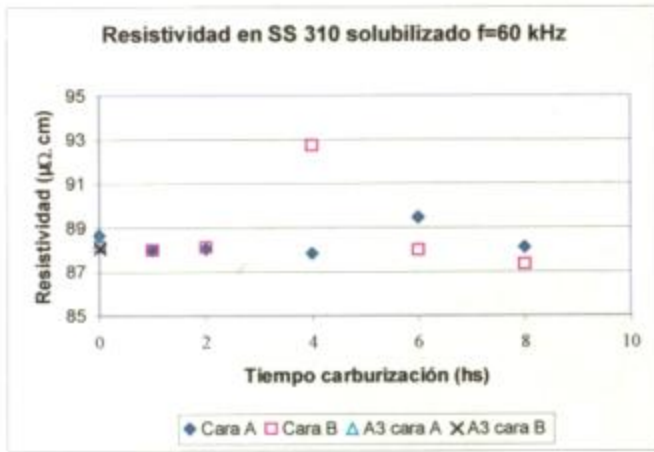


Figura III.2

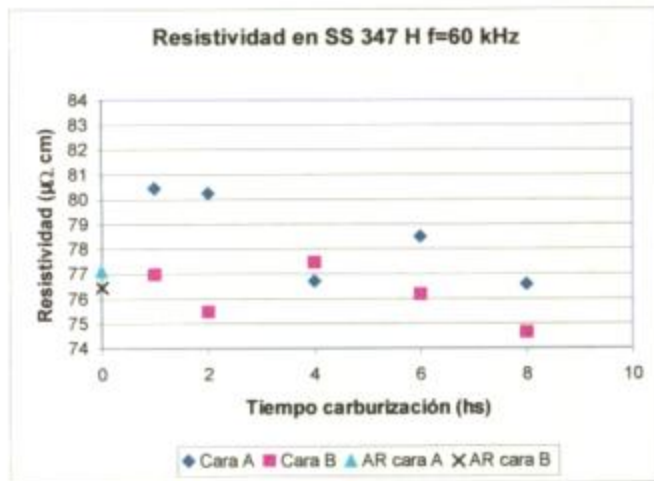


Figura III.3

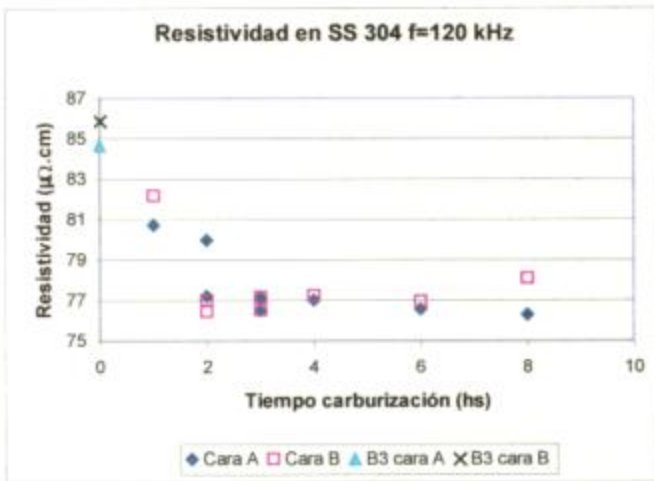


Figura III.4

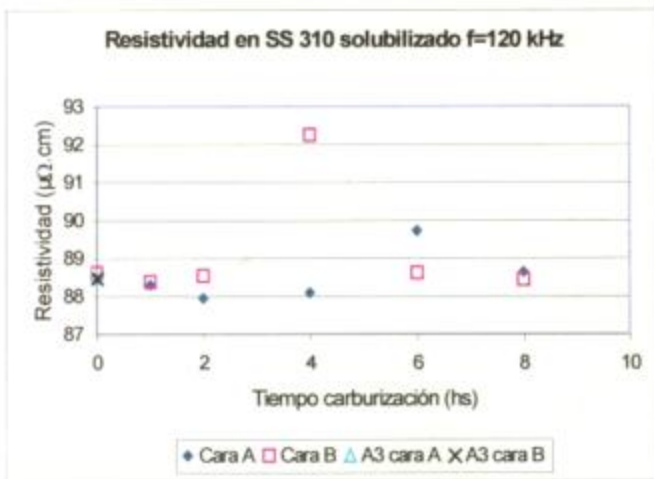


Figura III.5

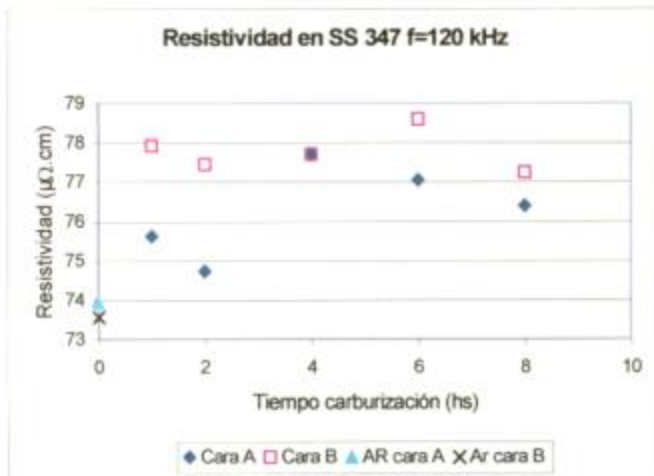


Figura III.6

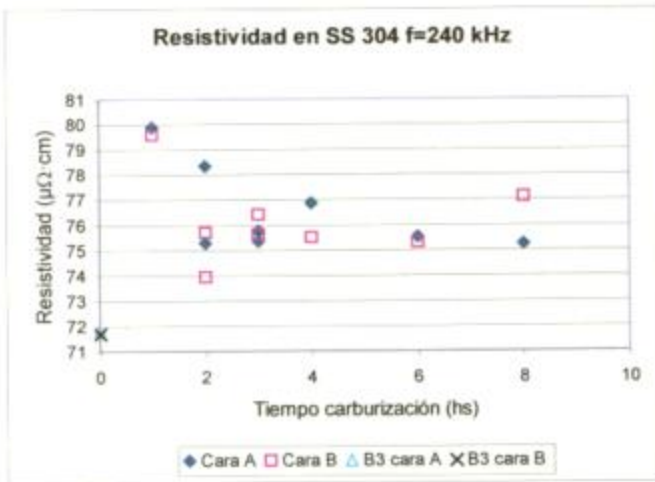


Figura III.7

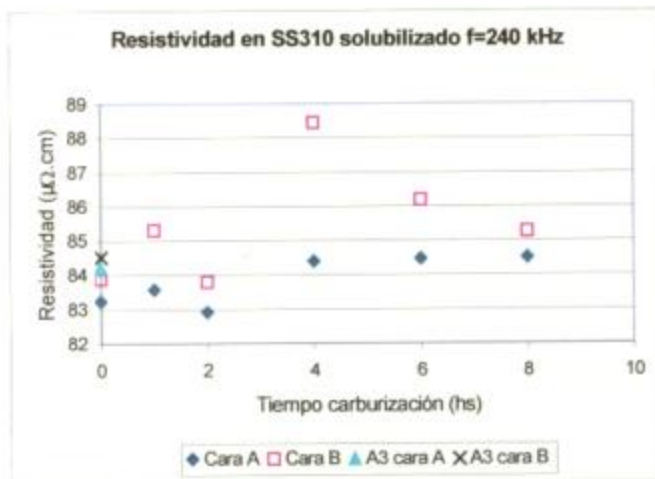


Figura III.8

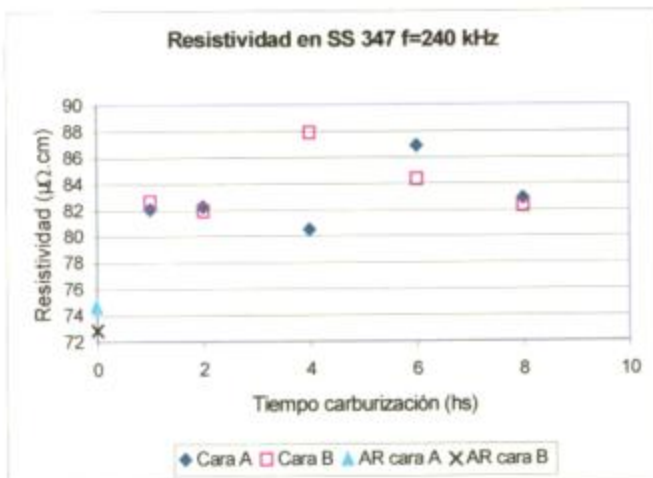


Figura III.9

B2. Mediciones de conductividad presentadas en el plano de impedancia con el equipo ECT.

Se utilizó un equipo ECT-MAD8D de Eddy Current Technology, Inc. con sonda tipo puente y configurado para entregar señales en plano de impedancia. La sonda empleada fue un palpador Zetec 6298 apto para trabajar con frecuencias de ensayo entre 50 y 500 kHz, con un atenuador de 10 Ohms [40]. Igual que antes, debido a que la técnica de medición de la conductividad es comparativa, se calibró el instrumento con el mismo conjunto de patrones mencionado en **B.1.**

Este equipo consta de un puente de corriente alterna, en una de cuyas ramas se conecta la bobina que se utiliza como transductor (bobina de ensayo), como se ilustra en la Figura III.10. Los resistores variables R_1 y R_2 sirven para balancear el puente.

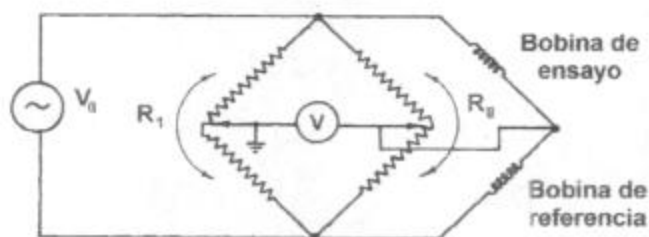


Figura III.10. Circuito puente usado en instrumentos de c.i.

De esta manera la corriente de excitación circula por la misma bobina que se usa para la inspección del material a evaluar. Otra bobina similar a la anterior se conecta a otra de las ramas del puente y el instrumento mide el desbalance entre estas ramas del puente, representándolas como una variación en la impedancia. Para la evaluación de la conductividad (σ), el balance del puente se efectúa con la sonda alejada de los conductores (sonda en aire o secundario abierto), de manera que cuando se la acerca al material conductor a estudiar, el instrumento detecta un cambio de impedancia entre ambas bobinas.

El ensayo de corrientes inducidas por impedancia consiste en observar las variaciones en esta magnitud de la bobina sensora, la cual se ve modificada al acoplarse ésta a un material conductor, que actúa como el secundario de un transformador.

La impedancia de un elemento inductivo tiene componentes resistiva e inductiva, siendo su módulo:

$$|Z| = \sqrt{R^2 + (\omega L)^2}, \text{ Ohms} \quad (\text{III.8})$$

y su fase:

$$\theta = \text{arctg} \frac{\omega L}{R}, \text{ grados} \quad (\text{III.9})$$

La resistencia de una muestra de material conductor al flujo de las corrientes inducidas se refleja sobre el primario, como una carga resistiva y es equivalente a una resistencia en paralelo con la reactancia inductiva de la bobina. Esta carga resulta en un cambio de impedancia resistivo e inductivo en la bobina sensora o transductor. Por lo tanto, la impedancia del sistema puede ser representada a través de diagramas de impedancia normalizados. Éstos son gráficos bidimensionales que se representan en sistemas tales que la reactancia inductiva es la ordenada y la resistencia la abscisa, como se ilustra en la Figura III.11, tomada de [34].

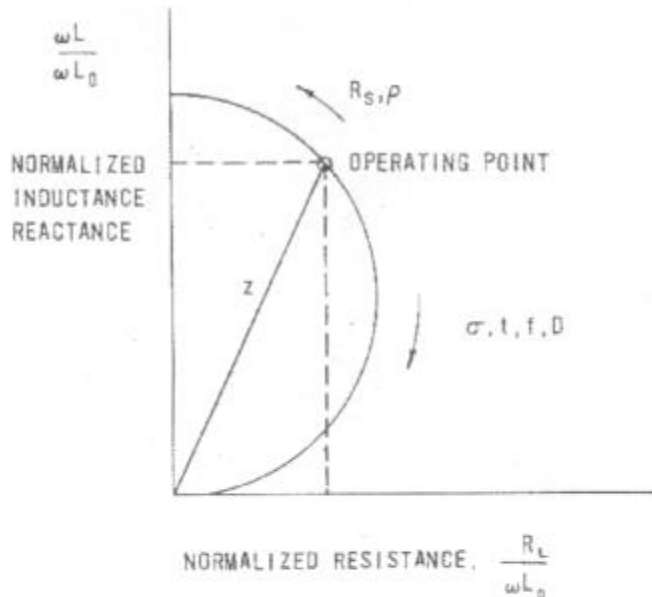


Figura III.11. Sistema para la representación de diagramas de impedancia normalizados.

donde L_0 es la inductancia de la bobina cuando el transductor está en aire y R_L es la resistencia resultante del sistema cuando el transductor está acoplado al material del ensayo.

Estos gráficos permiten analizar el efecto del material a estudiar y de los parámetros del ensayo sobre la impedancia del transductor. Por ejemplo, un incremento en la conductividad eléctrica de la muestra o un aumento de la frecuencia de ensayo, mueve el punto de operación hacia abajo en la curva de impedancia; mientras que un incremento en la permeabilidad magnética del material mueve el punto de operación hacia arriba en dicha curva.

De esta manera, los gráficos de impedancia ofrecen un método comparativo, ya que las curvas de impedancia correspondientes a materiales no conocidos son comparadas con aquellas pertenecientes a muestras de referencia, y sus resistividades pueden ser estimadas por interpolación. En esta representación, cuanto mayor sea la resistividad de un material, mayor es la componente reactiva de su impedancia.

En la Figura III.12 pueden observarse el gráfico de impedancia para materiales de distinta conductividad, tomado de [34].

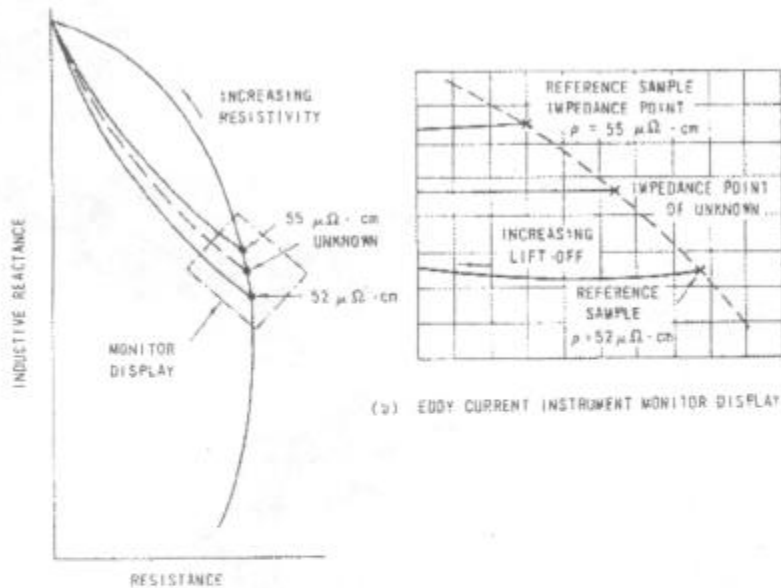


Figura III.12. Gráficos de impedancia y efecto de la conductividad de los materiales en ensayo.

Para las probetas de aceros inoxidable sometidas a carburización se obtuvieron gráficos de impedancia para diferentes frecuencias de ensayo. El equipo ECT-MAD8D permite obtener las curvas de impedancia para cuatro frecuencias de ensayo en forma simultánea a través de sus cuatro canales, y grabar los datos en archivos ASCII para su posterior procesamiento. Se eligieron las siguientes frecuencias para la evaluación:

$$f_1 = 240 \text{ kHz}$$

$$f_2 = 90 \text{ kHz}$$

$$f_3 = 120 \text{ kHz}$$

$$f_4 = 60 \text{ kHz}$$

y se presentan los resultados obtenidos sólo para las mismas frecuencias de ensayo usadas con el Miz-22, es decir 60, 120 y 240 kHz, de manera de poder comparar tales diagramas con las mediciones de conductividad efectuadas con aquel instrumento.

Para la calibración de este equipo se utilizaron las muestras de referencia P5 y P4 de la caja de patrones Zetec, con las siguientes conductividades:

$$P_5 = 0.9536 \% \text{ IACS}$$

$$P_4 = 3.5020 \% \text{ IACS},$$

pues dentro de este rango están incluidas las conductividades de los aceros inoxidable austeníticos. Así, todos los gráficos de impedancia, obtenidos sobre los materiales a evaluar, están contenidos dentro del rango que abarcan las curvas de impedancia correspondientes a los patrones P5 y P4. Entonces, las curvas correspondientes a las muestras carburizadas quedan ubicadas entre valores de conductividad conocidos.

En las Figuras III.13 a III.17 se presentan algunas de las mediciones de plano de impedancia obtenidas para las probetas en estudio.

En la Figura III.13 se ilustran las mediciones realizadas sobre las muestras de los materiales as received de los tres tipos de aceros inoxidable evaluados. Como se puede ver las frecuencias 60 y 240 kHz discriminan bien estos materiales, mientras que la restante no logra diferenciar los aceros 304 y 310. Lo mismo detectó el equipo Miz-22, conductividades muy próximas para estos dos aceros a esta frecuencia (SS 304: 2.03 % IACS, SS310: 1.94 % IACS y SS347 H: 2.33 % IACS). A la frecuencia de 60 kHz, se observa un leve ferromagnetismo en la muestra B3 debido a la forma de las curvas de impedancia, mientras que a las otras frecuencias no se evidencia este comportamiento.

La Figura III.14 muestra las curvas de impedancia tomadas para varias probetas de acero inoxidable AISI 304 sometidas a distintos tiempos de carburización y el material as-received. No se observa discriminación entre las muestras carburizadas, resultado que concuerda con el obtenido con el equipo Miz-22, ya que los valores de conductividad medidos son muy próximos entre sí, con diferencias en la cifra de las centésimas. A la menor frecuencia de ensayo, otra vez se observó un leve comportamiento ferromagnético en la muestra B3, mientras que en las restantes frecuencias esto no sucedió.

La Figura III.15 ilustra diagramas de impedancia para una serie de muestras de acero inoxidable AISI 310 solubilizado, aquéllas expuestas a mayor tiempo de tratamiento de carburización (SA10, SA11, SA12). Como se puede ver, para las frecuencias de ensayo 120 y 240 kHz, el equipo casi no puede diferenciar las conductividades de las distintas probetas. Para 60 kHz de frecuencia de ensayo se discriminan dos conductividades, resultando la muestra SA10 la más conductiva.

En los diagramas de impedancia de la Figura III.16 se muestran las señales obtenidas para una serie de probetas de acero inoxidable AISI 347 H. Las mismas corresponden a los tiempos más largos de carburización. Se nota que la frecuencia de ensayo que mejor discrimina sus conductividades es 60 kHz, no obstante la frecuencia 120 kHz lo hace en menor escala; y para la frecuencia mayor la diferenciación es muy leve. En este caso, la muestra que resultó ser la más conductiva fue C5, resultado que concuerda con el obtenido con el Miz-22. A la menor frecuencia se nota también un leve comportamiento ferromagnético en C4, mientras que para las otras dos frecuencias, las curvas corresponden a materiales totalmente austeníticos.

La Figura III.17 ilustra una comparación entre los diagramas de impedancia de las muestras tratadas con carburización durante los tiempos más extensos. La mejor discriminación se logra a 60 kHz, obteniéndose curvas similares para las otras dos frecuencias. En todos los casos, la muestra más conductiva resultó ser la B10 de acero inoxidable 304.

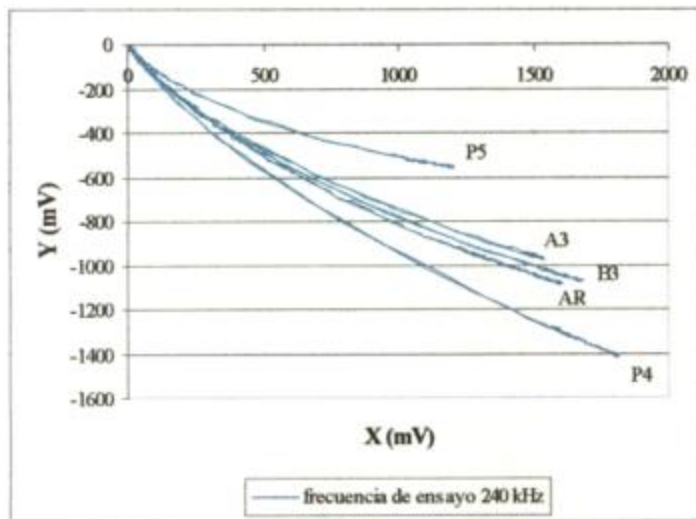
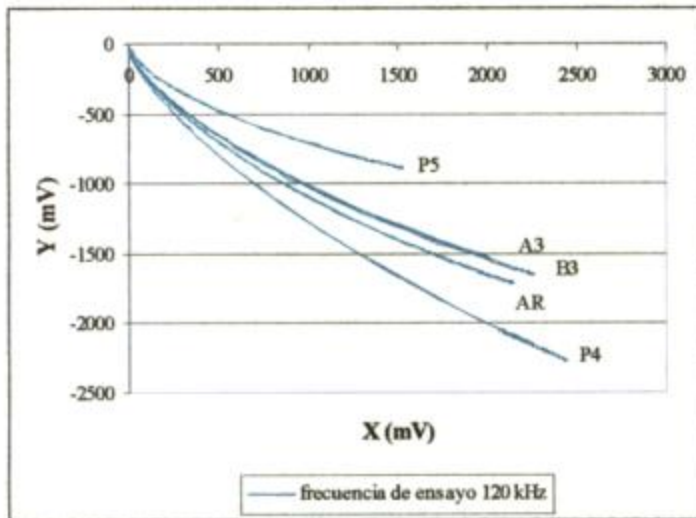
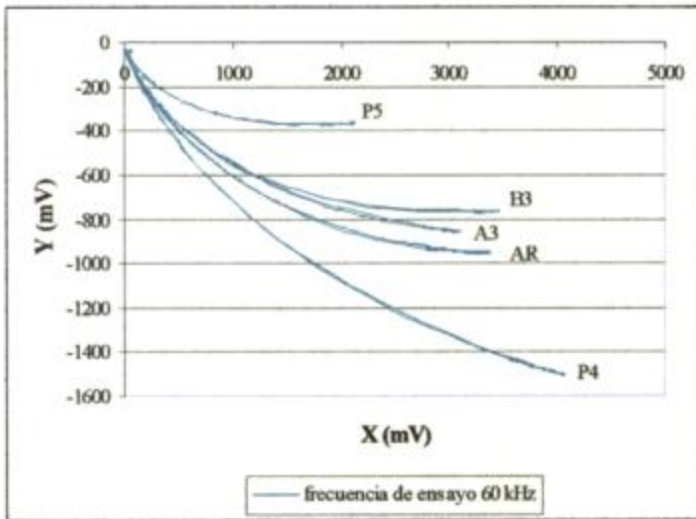


Figura III.13. Diagramas de impedancia para las muestras as-received de los tres aceros inoxidables estudiados y para las muestras de referencia P5 y P4.

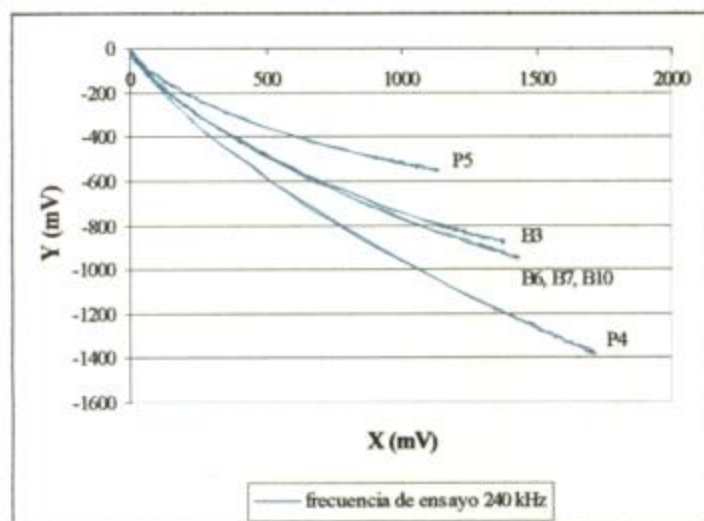
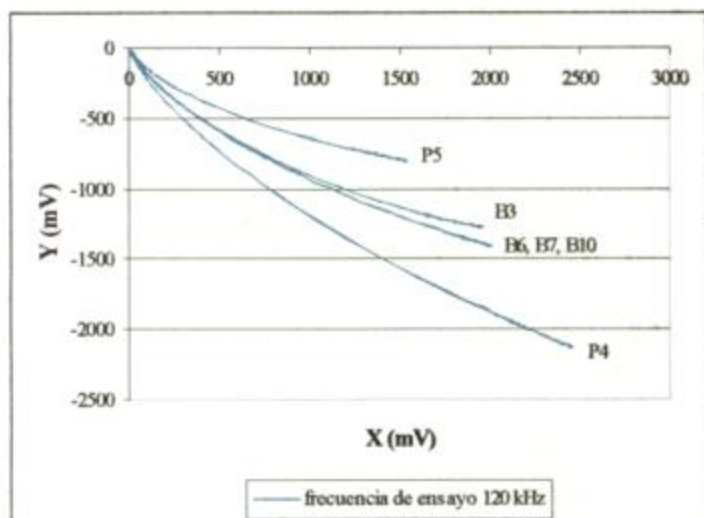
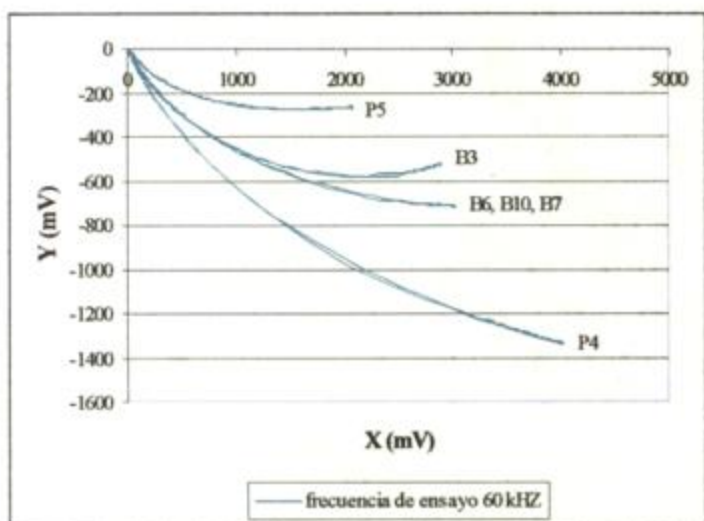


Figura III.14. Diagramas de impedancia para una serie de probetas de acero inoxidable AISI 304 expuestas a diferentes tiempos de carburización, para el material as received y las muestras de referencia P5 y P4.

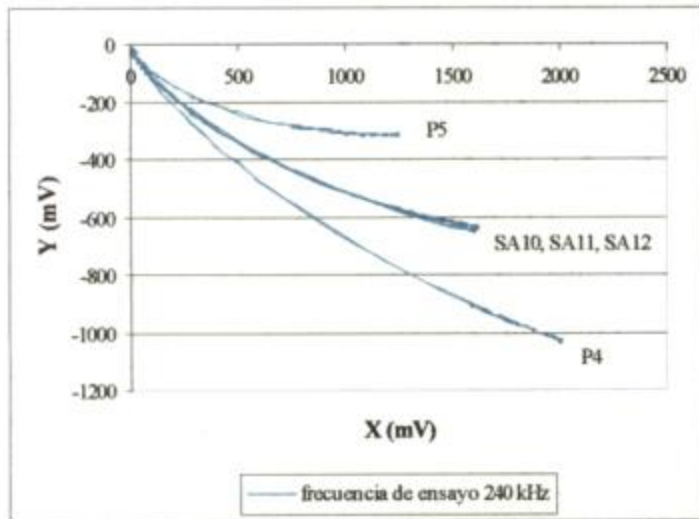
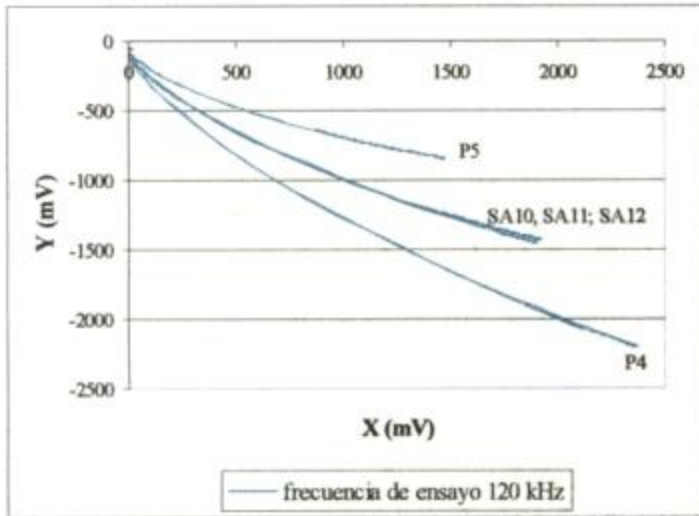
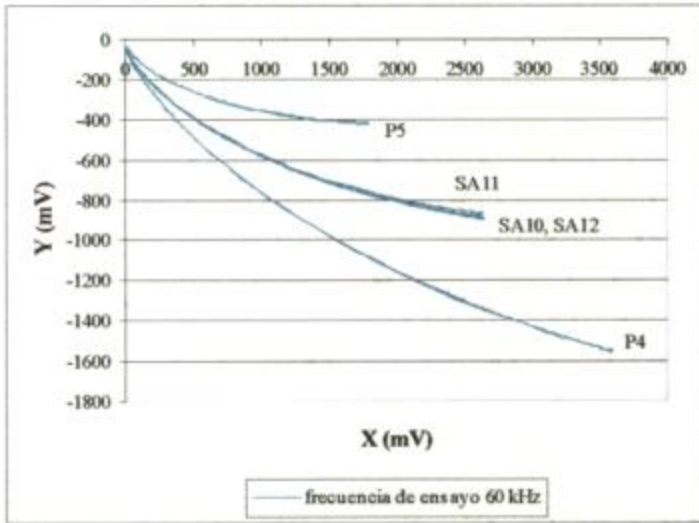


Figura III.15. Diagramas de impedancia para una serie de probetas de acero inoxidable AISI 310 y para las muestras de referencia P5 y P4.

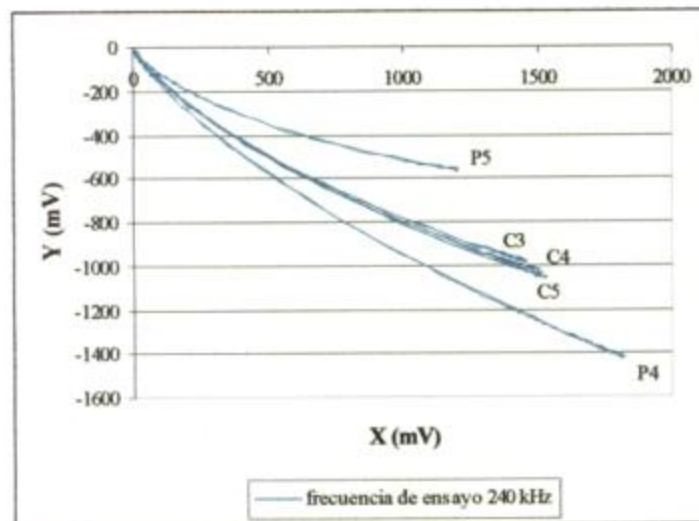
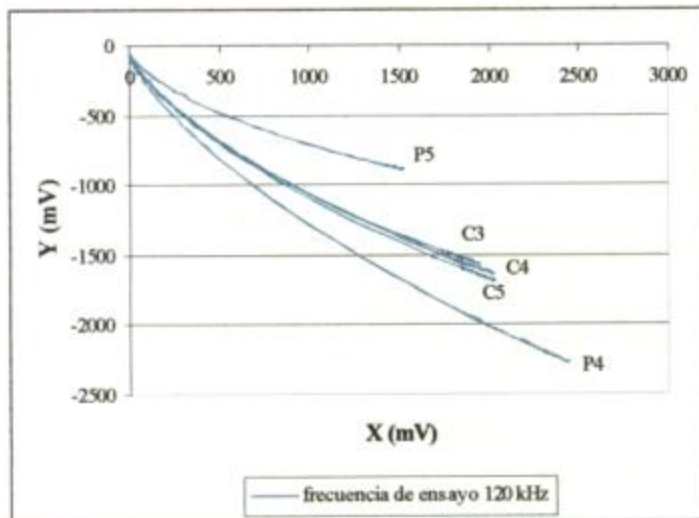
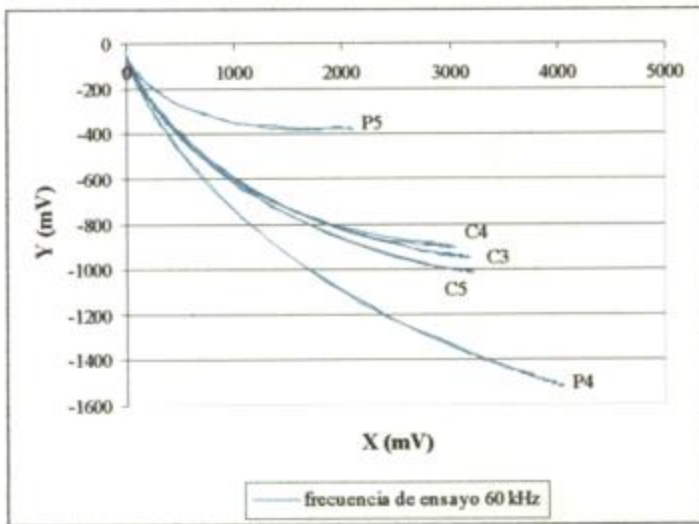


Figura III.16. Diagramas de impedancia para una serie de probetas de acero inoxidable AISI 347 H y para las muestras de referencia P5 y P4.

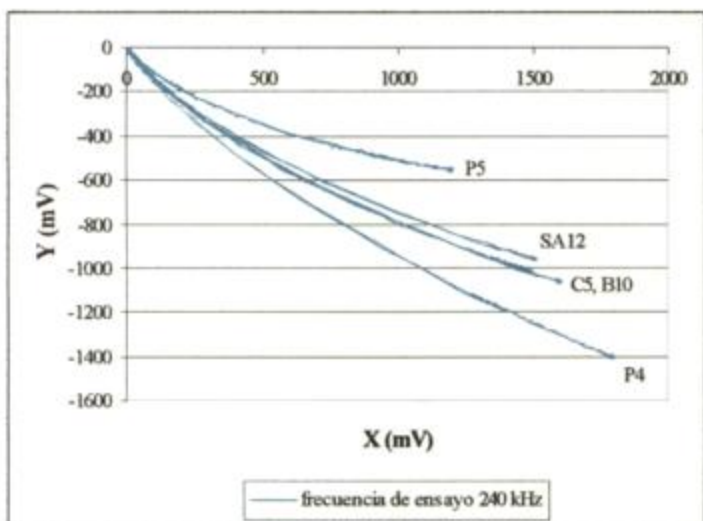
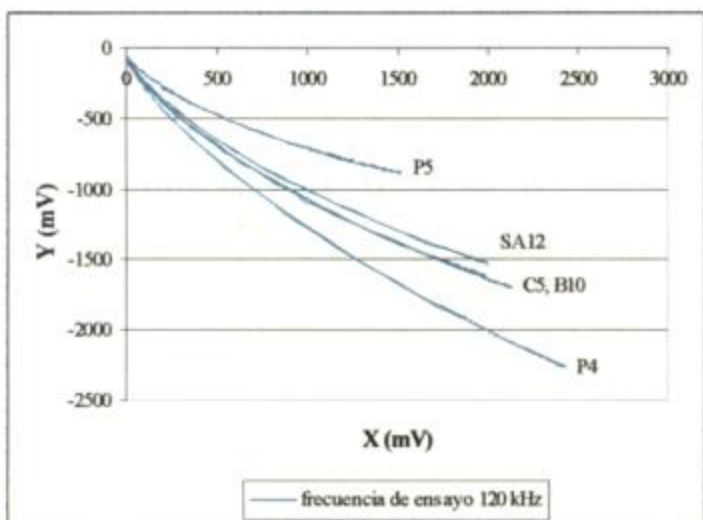
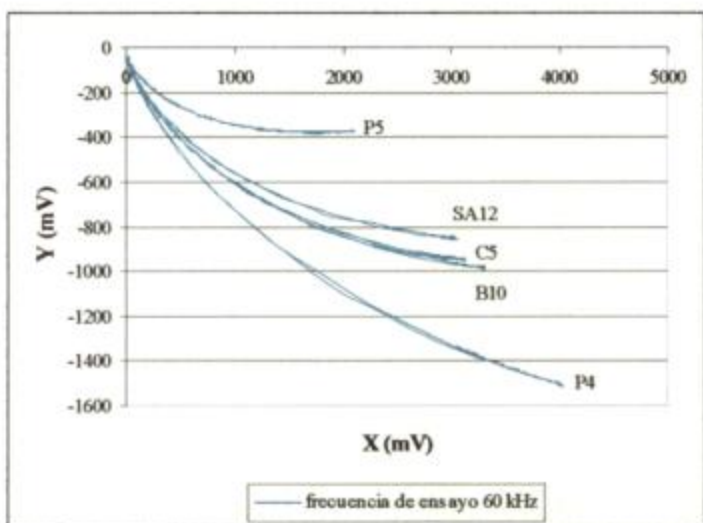


Figura III.17. Diagramas de impedancia para las muestras de los distintos aceros inoxidables expuestos al máximo tiempo de carburización y para las muestras de referencia P5 y P4.

En el grupo de trabajo del IAMEND se desarrollaron diseños de sondas planas mediante la técnica de fabricación de circuitos impresos, se construyeron y se pusieron a punto para la realización de las mediciones con el equipo de corrientes inducidas ECT MAD8D. Se trata de diseños de espiras realizadas con caminos de Cu que se depositan sobre un sustrato de fibra de vidrio [41]. Estos transductores resultaron muy sensibles para la caracterización de la resistividad de diferentes materiales y además permiten trabajar con frecuencias de ensayo más altas. Debido a estas características se utilizaron para evaluar a las muestras carburizadas. Se ensayó con dos frecuencias 500 y 650 kHz, para las cuales las profundidades de penetración están dadas en la Tabla III.3.

Material	Acero AISI 304	Acero AISI 310	Acero AISI 347 H
Frecuencia (kHz)	δ (mm) profundidad de penetración standard		
500	0.59	0.66	0.60
650	0.52	0.58	0.53

Tabla III.3. Profundidad de penetración de las corrientes inducidas en los aceros inoxidables AISI 304, 310 y 347 H.

Otra vez, la profundidad de penetración a estas frecuencias de ensayo es mayor que la extensión de la capa I de carburos precipitados para todos los aceros inoxidables estudiados, aunque en este caso la capa I representa un porcentaje mayor de muestra frente a la matriz.

A continuación se presentan algunos gráficos en el plano de impedancia (Figuras III.18 a III. 22) comparando las distintas probetas para cada material, con el fin de observar si estas sondas son capaces de discriminar las variaciones producidas en las diferentes muestras por la precipitación de los carburos.

La Figura III.18 ilustra los diagramas tomados para las muestras as-received de los tres tipos de aceros estudiados. Se observa que a ambas frecuencias de ensayo no se distinguen las aleaciones AISI 304 y 347 H, ya que sus resistividades son muy similares. Entoces, en este caso, se puede afirmar que la sonda resultó ser menos sensible que el

palpador Zetec 6298, usado anteriormente. Por otro lado, la muestra de material AISI 310 resultó ser la más resistiva (consistente con la Figura III.13, 240 kHz).

En la Figura III.19 se muestra una comparación entre los diagramas de impedancia de una serie de muestras de acero AISI 304. Si bien la discriminación de la conductividad de las tres probetas no es precisa, es mejor que en el caso logrado con el palpador Zetec 6298. De todas maneras, a menores frecuencias de ensayo, el Miz 22 tampoco logró separar las diferencias entre estas muestras.

La Figura III.20 muestra los diagramas de impedancia para las probetas de acero inoxidable AISI 310 solubilizado expuestas a los tratamientos de carburización de mayor duración. En este caso, la resolución de ambas sondas utilizadas resultó similar, no pudiendo diferenciar entre los diferentes tratamientos de estas muestras. Este resultado está de acuerdo con los resultados obtenidos con el equipo Miz 22 a menores frecuencias de ensayo.

En la Figura III.21 se observan los diagramas de impedancia para muestras de acero AISI 347 H. A ambas frecuencias de ensayo, la sensibilidad para la discriminación de las tres probetas resultó ser menor que el palpador usado anteriormente a la frecuencia de 60 kHz; y similar a la de las otras dos frecuencias usadas. Además, observando los datos obtenidos con el Miz 22, en las tablas del Apéndice B, se puede notar que los resultados concuerdan con los de la cara A.

La Figura III.22 compara los diagramas de impedancia de las probetas de los tres aceros inoxidables evaluados expuestos al tratamiento de carburización más largo. Los resultados obtenidos a estas frecuencias de ensayo son similares a los logrados con el otro transductor utilizado a frecuencias menores.

En resumen, no se observa una mejor sensibilidad de la sonda plana al evaluar los aceros con precipitados carburos, a tales frecuencias de ensayo, respecto de la obtenida con el palpador Zetec. Es decir, los resultados obtenidos para la evaluación de este problema son similares con ambos transductores, y no mejora la sensibilidad el uso de una mayor frecuencia de ensayo. Por otro lado, se observa concordancia con los resultados logrados con el equipo Miz 22 a frecuencias más bajas.

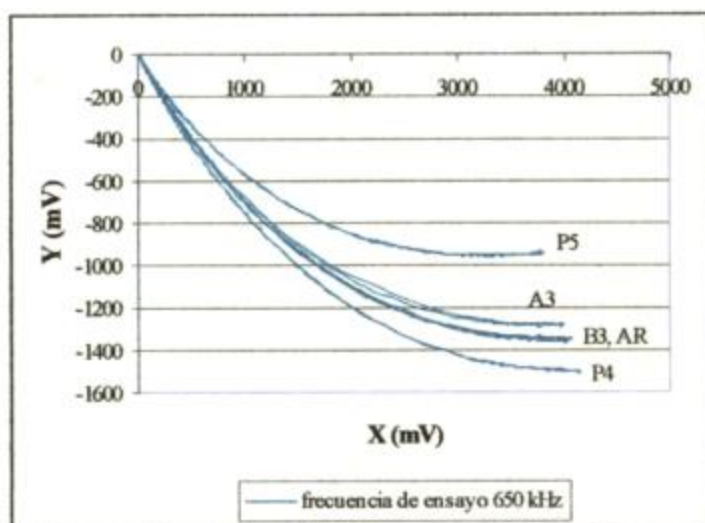
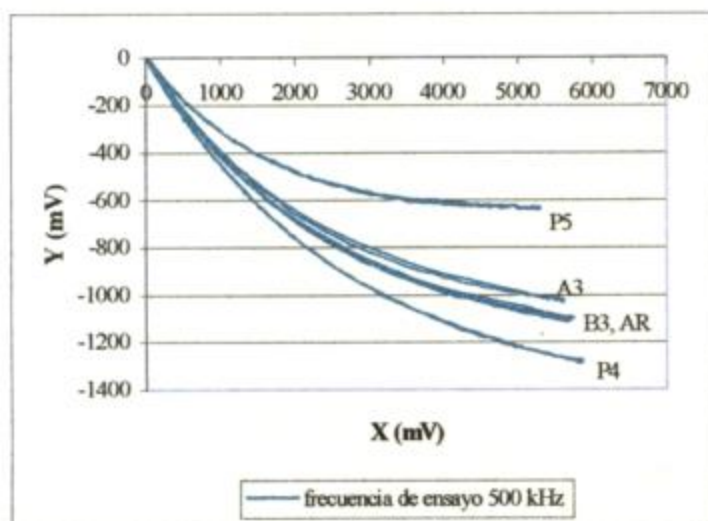


Figura III.18. Diagramas de impedancia para las muestras as received de los aceros inoxidables AISI 304, 310 y 347 H y para las muestras de referencia P5 y P4. Evaluación realizada utilizando sondas planas.

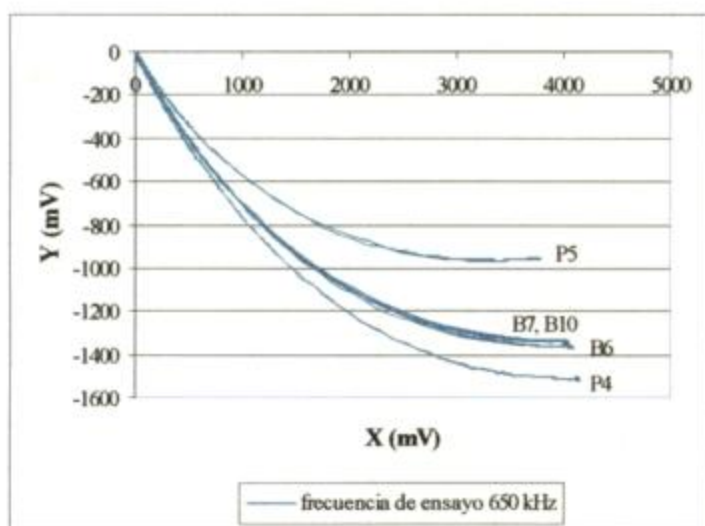
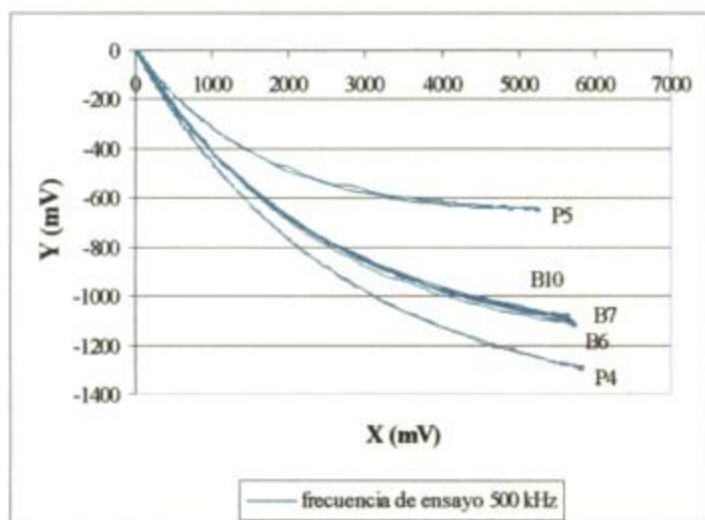


Figura III.19. Diagramas de impedancia para muestras de acero inoxidable AISI 304 expuestas a diferentes tiempos de carburización y para las muestras de referencia P5 y P4. Evaluación realizada utilizando sondas planas.

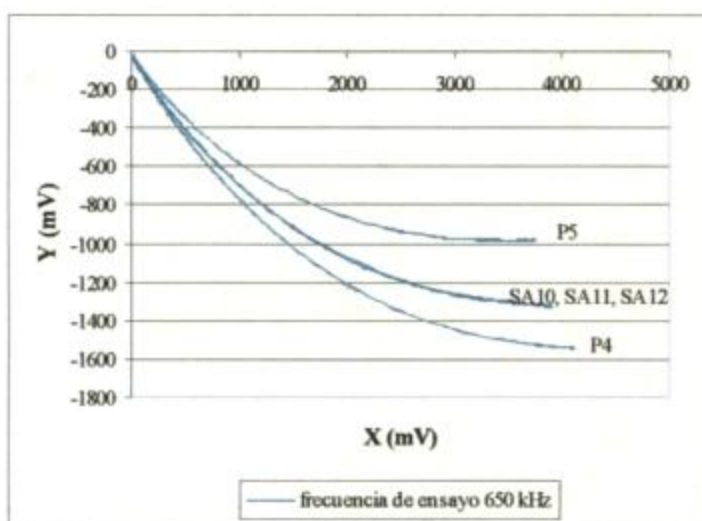
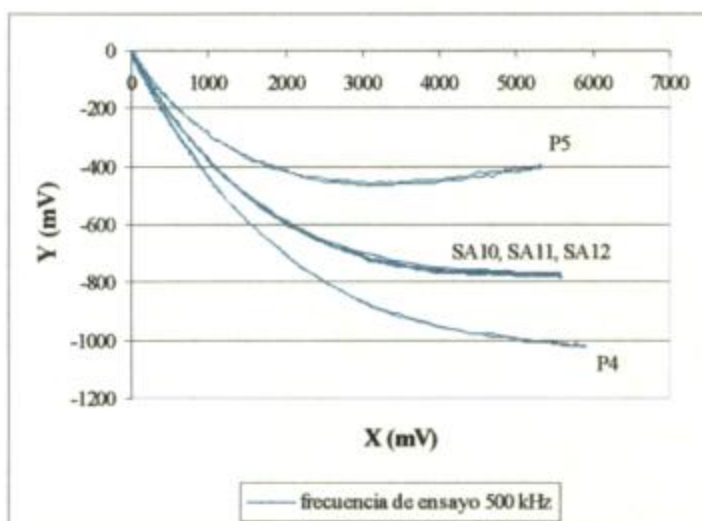


Figura III.20. Diagramas de impedancia para muestras de acero inoxidable AISI 310 solubilizado expuestas por diferentes tiempos a carburización y para las muestras de referencia P5 y P4. Evaluación realizada utilizando sondas planas.

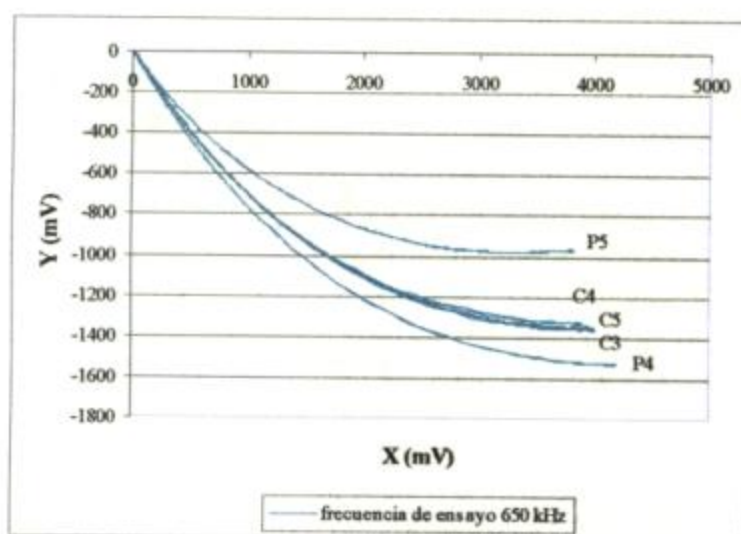
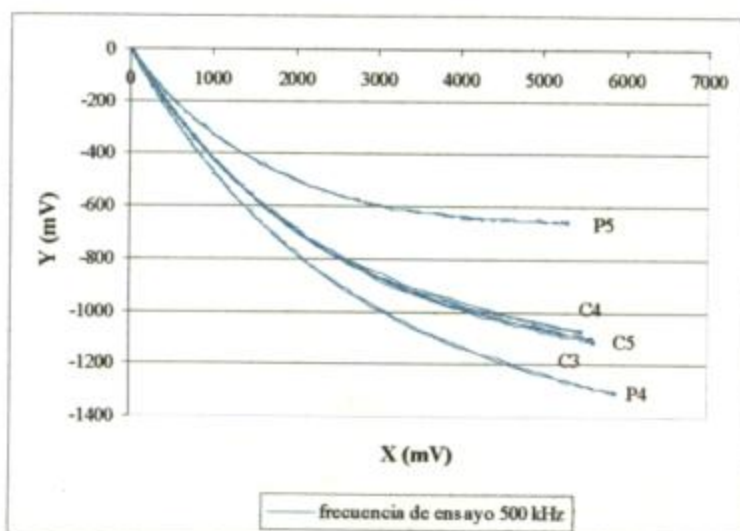


Figura III.21. Diagramas de impedancia para muestras de acero inoxidable AISI 347 H expuestas a diferentes tiempos de carburización y para las muestras de referencia P5 y P4. Evaluación realizada utilizando sondas planas.

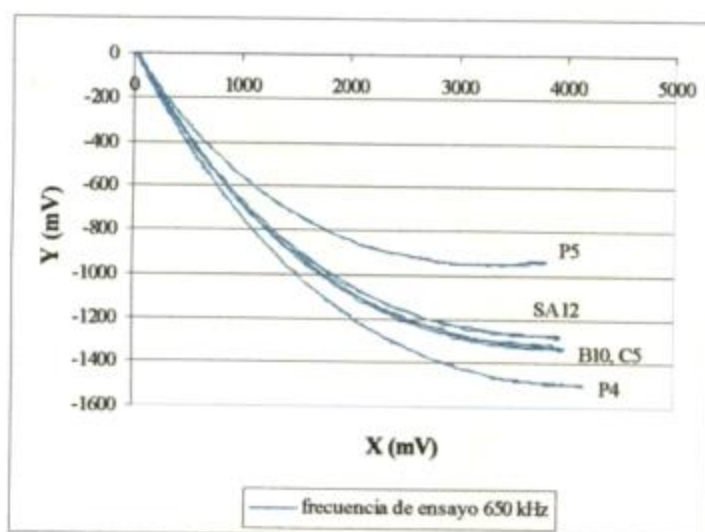
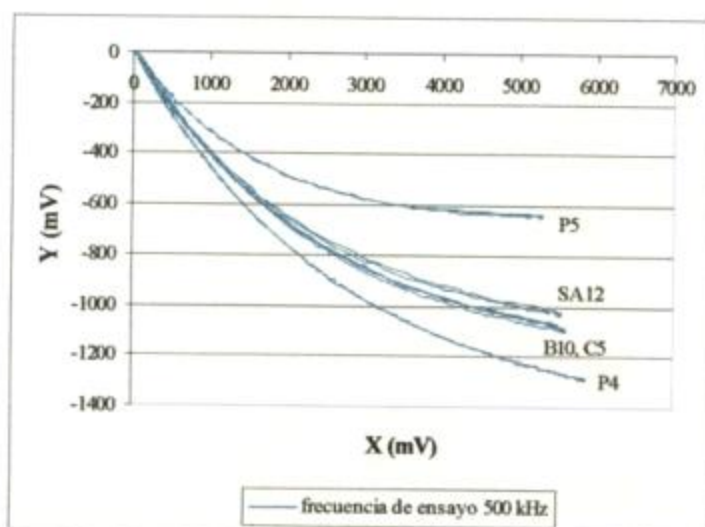


Figura III.22. Diagramas de impedancia para las muestras de los tres aceros inoxidables estudiados expuestas a los tiempos más extensos de carburación y para las muestras de referencia P5 y P4. Evaluación realizada utilizando sondas planas.

C. MEDICIONES UTILIZANDO TÉCNICAS MAGNÉTICAS COMO RUIDO BARKHAUSEN Y POR CORRIENTES INDUCIDAS CON “BARKHAUSEN NOISE AND EDDY CURRENT MICROSCOPE” (BEMI).

Durante una visita al Instituto Fraunhofer de END en Saarbrücken, Alemania, se estudiaron las muestras carburizadas utilizando técnicas y equipos especialmente desarrollados por ese Instituto.

C1. Mediciones de Ruido Barkhausen

En principio, para observar algún posible comportamiento ferromagnético, se midió con el equipo 3MA Analyzer usado en el modo físico de Ruido Barkhausen. Se trata de una unidad central a la cual está adosada un transductor que aplica un campo magnético al material, como se ilustra en el esquema de la Figura III.23, tomado de [42].

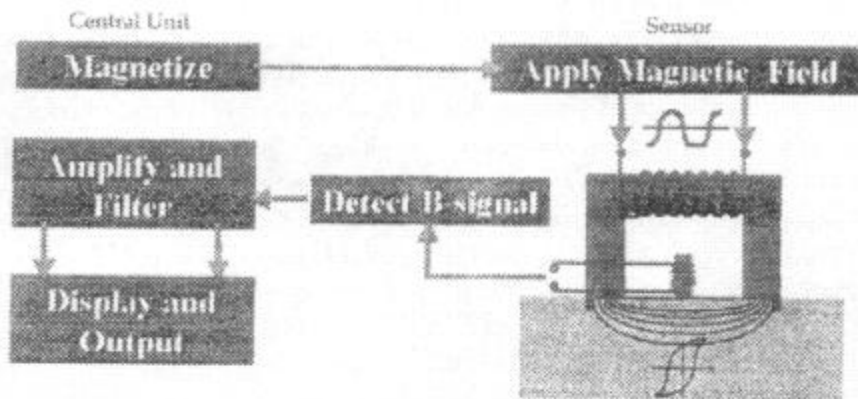


Figura III.23. Instrumentación para el análisis por ruido Barkhausen

Para producir Ruido Barkhausen en un material ferromagnético, un sensor, en general un electroimán, debe generar un campo magnético que se aplica al material en estudio. El material reacciona al campo magnético y emite sonido Barkhausen, el cual es capturado por el sensor que además contiene una bobina de alambre conductor. Luego, la señal es amplificada y filtrada. El equipo calcula la amplitud y los datos son digitalizados para ser presentados en su pantalla o a través de una computadora [42].

El Ruido Barkhausen aparece como consecuencia de los cambios abruptos en la magnetización de los materiales sometidos a una corriente alterna aplicada. Se sabe que estos cambios son afectados por la microestructura y la presencia y distribución de tensiones elásticas.

Cuando un campo magnético se aplica a un material ferromagnético, éste sufre un cambio de su magnetización neta. Este cambio es resultado de movimientos microscópicos de los dominios magnéticos dentro del material. Cuando uno de estos dominios se mueve, emite un pulso eléctrico que puede ser detectado por una bobina cercana al material. Los pulsos discretos se miden de una manera volumétrica, resultando en una gran cantidad de pulsos que se denomina Ruido Barkhausen [42]. La amplitud de la señal que se obtiene es afectada por cualquier causa que impida el movimiento de los dominios en el material, como por ejemplo: la presencia de precipitados, dislocaciones, inclusiones, bordes de grano y tensiones residuales. Los principales parámetros medidos son el máximo Ruido Barkhausen M_{MAX} y la intensidad de campo coercitivo H_{CM} (H – la posición de la máxima amplitud de ruido dentro del campo), como puede verse en la Figura III.24, tomada de [43].

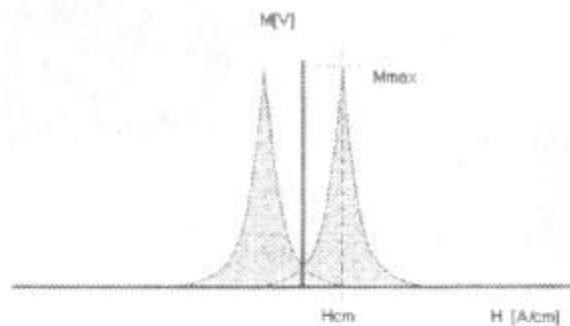


Figura III.24. Perfil de la curva de ruido Barkhausen y sus parámetros.

Esta técnica ha sido aplicada en forma exitosa en diferentes áreas, incluyendo la caracterización no destructiva de materiales en componentes y la predicción de vida residual [43].

Para la obtención de mediciones cuantitativas sobre las probetas en estudio, los parámetros del ensayo magnético deben ser primero calibrados mediante el uso de patrones.

Debido a que no se contaba con patrones adecuados para este problema, se tomaron solamente mediciones en forma cualitativa observando la forma del perfil de la curva de

Ruido Barkhausen (M vs. H), el cual es una medida de la existencia de comportamiento magnético en las muestras carburizadas. Se midió con el transductor sobre cada una de las series de los tres aceros inoxidable AISI 304, 310 y 347 H para la frecuencia de 500 Hz y una intensidad de campo magnético de 100 A/m. El Ruido Barkhausen fue filtrado con un filtro pasabanda entre 0.6 y 6 MHz.

Se hicieron mediciones sobre distintos puntos situados en cada una de las caras y para cada una de las muestras. El equipo en cada punto toma 25 mediciones y luego arroja un promedio de las mismas y grafica la curva M vs. H en la pantalla.

Discutiremos en forma cualitativa los resultados obtenidos.

Serie de muestras de acero inoxidable AISI 304: no se observaron diferencias en las mediciones entre las distintas muestras, por lo tanto no se observó comportamiento magnético para estas probetas, aun en los casos de tratamientos térmicos más extensos.

Serie de muestras de acero inoxidable AISI 310: Tampoco se observó variación entre las mediciones realizadas sobre estas muestras, por lo que no se midió comportamiento magnético.

Serie de muestras de acero inoxidable AISI 347 H: para las muestras expuestas a carburización durante periodos de tiempo más largos (C3, C4 y C5 tratadas térmicamente por 4, 6 y 8 horas respectivamente) los máximos alcanzados por el pico de la curva de Ruido Barkhausen son muy bajos, motivo por el cual no se detecta Ruido Barkhausen. De esta manera, no se pudo detectar por esta técnica, ningún comportamiento magnético debido al proceso de carburización. En cambio, para las probetas expuestas a menor tiempo de carburización (C1, C2 carburizadas durante 1 y 2 horas respectivamente), los valores máximos de los perfiles de la curva de Ruido Barkhausen se muestran muy diferentes en los distintos puntos y a ambos lados de las muestras. Algunos máximos son del orden de los obtenidos para las muestras de mayor tiempo de tratamiento térmico y otros son aún más altos. Estos picos máximos coinciden con las caras de la muestra que fueron cortadas para ser extraídas del tubo. Esta señal de Ruido Barkhausen podría por lo tanto, deberse a un comportamiento magnético del material producido por la deformación por corte (martensita α'). En las muestras con mayor tiempo de tratamiento de carburización, esta tendencia no se observa, tal vez porque el tratamiento térmico haya borrado ese comportamiento. Con respecto a la muestra AR (as received) en algunos puntos se obtuvieron máximos en la

curva M vs.H de mayor altura que los correspondientes a las muestras expuestas a mayor tiempo de carburización, lo cual podría explicarse con la misma razón que en el caso de las muestras tratadas con carburización durante períodos de tiempo muy cortos.

C2. Mediciones por BEMI

Usando el BEMI es posible medir tanto el ruido Barkhausen magnético como llevar a cabo un ensayo por corrientes inducidas con muy alta resolución [43]. En la Figura III.25 se ilustra un esquema de las partes que componen el mencionado equipo, obtenida de [43].

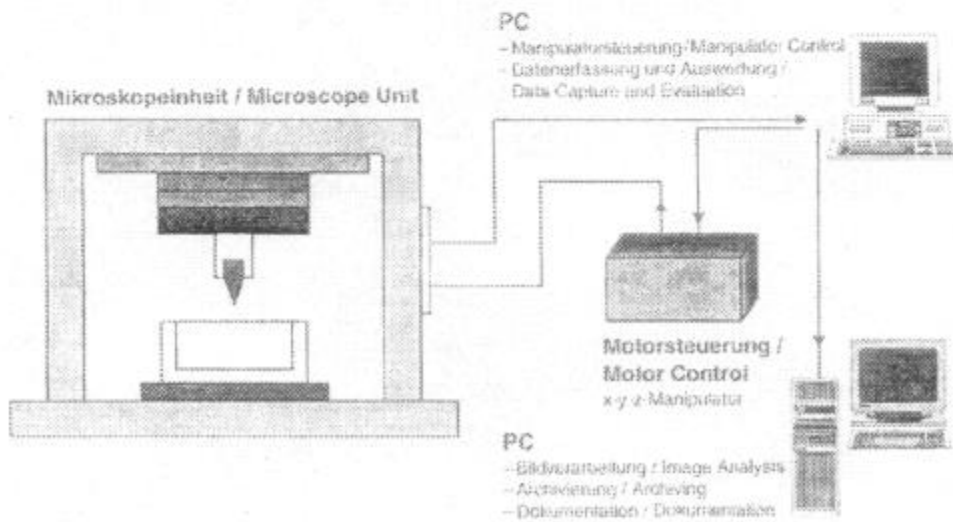


Figura III.25. Representación esquemática del BEMI

Las más importantes son la unidad de microscopio, la unidad de control de motor, una PC que controla los movimientos x-y-z del posicionador de la sonda sobre la probeta en estudio, toma datos y realiza la evaluación de las probetas a estudiar, todo junto a otra PC que hace análisis de imágenes, recopilación de archivos y documentación.

Un sistema muy preciso guía al pequeño sensor (bobina) y lo posiciona sobre la superficie del material a inspeccionar con una precisión de $\pm 1 \mu\text{m}$. Los datos obtenidos son guardados en archivos y pueden ser clasificados y procesados luego de haber sido hechas las mediciones [43].

Se tomaron mediciones de corrientes inducidas sobre algunas de las muestras ensayándose con tres frecuencias distintas: 0.5, 1 y 2 MHz. Las condiciones de medición

del equipo (frecuencias, punto de balance y ganancia) fueron fijadas siempre en los mismos valores para todos los ensayos.

Las probetas estudiadas para el acero inoxidable AISI 310 fueron: A3, SA0, SA10 y SA12 y para el acero AISI 304: B3, B0, B6 y B10. La serie de probetas de acero inoxidable 347 H no pudo ser medida utilizando esta técnica debido fundamentalmente a la rugosidad de la superficie de sus caras, ya que era imposible el deslizamiento del sensor sin que éste sufriera daño. Tampoco era adecuada la geometría de las mismas, ya que resultaba dificultoso posicionarlas para efectuar las mediciones, pues éstas debían hacerse sobre el canto de la muestra. En cambio las probetas de los otros dos tipos de aceros presentan superficies más lisas, por las cuales el sensor puede desplazarse sin dificultad.

Para realizar las mediciones, se trazaron sobre cada una de las caras de las muestras dos líneas perpendiculares entre sí cruzando la probeta de lado a lado. En el centro de la misma se marcó un pequeño cuadrado de 6 mm de lado para delimitar el lugar que recorrería el sensor. La sonda barre la región cuadrada con pasos de 75 μm . Se obtuvieron valores de la parte Real e Imaginaria del plano de impedancia para corrientes inducidas. Además, se obtuvieron mapas de colores que representan a las señales obtenidas en la interacción de la sonda con el material estudiado. Los colores están de acuerdo con los valores de la señal de corrientes inducidas.

En la PC puede verse la evaluación de las partes Real e Imaginaria de las señales de corrientes inducidas. También se obtiene un mapa de colores para las señales de corrientes obtenidas por el sensor en esa región de la probeta. Cabe aclarar que tanto los valores obtenidos de las señales de corrientes inducidas como las distribuciones de colores involucran distintos tipos de información de la muestra: presencia de capa de óxido, existencia de capa de carburos, diferentes valores de permeabilidad magnética (μ) o de conductividad (σ), diversas inhomogeneidades.

Pero otra vez, las mediciones logradas son sólo cualitativas, pues a partir de ellas no se puede conocer a qué se debe cada uno de los valores de las partes Real e Imaginaria de las señales de corrientes inducidas para las diferentes frecuencias y de los colores porque no se tienen patrones que permitan relacionarlos con diferentes propiedades del material en cuestión.

BEMI- Eddy current scan

Carburisation SS AISI 304

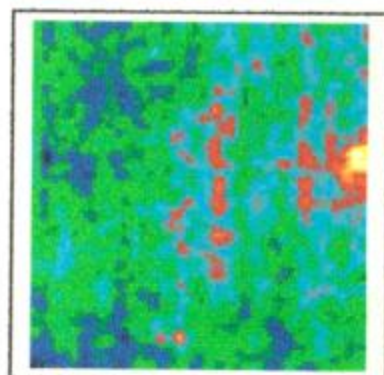
Sample B6 - 4 hours carburisation

Settings:

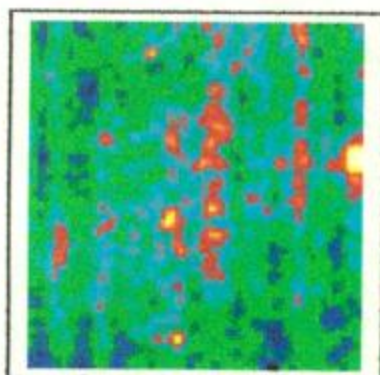
Frequenz [MHz]	2	1	0.5
Hf-Gain [dB]	15	15	20
Nf-Gain [dB]	30	50	60
Phase [°]	132	45	0

Scan-Data

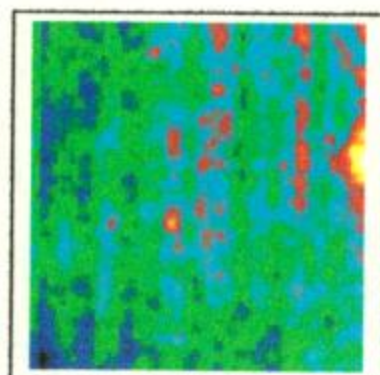
	steps	stepwidth	way
X	81	75 μ	6mm
y	81	75 μ	6mm



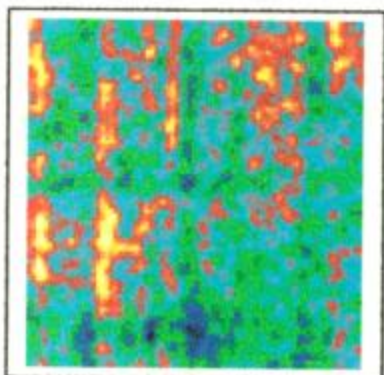
Re1



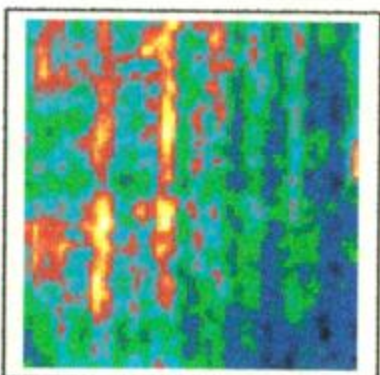
Re2



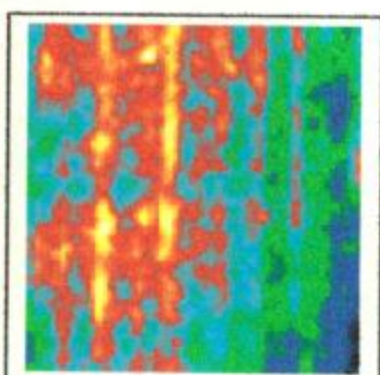
Re3



Im1



Im2



Im3

Figura III.26. Imágenes obtenidas con BEMI sobre un sector de la probeta B6 de acero inoxidable AISI 304.

BEMI- Eddy current scan

Carburisation SS AISI 304

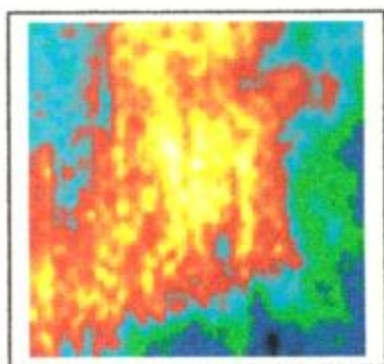
Sample B10 - 8 hours carburisation

Settings:

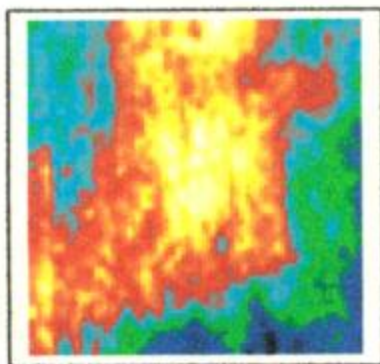
Frequenz [MHz]	2	1	0.5
Hf-Gain [dB]	15	15	20
Nf-Gain [dB]	30	50	60
Phase [°]	132	45	0

Scan-Data

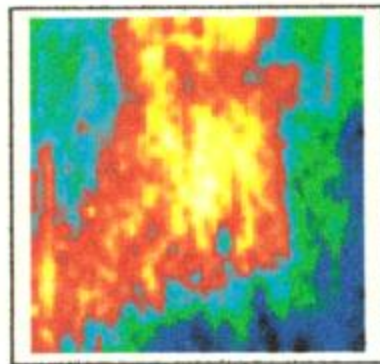
	steps	stepwidth	way
X	81	75 μ	6mm
y	81	75 μ	6mm



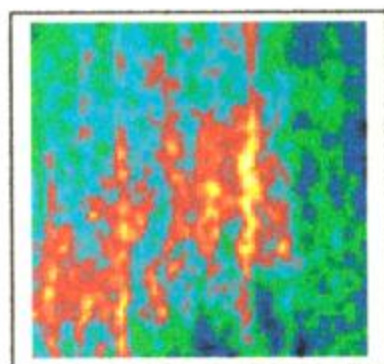
Re1



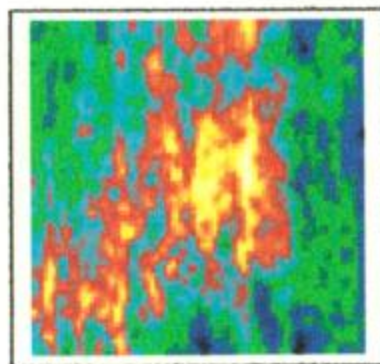
Re2



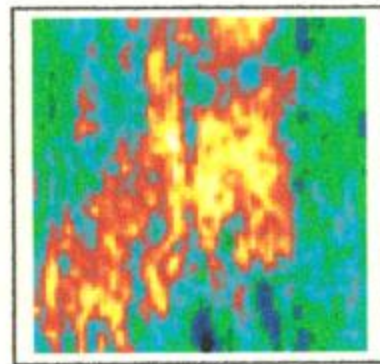
Re3



Im1



Im2



Im3

Figura III.27. Imágenes obtenidas con BEMI sobre un sector de la probeta B10 de acero inoxidable AISI 304.

En las Figuras III.26 y III.27 se muestran imágenes de colores que resultaron de la correspondencia con los valores medidos de corrientes inducidas con el BEMI sobre la muestras B6 y B10 (aceros inoxidables AISI 304 carburizadas durante 4 y 8 horas respectivamente). Las partes Real e Imaginaria 1, 2 y 3 se refieren respectivamente a cada una de las frecuencias de ensayo indicadas. En las imágenes se pueden ver distintas intensidades de colores distribuidas en la región cuadrada de 6 x 6 mm estudiada. Podría decirse que las señales representadas por los colores amarillos y rojos revelan mayor inhomogeneidad de alguna propiedad en la muestra B6 que en la B10 donde estos colores ocupan mayor parte de la zona inspeccionada.

D. CARACTERIZACIÓN DE LAS PROBETAS DE ACEROS INOXIDABLES CARBURIZADAS CON UN EQUIPO BASADO EN UN PUENTE MAGNÉTICO DE CORRIENTE ALTERNA

En las secciones anteriores se describió la detección no destructiva a partir de corrientes inducidas, de las variaciones en las probetas de los tres tipos de aceros inoxidables estudiados, debido al proceso de carburización.

Tales variaciones en la conductividad resultaron muy pequeñas, a veces imposible de discriminar para muestras tratadas con distintos tiempos de carburización para la sensibilidad de las técnicas empleadas. Además no fue posible determinar una tendencia general de los valores de resistividad con los tiempos de tratamiento térmico como fue observado en los gráficos correspondientes.

Tampoco se observó un comportamiento ferromagnético de las muestras como se esperaba, presentando sólo algunas de ellas un muy leve ferromagnetismo como lo muestran los gráficos de impedancia obtenidos con el equipo ECT MAD8D. Por otro lado, con las técnicas magnéticas empleadas tampoco se encontró variación en la permeabilidad magnética de las probetas carburizadas.

Entonces, se buscó aplicar una técnica capaz de estudiar todo el espesor de las muestras, para ver si de esta manera se detectaba alguna de las variaciones observadas por metalografía.

Debido a estas razones se encaró en el laboratorio del ENDE el desarrollo de un sistema basado en mediciones de reluctancia magnética para la evaluación simultánea de cambios en la permeabilidad magnética y en la conductividad de las muestras. Dicho sistema está basado en un puente magnético de corriente alterna. Esta tecnología es conocida para realizar aplicaciones no destructivas de campos electromagnéticos [44]. Las frecuencias que generalmente se utilizan están entre los varios cientos de Hertz y los varios kilohertz. A continuación se dará una breve síntesis de los principios de este planteo.

Se puede esquematizar el puente magnético de corriente alterna como lo ilustra la Figura III.28, configuración similar a un circuito eléctrico tipo puente de Wheatstone. Las áreas sombreadas indican ramas hechas con ferrite, que posee una elevada permeabilidad relativa y baja pérdida.

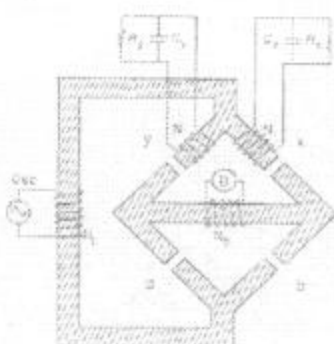


Figura III.28. Esquema de un puente magnético de corriente alterna.

El circuito magnético está alimentado por corriente eléctrica que fluye a través del bobinado conectado al oscilador (N_1), y la tensión de salida se mide sobre el bobinado N_0 . Como lo indica la figura, el circuito posee “entrehierros” en las ramas del puente, donde se ubican las probetas a ensayar. En el proceso de medición, las muestras se insertan en uno o más de estos entrehierros, en general en aquellos designados por x o y. De esta manera, los entrehierros y sus materiales asociados tienen su analogía en las impedancias de los puentes eléctricos.

Los componentes eléctricos (resistencias y capacitores) adosados a los bobinados en las ramas del puente x e y, sirven para balancearlo y además ajustando los valores de estos

parámetros eléctricos, las reluctancias complejas en estas ramas del puente pueden modificarse. Al igual que las impedancias eléctricas, las reluctancias poseen una parte real (Re) y otra imaginaria (Im). La relación entre la reluctancia compleja total Z y sus partes real e imaginaria está dada por las siguientes expresiones [44, 45]:

$$Z = \sqrt{\text{Re}^2 + \text{Im}^2} \quad (\text{III.10})$$

estando Re e Im asociadas a las resistencias y capacitancias propias de la rama del puente donde se encuentren:

$$\text{Re} = N^2 \omega^2 C_x \quad (\text{III.11})$$

$$\text{Im} = -\frac{N^2 \omega}{R_x} \quad (\text{III.12})$$

Se ha demostrado en [45] que la reluctancia imaginaria es una función de la conductividad de la muestra y la parte real, función del lift-off, la permeabilidad de la muestra y de la forma general del campo magnético dentro de la muestra.

La presencia de una probeta dentro o cerca de alguno de los entrehierros produce un desbalance en el flujo magnético del puente, el cual puede ser balanceado nuevamente ajustando los componentes eléctricos R y C asociados a las bobinas de las ramas x e y del puente.

Como se trata de un sistema basado en un puente, las mediciones resultan comparativas. Por lo tanto, se podrían observar las diferencias en las reluctancias entre el puente magnético con una muestra dentro de uno de los entrehierros y el puente sin la muestra a la misma frecuencia de ensayo; o también considerar la diferencia entre muestras no tratadas o sin presencia de anomalías y las muestras de interés. A la frecuencia elegida para el ensayo, la medición podría consistir en medir las resistencias R y las capacidades C requeridas para anular el puente con la muestra dentro del entrehierro y sin ella. A partir de las expresiones III.11 y III.12 y conocidos R y C que balancean el puente, se podrían calcular los valores de las partes real e imaginaria de la reluctancia para los casos con presencia de la muestra en el entrehierro y sin ella o de la muestra tratada térmicamente y sin tratamiento. Las reluctancias real e imaginaria resultantes surgen de la diferencia entre las correspondientes con y sin probeta o con probeta tratada o no térmicamente, en el entrehierro.

Sobre la base de estas ideas se construyó en el laboratorio del ENDE un circuito similar de acuerdo a la forma de los ferrites ofrecidos por los proveedores. Así, se dispuso la configuración que indica la Figura III.29.

Las consideraciones electrónicas correspondientes a la construcción del circuito se encuentran en [46].

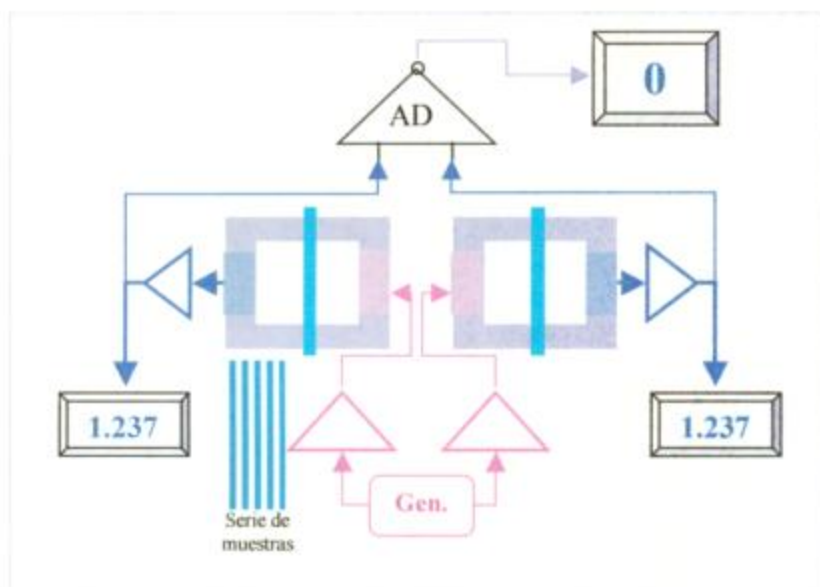


Figura III.29. Esquema del circuito puente magnético construido en el laboratorio del ENDE.

En la disposición de la figura se observan dos pares de núcleos de ferrite, cuyas ramas presentan bobinados tanto de excitación (en color rojo) como sensores (en color azul), un generador senoidal de ondas de corriente eléctrica, amplificadores operacionales en cada rama del circuito y uno diferencial dentro de la PC, la que contiene el sistema de adquisición de datos.

La Figura III.30 muestra al equipo construido junto al instrumental para la lectura de las tensiones y corrientes en la puesta a punto para el funcionamiento del mismo.



Figura III.30. Equipo construido en el ENDE.

El proceso de medición consiste en principio en balancear el puente colocando en los entrehierros del dispositivo dos piezas plásticas de igual geometría que las probetas a ensayar, para compensar posibles diferencias de construcción, y en la permeabilidad del material que los constituye. Luego, se reemplazan ambas piezas y se balancea el puente con dos muestras de referencia as received, del mismo material y características. Para realizar las mediciones sobre las muestras tratadas con carburización, se deja una de las probetas de referencia en uno de los entrehierros y se reemplaza la otra por las probetas carburizadas en forma sucesiva. Se leen los valores de tensión resultante en la PC para cada una de las muestras tratadas. Dicha tensión surge del promedio de 10 valores leídos por cada toma de datos que efectúa el sistema de adquisición de datos.

Con tal equipo se midieron las tensiones inducidas sobre las ramas inductivas, es decir sobre los bobinados sensores, relativas a una muestra de referencia. Tales valores se presentan en el Apéndice B. Se debe aclarar que la zona de medición sobre cada una de las probetas fue de dos regiones circulares de 1 cm^2 cada una, justamente donde apoyaban los extremos de los núcleos de ferrite del circuito magnético.

Para optimizar la sensibilidad y la estabilidad del equipo, se hicieron distintas series de mediciones de prueba utilizando un amplio rango de frecuencias de ensayo (3 a 50 kHz),

eligiéndose la de 5 kHz como frecuencia de trabajo. A esta frecuencia de ensayo, la profundidad de penetración en el material, es para el acero inoxidable AISI 304 de 6 mm y para el AISI 310 de 6.6 mm. De esta manera, el efecto observado por el dispositivo es la integración en todo el espesor de la muestra.

Vale aclarar que en este caso no se midieron valores de componentes eléctricos para balancear el puente y a partir de ellos calcular un valor de reluctancia para relacionarlo con las características magnéticas o eléctricas de las probetas. En cambio, partiendo de la condición de puente balanceado con las muestras de referencia, se midió la diferencia entre la tensión inducida sobre los bobinados sensores de las muestras carburizadas respecto a la de referencia.

Para calcular algún valor de reluctancia relacionado con esta configuración particular del circuito se debería haber analizado el mismo mediante las ecuaciones correspondientes, lo cual hubiese demandado mayor cantidad de tiempo. De esta manera, al medir sólo la diferencia de las tensiones inducidas entre las muestras con distintos tiempos de carburización, se pudo estimar si el equipo podía discriminar algún tipo de diferencia en alguna de las propiedades de aquéllas.

Hay que aclarar también que en este caso se efectuaron mediciones solamente en las probetas correspondientes a dos de los aceros inoxidables estudiados, los AISI 304 y 310, ya que las geometrías de las muestras eran similares. No se evaluó con este equipo a las probetas de acero inoxidable AISI 347 H, ya que éstas poseen una geometría diferente de la de las anteriores, y por lo tanto la comparación de los resultados no hubiese sido posible. Tampoco se graficaron los resultados correspondientes a las probetas de acero inoxidable AISI 304 con tratamientos de 2 y 3 horas de carburización repetidos, ya que presentaban valores muy similares a los tratamientos originales.

La Figura III.31 ilustra los resultados obtenidos para las muestras de las dos aleaciones estudiadas. En ella se puede notar que el dispositivo, si bien es capaz de diferenciar las distintas resistividades correspondientes a los dos tipos de aceros, no puede discriminar las diferencias en la variación de resistividad producida por el tratamiento de carburización, excepto en algunas de las probetas del AISI 310 sin solubilizar. A través de estas mediciones también se puede apreciar el efecto del tratamiento de solubilización efectuado sobre las muestras de acero inoxidable AISI 310. Puede notarse que para estas

muestras de acero AISI 310 sin tratamiento de solubilización, los resultados obtenidos no determinan una tendencia clara en su comportamiento, de acuerdo con la duración del tratamiento de carburización. Mientras que para pocas horas de carburización, los valores se mantienen relativamente cercanos, para las duraciones más largas los valores crecen muy significativamente, en especial para el tratamiento de 4 horas. Por otro lado, se ve que para el acero AISI 304 el valor obtenido para la muestra as received, se mantiene por debajo de todos los valores medidos sobre las probetas con carburización, mientras que para la otra aleación solubilizada previamente, el valor de la muestra as received se encuentra ligeramente por encima de los valores medidos.

Como se mencionó más arriba, el equipo integra en el espesor de la muestra, con lo cual no solamente considera los efectos superficiales de ambas caras, sino que promedia con la matriz en la zona interna de cada muestra. Tal vez esta es la razón por la que no sea posible detectar diferencias entre las probetas carburizadas con diferentes tiempos, para un mismo material.

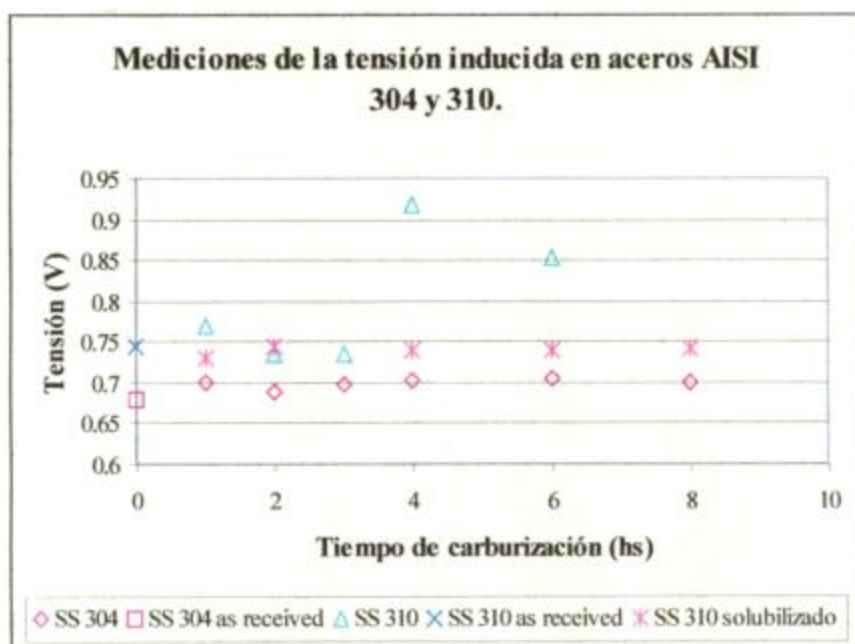


Figura III.31. Mediciones de la tensión inducida en los bobinados sensores del equipo diseñado y construido en el ENDE.

Con esta serie de mediciones concluye la evaluación de los materiales sometidos a tratamiento de carburización. En el Capítulo IV se presentarán algunos comentarios destinados a discutir los aspectos más importantes de este trabajo.

CAPITULO IV

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

El análisis de los resultados obtenidos se presentará de acuerdo a la secuencia en que fueron desarrollados a lo largo del trabajo.

A partir del problema de la carburización, presente en muchas situaciones en la industria donde materiales como los aceros inoxidable son expuestos a severas condiciones de temperatura y de atmósferas agresivas, se caracterizaron muestras preparadas mediante un riguroso análisis microestructural y se evaluaron los cambios sufridos en las mismas como consecuencia de tales tratamientos, con técnicas no destructivas. De esta manera, el estudio realizado sobre tres aleaciones diferentes de aceros inoxidable austeníticos se dividió en dos partes, una de ellas, la caracterización microestructural del material para observar las modificaciones que había sufrido éste después de los tratamientos térmicos realizados, detallada en el Capítulo II. La otra, la evaluación no destructiva de las probetas tratadas, utilizando diferentes técnicas para observar cambios en las propiedades eléctricas y magnéticas causadas por el proceso de carburización, presentado en el Capítulo III.

En lo que sigue se destacarán los resultados más importantes de cada una de las partes del trabajo mencionadas para luego relacionarlas entre sí.

En el Capítulo II se presentaron los procedimientos para la preparación de los materiales y los resultados de la caracterización microestructural de las muestras. Así, en las micrografías obtenidas, se pudo observar la presencia de los carburos precipitados, sus pequeñas dimensiones, su morfología y cómo éstos se distribuían en la cercanía de la superficie de la muestra para formar dos capas bien diferenciadas en cuanto a la densidad de los carburos: la Capa I, subsuperficial, con precipitados dentro de los granos y en los bordes de grano y, más al interior del material, la Capa II con precipitación sólo en los bordes de grano. Se observó además que el contenido de los principales aleantes variaba en las distintas zonas de estas capas, debido al ingreso del C y a las modificaciones que éste generó en el material. Así, en la zona subsuperficial, el contenido en peso de Cr es mayor que el correspondiente a la aleación; mientras que en la matriz éste no varía, demostrando

que hasta ella no ha llegado el efecto del tratamiento de carburización. Es decir, que este proceso solamente afectó a las adyacencias de la superficie de las probetas. Tales resultados están de acuerdo con lo observado también en los perfiles de los distintos elementos aleantes tomados con la microsonda.

También, se estudió la evolución de los espesores de tales capas de precipitados según la duración temporal de la carburización, observándose un incremento en los mismos. Según la aleación considerada, se midieron diferentes extensiones de estos espesores. Así, se pudo corroborar que de acuerdo a la resistencia ofrecida al proceso de carburización por cada uno de los tres tipos de aceros inoxidable, el acero más resistente resultó ser el AISI 310 solubilizado, en segundo lugar el 347 H y el que permite el ingreso de la mayor cantidad de C es el AISI 304.

A partir de la medición de los espesores de las capas de carburos, se obtuvo una cinética con tendencia aproximada a $x^2 \propto t$ para el acero 347 H y con mayor exponente para los otros aceros, evidenciando una cinética más rápida que la esperada. También se observó la diferencia en la cinética para el acero AISI 310 no solubilizado, el cual no presenta un comportamiento parabólico, revelando un bajo ingreso de C. Al solubilizar el acero AISI 310 se lograron obtener espesores de capas de carburos más gruesos que en el caso no solubilizado, ya que en este caso la difusión del C desde la atmósfera será menos dificultosa porque no hay carburos en el metal que entorpezcan su ingreso.

Se obtuvieron valores del coeficiente de difusión en volumen del C en los tres tipos de aceros inoxidables estudiados, similares y de acuerdo con los datos encontrados en la bibliografía para aleaciones austeníticas a una temperatura de 950 °C, muy próxima a la utilizada en los tratamientos de carburización realizados.

También se pudo comprobar que los tratamientos de carburización generaron en las probetas superficies de mayor dureza con el incremento del tiempo de exposición. Según los perfiles de microdureza obtenidos, los valores decaen hacia la matriz de las probetas y se estabilizan más allá de las capas I y II de carburos precipitados.

Los perfiles de los contenidos en peso y atómico de los distintos elementos aleantes permitieron observar la presencia de mayor cantidad de Cr en la zona subsuperficial de las probetas, confirmando la presencia de carburos de este elemento. Además, se observó que el ingreso de C en las probetas había sido importante, ya que el contenido en peso de este

elemento es significativamente mayor que su valor nominal en la aleación. Por otro lado, los aceros inoxidables AISI 304 y 347 H tuvieron mayor ingreso de C que el acero 310, de acuerdo a la mayor resistencia ofrecida por este material a tal tratamiento.

Con respecto a la identificación de los carburos en las probetas, se observó la presencia de los carburos $Cr_{23}C_6$, con alta probabilidad, cuando se analizaron los diagramas de Rx tomados sobre las superficies expuestas a la carburización levemente desbastadas. De esta manera, el área de la probeta expuesta al haz de Rx era del orden de la sección del mismo. En cambio, para los diagramas tomados sobre las superficies usadas para la caracterización metalográfica, estos carburos no se detectaron mediante esta técnica, ya que la superficie expuesta al haz de Rx era mucho menor que éste, y además la cantidad de carburos presente en esa sección era muy poca, ya que ellos están distribuidos sólo en las zonas subsuperficiales. Como se mencionó en el capítulo II, estos carburos son los más característicos en los procesos de carburización.

En el Capítulo III se presentaron todos los ensayos no destructivos realizados sobre las probetas carburizadas para evaluar cambios en su resistividad eléctrica y en su comportamiento magnético.

A partir de las mediciones de resistividad en las muestras expuestas a distintos tiempos de tratamiento de carburización, no se pudo observar una tendencia neta en el comportamiento de esta propiedad física de acuerdo con la evolución del tratamiento térmico. Sin embargo, a las frecuencias de mayor sensibilidad, se notó que el material con tratamiento presentaba mayor resistividad que el as received, hecho que coincide con lo encontrado en la bibliografía [38, 39].

Además, en casi todas las muestras hay diferencia en los valores de esta magnitud física en ambas caras de la probeta, evidenciando cierta inhomogeneidad, tal vez por el tratamiento térmico aplicado o por la presencia de alguna capa no homogénea de óxido sobre la superficie de la muestra.

De todas maneras, los valores medidos de conductividad y las correspondientes resistividades calculadas no evidencian diferencias importantes para las probetas con diferentes tiempos de tratamiento.

Aunque las diferencias en los tiempos de exposición a la carburización se hacen notorios en el crecimiento del espesor de las capas de precipitados, no es posible detectarlas midiendo la conductividad en las probetas. Puede decirse entonces, que los tiempos de tratamiento térmico han resultado muy cortos para generar modificaciones significativas en el material capaces de ser discriminadas por tal ensayo.

En todos los casos, las técnicas no destructivas utilizadas, ya sea para medir propiedades eléctricas o magnéticas, fueron capaces de discriminar a las tres aleaciones de aceros inoxidable en cuestión.

Por otro lado, y en concordancia con los resultados obtenidos con el equipo MIZ 22, no se logró obtener una discriminación total de las probetas tratadas con el equipo de corrientes inducidas ECT MAD8D, ensayando a distintas frecuencias y con los dos tipos de sondas utilizadas. Muchas veces, para las muestras con tratamientos térmicos más largos, las curvas en el plano de impedancia resultaban superpuestas.

Con respecto a las mediciones hechas para encontrar alguna variación en las propiedades magnéticas, debido al proceso de carburización, no fue posible detectar ningún cambio en la permeabilidad magnética del material.

Si en algún caso, en los diagramas del plano de impedancia se observó un leve comportamiento ferromagnético, éste debe ser asociado a la presencia de alguna capa de óxido de Fe en la superficie inspeccionada, pero no debido al problema de la carburización del material, ya que con la técnica de ruido Barkhausen en ninguna de las muestras se detectó tal comportamiento. Excepto, al ensayar sobre las superficies que habían sufrido deformación por corte en las probetas del acero AISI 347 H.

Por último, también con el equipo basado en el circuito magnético, se pudieron detectar las diferencias entre las tres aleaciones de los diferentes aceros inoxidable, pero no se pudo discriminar entre las probetas expuestas a distintos tiempos de tratamientos de carburización.

Como conclusión entonces, se puede decir que los tratamientos de carburización a los que fueron expuestas las probetas resultaron ser demasiado cortos para poder ser detectadas las modificaciones producidas por aquéllos, con las técnicas no destructivas empleadas en este trabajo. Sin embargo, tales cambios en las probetas pudieron ser detectados a través del análisis microestructural realizado.

Por lo tanto, es de suponer que para futuros trabajos, en los que se pretenda estudiar este problema de carburización para ser detectado mediante ensayos no destructivos, se debe contar con patrones expuestos a tratamientos mucho más largos, como los que se reportan en [9], [47], [48], con exposiciones durante periodos de tiempo por encima de cientos o miles de horas.

Existen algunos otros aspectos del trabajo que sería útil discutir en esta sección.

Para conocer la cinética de la carburización, hubiese sido conveniente pesar las probetas antes de los tratamientos de carburización que permitieron el ingreso de C, y después de ellos. Así, se podría haber tenido dos medidas diferentes de la cinética de este proceso: 1) a través de la relación entre la ganancia en masa de la muestra al incorporarse el C de la atmósfera y el tiempo del tratamiento térmico [8], 2) a partir de la medición de los espesores de las capas de carburos precipitados con la evolución temporal del tratamiento térmico. Lamentablemente, no se llevó a cabo el primer procedimiento al principio del desarrollo del trabajo por falta de experiencia, perdiéndose así información potencialmente valiosa, y en cambio sólo se optó estudiar la cinética por el procedimiento metalográfico.

Por otro lado, se debieron haber utilizado muestras del acero AISI 347 H con la misma geometría y conformado que las de los otros dos materiales (AISI 304 y 310). De esta manera, hubiese sido posible el ensayo con el equipo tipo puente magnético sobre este material para comparar los resultados entre las tres aleaciones. En un primer momento no se consideró la necesidad de realizar mediciones con este circuito y por eso se extrajeron probetas del tubo.

Cuando se analizaron métodos de carburización a aplicar sobre las muestras, se consideró la posibilidad de colocar a las probetas dentro de tubos de cuarzo y efectuar una "pack-carburization" utilizando carbonato de bario como medio para proveer el C. De esta manera, se evitaba el crecimiento de capas de óxido sobre las superficies de las probetas. Se realizaron los cálculos correspondientes a las presiones que debía soportar el tubo a la temperatura del tratamiento y se comprobó que eran muy altas, con lo cual no era factible dicha disposición. Entonces, tratando de simular lo más posible los procesos de carburización en las plantas industriales, se realizaron los tratamientos en hornos con la atmósfera descrita en el capítulo II.

Por otro lado, vale aclarar que la corta duración de los tratamientos de carburización estuvo relacionada con la limitación de los hornos. Para realizar este tipo de procesos se requieren hornos que trabajen con atmósferas especiales, mientras que los que permitirían tratamientos más extensos no admiten esta posibilidad.

CAPITULO V

CONCLUSIONES

1. A partir de la caracterización microestructural de las tres aleaciones de aceros inoxidable austeníticos estudiados se pudieron observar los cambios generados en ellos como consecuencia de su exposición a los tratamientos de carburización.
2. Las capas de carburos de Cr precipitados en la probetas de los diferentes aceros inoxidable presentan diferentes espesores, de acuerdo con la resistencia ofrecida al proceso de carburización de cada uno de estos materiales. Además, los espesores se incrementan con el aumento de la duración temporal de este tratamiento termoquímico.
3. La cinética estudiada a partir de la medición del espesor de las capas de segundas fases arrojan una ley del tipo $x^2 \propto \text{cat}$ para la aleación 347 H, coincidente con los comportamientos de las cinéticas reportadas en la bibliografía para este tipo de tratamientos, mientras que para las otras dos aleaciones la cinética es más rápida.
4. La solubilización del acero inoxidable tipo AISI 310 permitió obtener espesores de capas de carburos de Cr más extensos con respecto al caso no solubilizado, debido a que la difusión del C desde la atmósfera se ve facilitada después de este tratamiento que disuelve los posibles carburos remanentes en las probetas.
5. Los valores de los coeficientes de difusión calculados a partir de los espesores de las capas de precipitados arrojaron resultados comparables a los reportados en la bibliografía para aleaciones austeníticas expuestas a tratamientos térmicos con temperaturas similares.
6. Los tratamientos de carburización realizados sobre las muestras estudiadas otorgaron una mayor dureza a la superficie de las mismas donde se encontraban los carburos precipitados. Hacia el interior de las probetas se comprobó una disminución de esta propiedad mecánica hasta llegar a valores característicos para cada aleación en la matriz de las mismas.
7. Las técnicas de ensayos no destructivos aplicadas para detectar las modificaciones observadas en la caracterización microestructural de los aceros evaluados no fueron capaces de discriminar las diferencias entre las probetas carburizadas con diferentes

tiempos de exposición. Sin embargo, todas lograron diferenciar las tres aleaciones consideradas en este trabajo.

8. Las resistividades medidas sobre las probetas con los dos equipos comerciales utilizados no muestran diferencias significativas entre las muestras expuestas a distintos tiempos de tratamiento térmico. En algunos casos, se observan diferencias entre los valores medidos sobre ambas superficies de una misma muestra, evidenciando cierta inhomogeneidad del proceso de carburización o una distribución no homogénea de capas de óxido.
9. Para las evaluaciones con corrientes inducidas a las frecuencias de ensayo más sensibles, la resistividad de las muestras con tratamiento de carburización resultó ser mayor que la correspondiente a la probeta as received para ese material, de acuerdo a lo reportado en la bibliografía.
10. No se observó variación alguna en la permeabilidad magnética de ninguna de las aleaciones consideradas como consecuencia de los tratamientos de carburización, según lo evidenciaron las evaluaciones realizadas con técnicas magnéticas específicas.
11. El equipo tipo puente magnético construido en el laboratorio del ENDE tampoco pudo resolver las diferencias entre las muestras carburizadas durante periodos de tiempo diferentes, si bien también discriminó entre las distintas aleaciones.
12. Las duraciones de los tratamientos de carburización realizados sobre las probetas resultaron ser demasiado cortas para que las modificaciones producidas en el material por aquéllos pudieran ser detectadas con las técnicas no destructivas empleadas en este trabajo.

APENDICE A

CARACTERIZACIÓN MICROESTRUCTURAL

A.1. Medición de los espesores de las capas de carburos precipitados

Como se expresó anteriormente, se repitieron los tratamientos de carburización con dos y tres horas de duración para las muestras de acero 304. Se tomó tal decisión debido a que para estos dos tiempos de tratamiento térmico, los espesores medidos de ambas capas presentaban valores iguales dentro del error.

Los nuevos tratamientos fueron realizados en iguales condiciones de temperatura y atmósfera que los tratamientos hechos en la primera etapa del trabajo. Los resultados se presentan en la Tabla A.1.

Tiempo de tratamiento de carburización (hs)	AISI 304			
	Primera etapa		Repetición de tratamiento de carb.	
	e_I (μm)	e_{II} (μm)	e_I (μm)	e_{II} (μm)
2.00 ± 0.08	224 ± 16	467 ± 28	102 ± 22	312 ± 22
3.00 ± 0.08	225 ± 14	479 ± 34	90 ± 29	312 ± 52

Tabla A.1

Estos datos demuestran que otra vez resultaron valores de espesores iguales dentro del error, aunque notablemente menores que los primeros, para las capas I y II en las dos muestras expuestas con diferentes tiempos. Además se observó menor uniformidad en los espesores de ambas capas de carburos. Por otro lado, reemplazando los datos de los dos primeros tratamientos térmicos por estos nuevos, se realizó un ajuste no lineal con el programa Origin 6.0 Professional. En la Figura A.1 se ilustran las curvas para ambas capas de carburos. Los ajustes no lineales que resultaron para ambas capas arrojaron exponentes mayores que en el caso de los datos utilizados en el Capítulo II, por esta razón, los mismos no fueron incluidos en dicho capítulo.

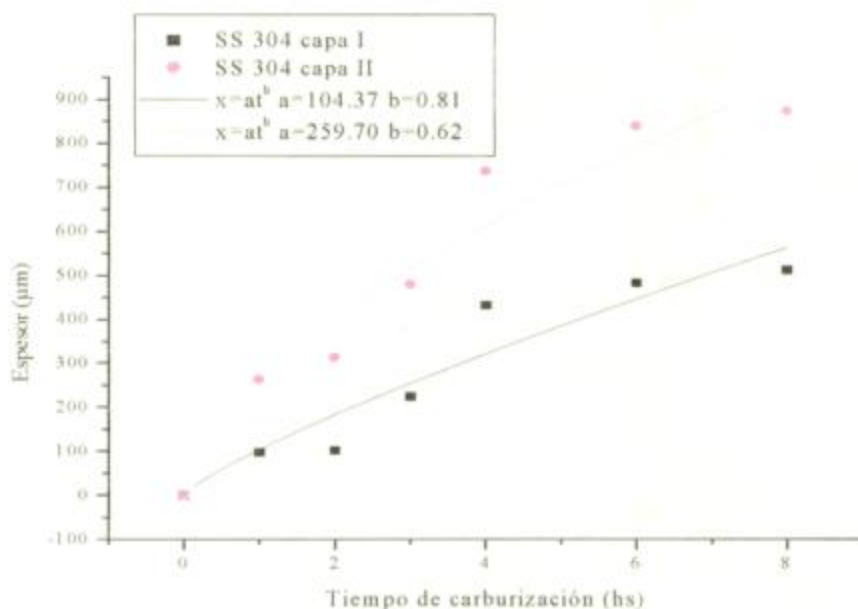


Figura A.1

Los parámetros de las curvas ajustadas anteriormente con sus respectivos errores y coeficientes de correlación son:

i) SS 304, espesores de la capa I de carburos

$$a = 104 \pm 37 \mu\text{m}/(\text{hs})^b$$

$$b = 0.81 \pm 0.20$$

$$R^2 = 0.8692$$

ii) SS 304, espesores de la capa II de carburos

$$a = 260 \pm 50 \mu\text{m}/(\text{hs})^b$$

$$b = 0.61 \pm 0.11$$

$$R^2 = 0.9137$$

En lo que sigue, se presentan los valores obtenidos de los parámetros a y b, con sus errores y coeficientes de correlación respectivos, para las curvas no lineales ajustadas en el Capítulo II.

a) Curvas correspondientes a la Figura II.9

i) SS 304, espesores de la capa I de carburos

$$a = 135 \pm 33 \mu\text{m}/(\text{hs})^b$$

$$b = 0.68 \pm 0.14$$

$$R^2 = 0.8959$$

ii) SS 310, espesores de la capa I de carburos

$$a = 101 \pm 19 \mu\text{m}/(\text{hs})^b$$

$$b = 0.24 \pm 0.14$$

$$R^2 = 0.5013$$

iii) SS 347, espesores de la capa I de carburos

$$a = 111 \pm 28 \mu\text{m}/(\text{hs})^b$$

$$b = 0.48 \pm 0.15$$

$$R^2 = 0.8452$$

b) Curvas correspondientes a la Figura II.10

i) SS 304, espesores de la capa I de carburos

Idem punto a).

ii) SS 310 solubilizado, espesores de la capa I de carburos

$$a = 87 \pm 9 \mu\text{m}/(\text{hs})^b$$

$$b = 0.69 \pm 0.06$$

$$R^2 = 0.9897$$

iii) SS 347, espesores de la capa I de carburos

Idem punto a).

c) Curvas correspondientes a la Figura II.11

i) SS 310, espesores de la capa I de carburos

Idem punto a).

ii) SS 310 solubilizado, espesores de la capa I de carburos

Idem punto b).

d) Curvas correspondientes a la Figura II.12

i) SS 304, espesores de la capa II de carburos

$$a = 306 \pm 44 \mu\text{m}/(\text{hs})^b$$

$$b = 0.53 \pm 0.09$$

$$R^2 = 0.9281$$

ii) SS 347, espesores de la capa II de carburos

$$a = 248 \pm 47 \mu\text{m}/(\text{hs})^b$$

$$b = 0.54 \pm 0.11$$

$$R^2 = 0.9241$$

e) *Curvas correspondientes a la Figura II.13*

i) SS 304, diferencia entre espesores de las capas I y II de carburos

$$a = 179 \pm 11 \mu\text{m}/(\text{hs})^b$$

$$b = 0.36 \pm 0.04$$

$$R^2 = 0.9611$$

ii) SS 347, diferencia entre espesores de las capas I y II de carburos

$$a = 136 \pm 22 \mu\text{m}/(\text{hs})^b$$

$$b = 0.58 \pm 0.09$$

$$R^2 = 0.9545$$

A.2. Mediciones de microdureza

A continuación se presentan los valores obtenidos en las mediciones de dureza sobre las probetas de aceros austeníticos utilizados en el desarrollo del presente trabajo. Los resultados se presentan en las Tablas A.2, A.3, A.4, A.5 y A.6 agrupados según tipo de aleación o muestras testigo y as-received. Tales valores fueron extraídos de tablas [29] con valores de dureza Vickers para fuerza de ensayo de 100 gramos, a partir del cálculo del promedio de la longitud de las diagonales de la impronta.

Se midió un perfil de dureza para las muestras carburizadas con tiempos de exposición de 2, 4, 6 y 8 horas, en cada tipo de acero inoxidable.

Distancia desde la superf. (mm)	Dureza en muestras de SS AISI 304 (HV 100)			
	B1 (2hs)	B6 (4 hs)	B7 (6 hs)	B10 (8 hs)
0.10 ± 0.01	452 ± 22	441 ± 19	488 ± 25	500 ± 26
0.20 ± 0.01	383 ± 17	392 ± 18	303 ± 12	464 ± 23
0.30 ± 0.01	358 ± 16	315 ± 13	269 ± 10	285 ± 11
0.40 ± 0.01	309 ± 13	245 ± 9	184 ± 6	250 ± 9
0.50 ± 0.01	209 ± 7	196 ± 6	176 ± 5	181 ± 6
0.60 ± 0.01	193 ± 6	189 ± 6	170 ± 5	193 ± 6
0.70 ± 0.01	184 ± 6	170 ± 5	162 ± 5	176 ± 5
0.80 ± 0.01	176 ± 5	176 ± 5	160 ± 5	178 ± 5
0.90 ± 0.01	160 ± 5	162 ± 5	153 ± 4	170 ± 5
1.00 ± 0.01	145 ± 4	153 ± 4	151 ± 4	165 ± 5

Tabla A.2

Distancia desde la superf. (mm)	Dureza en muestras de SS AISI 310 solubilizado (HV 100)			
	SA9 (2hs)	SA10 (4 hs)	SA11 (6 hs)	SA12 (8 hs)
0.10 ± 0.01	209 ± 7	309 ± 13	383 ± 17	464 ± 23
0.20 ± 0.01	187 ± 6	202 ± 7	241 ± 9	351 ± 15
0.30 ± 0.01	181 ± 6	181 ± 6	199 ± 6	237 ± 8
0.40 ± 0.01	158 ± 5	178 ± 5	167 ± 5	209 ± 7
0.50 ± 0.01	162 ± 5	167 ± 5	162 ± 5	172 ± 5
0.60 ± 0.01	153 ± 4	170 ± 5	167 ± 5	167 ± 5
0.70 ± 0.01	160 ± 5	153 ± 4	165 ± 5	162 ± 5
0.80 ± 0.01	151 ± 4	162 ± 5	160 ± 5	160 ± 5
0.90 ± 0.01	156 ± 4	143 ± 4	165 ± 5	158 ± 5
1.00 ± 0.01	149 ± 4	153 ± 4	156 ± 4	167 ± 5

Tabla A.3

Distancia desde la superf. (mm)	Dureza en muestras de SS AISI 347 (HV 100)			
	C2 (2 hs)	C3 (4 hs)	C4 (6 hs)	C5 (8 hs)
0.10 ± 0.01	475 ± 24	488 ± 25	542 ± 29	588 ± 33
0.20 ± 0.01	366 ± 16	358 ± 16	441 ± 21	500 ± 26
0.30 ± 0.01	328 ± 14	309 ± 13	374 ± 17	411 ± 19
0.40 ± 0.01	274 ± 10	250 ± 9	383 ± 17	343 ± 15
0.50 ± 0.01	228 ± 8	216 ± 7	303 ± 12	280 ± 11
0.60 ± 0.01	224 ± 8	196 ± 6	241 ± 9	259 ± 10
0.70 ± 0.01	213 ± 7	221 ± 8	269 ± 10	232 ± 8
0.80 ± 0.01	209 ± 7	176 ± 5	241 ± 9	224 ± 8
0.90 ± 0.01	199 ± 6	199 ± 6	269 ± 10	237 ± 8
1.00 ± 0.01	216 ± 7	181 ± 6	245 ± 9	250 ± 9

Tabla A.4

Distancia desde la superficie (mm)	Dureza en muestras de SS AISI 310 no solubilizado (HV 100)		
	A1 (2 hs)	A6 (4 hs)	A7 (6 hs)
0.10 ± 0.01	206 ± 7	199 ± 6	232 ± 8
0.20 ± 0.01	176 ± 5	162 ± 5	189 ± 6
0.30 ± 0.01	170 ± 5	160 ± 5	181 ± 6
0.40 ± 0.01	158 ± 5	158 ± 5	184 ± 6
0.50 ± 0.01	158 ± 5	165 ± 5	162 ± 5
0.60 ± 0.01	165 ± 5	162 ± 5	167 ± 5
0.70 ± 0.01	172 ± 5	145 ± 4	172 ± 5
0.80 ± 0.01	158 ± 5	149 ± 4	170 ± 5
0.90 ± 0.01	147 ± 4	158 ± 5	181 ± 6
1.00 ± 0.01	158 ± 5	156 ± 4	160 ± 5

Tabla A.5

Dist. dde. sup. (mm)	Dureza en muestras testigo y as-received (HV 100)					
	B3	B0	A3	SA0	AR	C0
0.10 ± 0.01	178 ± 5	147 ± 4	172 ± 5	167 ± 5	213 ± 7	213 ± 7
0.20 ± 0.01	172 ± 5	143 ± 4	176 ± 5	165 ± 5	206 ± 7	206 ± 7
0.30 ± 0.01	160 ± 5	149 ± 4	170 ± 5	170 ± 5	199 ± 6	216 ± 7
0.40 ± 0.01	181 ± 6	147 ± 4	165 ± 5	160 ± 5	202 ± 7	213 ± 7
0.50 ± 0.01	170 ± 5	141 ± 4	162 ± 5	170 ± 5	216 ± 7	199 ± 6
0.60 ± 0.01	162 ± 5	151 ± 4	160 ± 5	176 ± 5	199 ± 6	206 ± 7
0.70 ± 0.01	165 ± 5	137 ± 4	172 ± 5	165 ± 5	228 ± 8	202 ± 7
0.80 ± 0.01	162 ± 5	141 ± 4	151 ± 4	162 ± 5	199 ± 6	216 ± 7
0.90 ± 0.01	162 ± 5	141 ± 4	147 ± 4	162 ± 5	193 ± 6	199 ± 6
1.00 ± 0.01	167 ± 5	156 ± 4	160 ± 5	167 ± 5	187 ± 6	206 ± 7

Tabla A.6

A continuación, en la Figura A.2, se grafican los datos de la última tabla. En ella se observa que los perfiles de dureza medidos sobre las muestras testigo y as-received de un mismo material presentan leves diferencias, las cuales fueron comentadas en el Capítulo II. Además, cada perfil se mantiene alrededor de un valor central, con dispersiones contenidas dentro del rango de errores calculados.



Figura A.2

APÉNDICE B

CARACTERIZACIÓN NO DESTRUCTIVA DE LOS ACEROS INOXIDABLES TRATADOS CON CARBURIZACIÓN

B1. Mediciones de la conductividad (σ) en % IACS con el equipo Miz 22 y cálculo de la resistividad (ρ) en $\mu\Omega.cm$.

A continuación se presentan los valores promedios en % IACS para la conductividad medida en forma directa sobre cada una de las caras de las diferentes muestras de acero inoxidable con el equipo Miz 22 y para cada una de las frecuencias de ensayo. También se indican los valores promedio calculados para la resistividad en $\mu\Omega.cm$.

Material		σ (% IACS)						Frecuencia (kHz)						ρ ($\mu\Omega\cdot\text{cm}$)		
AISI 304		60		120		240		60		120		240				
Muestra	TT (hs)															
Cara A	B3	As rec.	1.85 ± 0.03	2.03 ± 0.01	2.40 ± 0.01	2.40 ± 0.01	2.40 ± 0.01	92.9 ± 1.6	84.6 ± 0.5	71.8 ± 0.2						
	B4	1	2.10 ± 0.05	2.13 ± 0.05	2.15 ± 0.03	2.15 ± 0.03	2.15 ± 0.03	81.9 ± 2.1	80.7 ± 2.0	79.9 ± 1.1						
	B1	2	2.13 ± 0.05	2.15 ± 0.02	2.19 ± 0.04	2.19 ± 0.04	2.19 ± 0.04	80.7 ± 1.8	79.9 ± 0.7	78.3 ± 1.5						
	B8	2	2.26 ± 0.03	2.23 ± 0.01	2.28 ± 0.01	2.28 ± 0.01	2.28 ± 0.01	75.9 ± 0.9	77.2 ± 0.4	75.3 ± 0.4						
	B5	3	2.30 ± 0.01	2.25 ± 0.01	2.28 ± 0.02	2.28 ± 0.02	2.28 ± 0.02	74.7 ± 0.3	76.5 ± 0.2	75.3 ± 0.6						
	B9	3	2.29 ± 0.01	2.23 ± 0.01	2.27 ± 0.04	2.27 ± 0.04	2.27 ± 0.04	75.2 ± 0.4	77.1 ± 0.5	75.7 ± 1.4						
	B6	4	2.29 ± 0.02	2.23 ± 0.01	2.24 ± 0.02	2.24 ± 0.02	2.24 ± 0.02	75.1 ± 0.7	77.0 ± 0.3	76.9 ± 0.7						
	B7	6	2.31 ± 0.01	2.25 ± 0.01	2.28 ± 0.02	2.28 ± 0.02	2.28 ± 0.02	74.5 ± 0.2	76.6 ± 0.4	75.5 ± 0.7						
	B10	8	2.31 ± 0.01	2.25 ± 0.01	2.29 ± 0.02	2.29 ± 0.02	2.29 ± 0.02	74.6 ± 0.4	76.3 ± 0.4	75.2 ± 0.8						
	Cara B	B3	As rec.	1.80 ± 0.02	2.00 ± 0.02	2.40 ± 0.01	2.40 ± 0.01	2.40 ± 0.01	95.3 ± 1.0	85.9 ± 0.9	71.7 ± 0.4					
B4		1	2.06 ± 0.05	2.09 ± 0.02	2.16 ± 0.03	2.16 ± 0.03	2.16 ± 0.03	83.6 ± 1.9	82.1 ± 0.9	79.6 ± 1.2						
B1		2	2.30 ± 0.03	2.25 ± 0.02	2.33 ± 0.04	2.33 ± 0.04	2.33 ± 0.04	74.9 ± 0.9	76.4 ± 0.6	73.9 ± 1.2						
B8		2	2.29 ± 0.01	2.23 ± 0.01	2.27 ± 0.03	2.27 ± 0.03	2.27 ± 0.03	75.0 ± 0.5	77.0 ± 0.4	75.7 ± 1.0						
B5		3	2.31 ± 0.01	2.25 ± 0.02	2.27 ± 0.02	2.27 ± 0.02	2.27 ± 0.02	74.3 ± 0.3	76.5 ± 0.5	75.6 ± 0.6						
B9		3	2.29 ± 0.02	2.23 ± 0.02	2.25 ± 0.05	2.25 ± 0.05	2.25 ± 0.05	75.0 ± 0.6	77.2 ± 0.6	76.4 ± 1.7						
B6		4	2.30 ± 0.01	2.23 ± 0.01	2.28 ± 0.02	2.28 ± 0.02	2.28 ± 0.02	74.9 ± 0.3	77.2 ± 0.2	75.5 ± 0.6						
B7		6	2.31 ± 0.01	2.23 ± 0.01	2.28 ± 0.02	2.28 ± 0.02	2.28 ± 0.02	74.4 ± 0.3	76.9 ± 0.3	75.3 ± 0.6						
B10		8	2.27 ± 0.02	2.20 ± 0.02	2.23 ± 0.07	2.23 ± 0.07	2.23 ± 0.07	75.8 ± 0.7	78.1 ± 0.7	77.1 ± 2.5						

Tabla B.1. Conductividades medidas y resistividades calculadas para el acero inoxidable AISI 304 a diferentes frecuencias de ensayo.

Material		σ (% IACS)						ρ ($\mu\Omega \cdot \text{cm}$)					
AISI 310 solubilizado		Frecuencia (kHz)											
Muestra	TT (hs)	60	120	240	60	120	240	60	120	240	60	120	240
Cara A	A3	As-rec.	1.946 ± 0.003	1.944 ± 0.004	2.04 ± 0.01	88.4 ± 0.1	88.5 ± 0.2	84.2 ± 0.6					
	SA8	1	1.955 ± 0.003	1.948 ± 0.002	2.06 ± 0.04	88.0 ± 0.1	88.3 ± 0.1	83.6 ± 1.5					
	SA9	2	1.954 ± 0.011	1.955 ± 0.003	2.07 ± 0.03	88.0 ± 0.5	87.9 ± 0.1	82.9 ± 1.3					
	SA10	4	1.958 ± 0.013	1.952 ± 0.004	2.04 ± 0.03	87.8 ± 0.6	88.1 ± 0.2	84.4 ± 1.3					
	SA11	6	1.920 ± 0.023	1.917 ± 0.020	2.04 ± 0.04	89.4 ± 1.1	89.7 ± 0.9	84.5 ± 1.9					
	SA12	8	1.952 ± 0.010	1.941 ± 0.014	2.03 ± 0.02	88.1 ± 0.5	88.6 ± 0.6	84.5 ± 1.1					
Cara B	A3	As-rec.	1.953 ± 0.004	1.944 ± 0.001	2.03 ± 0.01	88.1 ± 0.2	88.5 ± 0.1	84.5 ± 0.6					
	SA8	1	1.955 ± 0.004	1.946 ± 0.003	2.02 ± 0.01	88.0 ± 0.2	88.4 ± 0.1	85.3 ± 0.4					
	SA9	2	1.952 ± 0.005	1.943 ± 0.003	2.05 ± 0.02	88.1 ± 0.2	88.5 ± 0.1	83.8 ± 0.8					
	SA10	4	1.855 ± 0.039	1.865 ± 0.049	1.94 ± 0.04	92.7 ± 2.0	92.2 ± 2.4	88.4 ± 1.7					
	SA11	6	1.955 ± 0.013	1.941 ± 0.004	1.99 ± 0.03	88.0 ± 0.6	88.6 ± 0.2	86.2 ± 1.4					
	SA12	8	1.970 ± 0.013	1.945 ± 0.003	2.02 ± 0.01	87.3 ± 0.6	88.4 ± 0.1	85.2 ± 0.6					

Tabla B.2. Conductividades medidas y resistividades calculadas para el acero inoxidable AISI 310 solubilizado a diferentes frecuencias de ensayo.

Material		σ (% IACS)					Frecuencia (kHz)					ρ ($\mu\Omega\cdot\text{cm}$)			
AISI 347 H															
	Muestra	TT (hs)	60	120	240	240	60	120	240	60	120	240	60	120	240
Cara A	AR	As-rec.	2.23 ± 0.08	2.33 ± 0.07	2.30 ± 0.04	2.30 ± 0.04	77.1 ± 2.7	73.9 ± 2.3	74.7 ± 1.4	77.1 ± 2.7	73.9 ± 2.3	74.7 ± 1.4	77.1 ± 2.7	73.9 ± 2.3	74.7 ± 1.4
	C1	1	2.14 ± 0.09	2.27 ± 0.05	2.10 ± 0.04	2.10 ± 0.04	80.4 ± 3.6	75.6 ± 1.6	82.0 ± 1.6	80.4 ± 3.6	75.6 ± 1.6	82.0 ± 1.6	80.4 ± 3.6	75.6 ± 1.6	82.0 ± 1.6
	C2	2	2.14 ± 0.09	2.30 ± 0.03	2.09 ± 0.09	2.09 ± 0.09	80.2 ± 3.5	74.7 ± 0.9	82.3 ± 3.4	80.2 ± 3.5	74.7 ± 0.9	82.3 ± 3.4	80.2 ± 3.5	74.7 ± 0.9	82.3 ± 3.4
	C3	4	2.24 ± 0.06	2.21 ± 0.07	2.14 ± 0.07	2.14 ± 0.07	76.7 ± 2.1	77.7 ± 2.4	80.5 ± 2.6	76.7 ± 2.1	77.7 ± 2.4	80.5 ± 2.6	76.7 ± 2.1	77.7 ± 2.4	80.5 ± 2.6
	C4	6	2.19 ± 0.05	2.23 ± 0.02	1.98 ± 0.04	1.98 ± 0.04	78.5 ± 1.7	77.0 ± 0.7	86.9 ± 1.9	78.5 ± 1.7	77.0 ± 0.7	86.9 ± 1.9	78.5 ± 1.7	77.0 ± 0.7	86.9 ± 1.9
Cara B	AR	As-rec.	2.25 ± 0.05	2.25 ± 0.03	2.07 ± 0.06	2.07 ± 0.06	76.6 ± 1.7	76.4 ± 1.0	82.9 ± 2.4	76.6 ± 1.7	76.4 ± 1.0	82.9 ± 2.4	76.6 ± 1.7	76.4 ± 1.0	82.9 ± 2.4
	C1	1	2.25 ± 0.11	2.34 ± 0.04	2.36 ± 0.05	2.36 ± 0.05	76.5 ± 3.7	73.6 ± 1.2	72.9 ± 1.5	76.5 ± 3.7	73.6 ± 1.2	72.9 ± 1.5	76.5 ± 3.7	73.6 ± 1.2	72.9 ± 1.5
	C2	2	2.23 ± 0.08	2.21 ± 0.02	2.08 ± 0.07	2.08 ± 0.07	77.0 ± 2.7	77.9 ± 0.8	82.6 ± 2.8	77.0 ± 2.7	77.9 ± 0.8	82.6 ± 2.8	77.0 ± 2.7	77.9 ± 0.8	82.6 ± 2.8
	C3	4	2.28 ± 0.02	2.22 ± 0.09	2.10 ± 0.02	2.10 ± 0.02	75.5 ± 0.8	77.4 ± 3.0	81.9 ± 0.9	75.5 ± 0.8	77.4 ± 3.0	81.9 ± 0.9	75.5 ± 0.8	77.4 ± 3.0	81.9 ± 0.9
	C4	6	2.22 ± 0.06	2.21 ± 0.03	1.96 ± 0.11	1.96 ± 0.11	77.5 ± 2.0	77.7 ± 0.9	87.9 ± 5.1	77.5 ± 2.0	77.7 ± 0.9	87.9 ± 5.1	77.5 ± 2.0	77.7 ± 0.9	87.9 ± 5.1
	C5	8	2.26 ± 0.05	2.19 ± 0.02	2.04 ± 0.02	2.04 ± 0.02	76.2 ± 1.7	78.6 ± 0.6	84.3 ± 1.1	76.2 ± 1.7	78.6 ± 0.6	84.3 ± 1.1	76.2 ± 1.7	78.6 ± 0.6	84.3 ± 1.1
			2.30 ± 0.04	2.23 ± 0.04	2.09 ± 0.06	2.09 ± 0.06	74.6 ± 1.2	77.2 ± 1.3	82.3 ± 2.5	74.6 ± 1.2	77.2 ± 1.3	82.3 ± 2.5	74.6 ± 1.2	77.2 ± 1.3	82.3 ± 2.5

Tabla B.3. Conductividades medidas y resistividades calculadas para el acero inoxidable AISI 347 H a diferentes frecuencias de ensayo.

B2. Mediciones de la tensión inducida en los bobinados sensores del equipo diseñado y construido en el ENDE.

Como se mencionó en el Capítulo III, se presentan a continuación las mediciones realizadas con el equipo basado en un circuito tipo puente magnético, para evaluar cambios en las probetas de aceros inoxidables AISI 304 y 310 debidos a la precipitación de carburos causada por el proceso de carburización. Se presentan los resultados como series de 5 mediciones leídas en el sistema de adquisición de datos en la PC adosada al circuito magnético y su promedio calculado correspondiente. Estos valores a su vez corresponden a promedios de 10 mediciones hechas sobre las muestras y calculados a partir de tal programa.

Muestras AISI 304	TT (hs)	Tensión (V)					Tensión promedio (V)
B3	as received	0.687 ± 0.007	0.665 ± 0.015	0.665 ± 0.015	0.683 ± 0.003	0.698 ± 0.018	0.679 ± 0.014
B4	1	0.710 ± 0.011	0.703 ± 0.004	0.688 ± 0.012	0.709 ± 0.010	0.685 ± 0.014	0.699 ± 0.012
B1	2	0.690 ± 0.001	0.686 ± 0.003	0.677 ± 0.012	0.698 ± 0.009	0.692 ± 0.003	0.689 ± 0.008
B8	2	0.681 ± 0.004	0.673 ± 0.012	0.698 ± 0.013	0.695 ± 0.010	0.676 ± 0.009	0.685 ± 0.011
B5	3	0.693 ± 0.005	0.691 ± 0.007	0.707 ± 0.009	0.683 ± 0.015	0.718 ± 0.020	0.698 ± 0.014
B9	3	0.686 ± 0.003	0.679 ± 0.004	0.674 ± 0.009	0.677 ± 0.006	0.698 ± 0.015	0.683 ± 0.009
B6	4	0.703 ± 0.002	0.699 ± 0.002	0.712 ± 0.011	0.684 ± 0.017	0.707 ± 0.006	0.701 ± 0.011
B7	6	0.715 ± 0.010	0.684 ± 0.021	0.689 ± 0.016	0.718 ± 0.013	0.717 ± 0.012	0.705 ± 0.017
B10	8	0.708 ± 0.008	0.696 ± 0.004	0.714 ± 0.014	0.685 ± 0.015	0.695 ± 0.005	0.699 ± 0.011

Tabla B.4. Mediciones de la tensión inducida en los bobinados sensores del circuito magnético sobre las probetas de acero inoxidable AISI 304.

Muestras AISI 310	TT (hs)	Tensión (V)					Tensión promedio (V)
A3	as received	0.751 ± 0.007	0.731 ± 0.013	0.761 ± 0.017	0.736 ± 0.008	0.740 ± 0.004	0.7436 ± 0.023
A4	1	0.752 ± 0.017	0.773 ± 0.004	0.770 ± 0.001	0.774 ± 0.005	0.778 ± 0.009	0.769 ± 0.029
A1	2	0.724 ± 0.011	0.728 ± 0.007	0.742 ± 0.007	0.739 ± 0.004	0.740 ± 0.005	0.735 ± 0.008
A5	3	0.726 ± 0.008	0.728 ± 0.006	0.755 ± 0.021	0.734 ± 0.001	0.728 ± 0.006	0.734 ± 0.030
A6	4	0.905 ± 0.012	0.901 ± 0.016	0.929 ± 0.012	0.924 ± 0.007	0.926 ± 0.009	0.917 ± 0.025
A7	6	0.861 ± 0.008	0.847 ± 0.006	0.851 ± 0.002	0.853 ± 0.001	0.852 ± 0.001	0.853 ± 0.005
SA0	Solubiliz.	0.736 ± 0.011	0.738 ± 0.009	0.755 ± 0.008	0.747 ± 0.001	0.759 ± 0.012	0.747 ± 0.022
SA8	1	0.721 ± 0.009	0.733 ± 0.003	0.737 ± 0.006	0.721 ± 0.009	0.737 ± 0.007	0.730 ± 0.008
SA9	2	0.738 ± 0.006	0.744 ± 0.001	0.740 ± 0.006	0.749 ± 0.004	0.755 ± 0.010	0.744 ± 0.020
SA10	4	0.744 ± 0.005	0.742 ± 0.003	0.734 ± 0.005	0.731 ± 0.008	0.743 ± 0.004	0.739 ± 0.020
SA11	6	0.737 ± 0.003	0.734 ± 0.006	0.744 ± 0.004	0.744 ± 0.004	0.741 ± 0.001	0.740 ± 0.004
SA12	8	0.740 ± 0.003	0.745 ± 0.003	0.738 ± 0.004	0.748 ± 0.006	0.741 ± 0.001	0.742 ± 0.027

Tabla B.5. Mediciones de la tensión inducida en los bobinados sensores del circuito magnético sobre las probetas de acero inoxidable AISI 310.

APENDICE C

CALCULO DE ERRORES

En este apéndice se describen los cálculos de los errores de las magnitudes involucradas en cada una de las partes del presente informe.

a) *Error estimado en el tiempo de los tratamientos térmicos de carburización realizados en las muestras de aceros austeníticos.*

Se consideró un error equivalente a 5 minutos (0.08 horas) en los tiempos de tratamientos de carburización que sufrieron las muestras. Esta estimación surge al evaluar el tiempo que se demora para efectuar la extracción de las muestras del horno. Fue considerado igual para los diferentes tiempos de tratamientos térmicos.

b) *Error en la medición de los espesores de las capas I y II de carburos.*

A cada una de las mediciones de los espesores de las capas de carburos realizadas se le asignó un error igual a la mínima división de la escala graduada del ocular con el cual fueron medidas. Esta división correspondió a 10 micrones.

A partir de las mediciones directas de los espesores, se calculó un promedio para cada una de las capas I y II. El error calculado para este promedio corresponde a la desviación standard (s), dada por la siguiente expresión:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n x_i^2 - n(\bar{x})^2}{n-1}} \quad (C.1)$$

siendo x_i cada una de las mediciones directas de los espesores de las capas I o II, \bar{x} su promedio y n la cantidad de mediciones realizadas.

Cabe aclarar que existió cierta incerteza sobre el lugar donde termina exactamente la capa I, es decir en la zona donde la densidad de los carburos precipitados comienza a decaer. No obstante, tal error en la medición del espesor de dicha capa no fue cuantificado por considerarse del orden de la mínima división del instrumento utilizado para la medición.

c) *Error en la medición de la microdureza de las superficies de las muestras carburizadas.*

De la expresión II.1, se observa que la medición de microdureza (HV) es indirecta y se calcula a partir del promedio entre las longitudes medidas de las diagonales vertical y horizontal de la impronta realizada sobre la muestra. En este caso, se obtuvo el error de la microdureza Vickers a través de propagación de errores a partir de los errores en la medición del promedio de las longitudes de las diagonales de la impronta.

Se asignó como error de las mediciones de las longitudes de las diagonales vertical y horizontal de la impronta (d_1 y d_2 respectivamente), el valor correspondiente a la mínima división de la escala del vernier utilizado. Este valor fue 0.5 micrones.

El promedio de estos valores está dado por:

$$\bar{d} = \frac{d_1 + d_2}{2} \quad (C.2)$$

y el error del promedio por la siguiente relación:

$$\Delta\bar{d} = \frac{\partial\bar{d}}{\partial d_1} \cdot \Delta d_1 + \frac{\partial\bar{d}}{\partial d_2} \cdot \Delta d_2 \quad (C.3)$$

De (C.2) resulta que $\frac{\partial\bar{d}}{\partial d_1} = \frac{\partial\bar{d}}{\partial d_2} = \frac{1}{2}$. Además, $\Delta d_1 = \Delta d_2 = 0.5 \mu m$, por lo cual

$$\Delta\bar{d} = 0.5 \mu m.$$

A través del cálculo diferencial, y considerando solamente aproximaciones de primer orden, la expresión del error obtenida por propagación para la microdureza HV está dada por:

$$\Delta HV = \left[\left(\frac{\partial HV}{\partial \bar{d}} \right)^2 (\Delta\bar{d})^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (C.4)$$

(cabe aclarar que en la ecuación II.1 se consideró al valor de la fuerza de ensayo (P) como una constante, por lo cual en la propagación de errores realizada no figura el término correspondiente).

- d) *Error en la distancia medida desde la superficie de la muestra al posicionar los puntos donde se midió la microdureza.*

Las zonas carburizadas y de la matriz donde se evaluaron los perfiles de microdureza fueron posicionadas con el tornillo desplazador del microdurómetro, para el cual la mínima división es 10 micrones = 0.01 mm. Se tomó este valor como error para las distancias medidas desde la superficie de las muestras.

- e) *Error en las mediciones de conductividad en % IACS realizadas con el equipo Miz 22 sobre las muestras carburizadas.*

Se consideró para el error de cada una de las mediciones lo establecido en la guía de operación de dicho instrumento [36]. En el mismo se determina que el error en la medición de la conductividad de una muestra está dado por dos factores, uno debido al propio instrumento y otro causado por lift off. Para la primera parte el error es $\pm 1\%$ del valor de la medición si ésta es superior a 15 % IACS y $\pm 3\%$ del valor si la conductividad medida es menor que 15 % IACS. Con respecto al segundo factor, se debe agregar a lo anterior $\pm 1\%$ del valor, ya que el valor medido de lift-off en todas las mediciones realizadas sobre las muestras no superó las 3 milésimas de pulgada (mils). Por lo tanto el error considerado para cada una de las mediciones de conductividad en % IACS fue del 4 % del valor medido, ya que en todos los casos los valores medidos por el equipo eran menores que 15 % IACS.

- f) *Error en el promedio calculado de los valores de conductividad medidos en % IACS*

A partir de las mediciones directas de la conductividad realizadas con el equipo Miz-22, tomadas sobre distintos puntos sobre las probetas, se calculó un promedio para cada una de sus caras. El error calculado para este promedio corresponde a la desviación standard (s), dada por la siguiente expresión:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n x_i^2 - n(\bar{x})^2}{n-1}} \quad (C.1)$$

siendo x_i cada una de las mediciones directas de la conductividad en % IACS, \bar{x} su promedio y n la cantidad de mediciones realizadas.

g) *Error en el cálculo de la resistividad (en $\mu\Omega\text{cm}$) de las muestras carburizadas a partir de la medición de conductividad en % IACS.*

Según la expresión (III.1) para la equivalencia entre la conductividad σ (%IACS) y la resistividad ρ ($\mu\Omega\text{cm}$) [34] resulta:

$$\rho(\mu\Omega\text{cm}) = \frac{172}{\sigma(\%IACS)} \quad (C5)$$

Por cálculo diferencial, y considerando solamente aproximaciones de primer orden, la expresión del error obtenida por propagación para la resistividad está dada por:

$$\Delta\rho = \left[\left(\frac{-172}{\sigma^2} \right)^2 \cdot (\Delta\sigma)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (C6)$$

h) *Error en las mediciones realizadas con el equipo basado en un puente magnético de corriente alterna.*

Para cada una de las mediciones tomadas a partir del sistema de adquisición de datos, se consideró la desviación relativa al promedio de tales mediciones.

$$\delta x_n = x_n - \bar{x} \quad (C7)$$

siendo x_n cada una de las mediciones obtenidas y \bar{x} el promedio calculado a partir de aquéllas.

Esta desviación resultó ser mayor que el error debido a la conversión por digitalización del sistema.

Para el error del valor promedio calculado para las series de mediciones obtenidas se utilizó la expresión (C1) de la desviación standard.

Muchas de las expresiones obtenidas en este apéndice fueron consultadas en [49].

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Lacombe, P., Baroux, B., Beranger, G., "Les aciers inoxydables", Les editions de physique, 1990.
2. Colombier, L., Hochmann, J., "Stainless and Heat Resisting Steels", Edward Arnold (Publishers) Ltd., 1967.
3. Peckner, D., Bernstein, I. M., "Handbook of Stainless Steels", McGraw – Hill Book Company, 1977.
4. Hey, A., "Temas de aceros", Apunte Instituto de Tecnología Prof. Jorge Sábato, Universidad Nacional de General San Martín, Comisión Nacional de Energía Atómica, PMM/A – 170/95, IT/A – 49/95.
5. Nuñez, S., Andreone, C., Merlone, G., Pontini, A., "Aceros", Apunte Instituto de Tecnología Prof. Jorge Sábato, Universidad Nacional de General San Martín, Comisión Nacional de Energía Atómica, PMM/A – 114/91, IT/A – 19/94.
6. Ovejero García, J., "Metalografía: sus aplicaciones", Apunte Instituto de Tecnología Prof. Jorge Sábato, Universidad Nacional de General San Martín, Comisión Nacional de Energía Atómica, IT/A – 56/95.
7. Ramanarayanan, T. A., Chun, C. M., Mumford, J. D., "Carbon-Induced Corrosion of Metals and Alloys", Materials Science Forum Vols.369-372 (2001), 55-76.
8. Ramanarayanan, T., "The Interaction of Carbon and Sulfur with Iron-base Alloys in Predominantly Carburizing Environments", Materials Science and Engineering, 87(1987) 113-118.
9. Tawancy, H. M., Abbas, N. M., "Mechanism of Carburization of High-Temperature Alloys", Journal of Materials Science 27 (1992) 1061-1069.
10. Grabke, H. J., Wolf, I., "Carburization and Oxidation", Materials Science and Engineering, 87 (1987) 23-33.
11. Skinner, E. N., Mason, J. F., Moran, J. J., "High Temperature Corrosion in Refinery and Petrochemical Service", Corrosion, 16 (1960), 593t-600t.
12. Gut, S., Carburizing!, galaxy.uci.agh.edu.pl/~gut
13. Gut, S., "Computer Programs for Simulation of Growth Multiphase Diffusion Layers", Materials Science Forum Vols. 294-296 (1999) 565-568.

14. Dymont, F, Iribarren, M., Perez, R., Balart, S, "Difusión en sólidos", Apunte Instituto de Tecnología Prof. Jorge Sábato, Universidad Nacional de General San Martín, Comisión Nacional de Energía Atómica, IT – 44/95.
15. Young D. J., Ahmed, O., "Kinetic and Morphological Development of Internal Precipitates in Iron-Chromium Alloys", *Materials Science Forum* vols. 369-372 (2001) 93-100.
16. Grabke, H J., "Mechanisms and Prevention of Corrosion in Carbonaceous Gases", *Materials Science Forum* Vols. 369-372 (2001) 101-108.
17. Sockel, H. G., Christ, H. J., "Penetration of Foreign Elements Connected with Internal Precipitation: A Computer – based Description and First Experimental Verification", *Materials Science and Engineering*, 87 (1987) 119-124.
18. ASM Handbook, Formerly Ninth Edition, Vol. 13 "Corrosion", ASM International, 1987.
19. Rapp, R., "Kinetics, Microstructures and Mechanism of Internal Oxidation – Its Effect and Prevention in high Temperature Alloy Oxidation", *Corrosion*, 21 (1965), 382-401.
20. Lefrancois, P. A., Hoyt, W. B., "Chemical Thermodynamics of High Temperature Reactions in Metal Dusting Corrosion" *Corrosion*, 19 (1963), 360t-368t.
21. American Society for Metals, *Metals Handbook*, Vol. 9 "Metallography and Microstructure", 9th edition, 1964.
22. American Society for Metals, *Metals Handbook*, Vol. 10 "Failure analysis and prevention", 8th edition, 1964.
23. Hoyt, W. B., Caughey, R. H., "High Temperature Metal Deterioration in Atmospheres Containing Carbon-Monoxide and Hydrogen", *Corrosion*, 15 (1959), 627t-630t.
24. Llewellyn, D. T., "Steels: Metallurgy and Applications", Butterworth-Heinemann, Second Edition, 1994.
25. American Society for Metals, "Metals Handbook Desk Edition", Boyer, H. E. - Gall, T. L., 1985.
26. Zhou, Y., Aust, K. T., Erb, U., Palumbo, G., "Effects of Grain Boundary Structure on Carbide Precipitation in 304L Stainless Steel", *Scripta Materialia* 45 (2001), 49-54.
27. Lutteroti, L., Scardi, P., *J. Appl. Cryst.* 25 (1992) 459-462.
28. Joint Committee on Powder Diffraction Standards (JCPDS).

29. Leitz, E., "Tabellen zur Bestimmung der Vickershärte mit dem Leitz- Kleinhärte prüfer Durimet", GMBH, Wetzlar.
30. Philibert, J., "Atom Movements Diffusion and Mass Transport in Solids", Monographies de Physique. Les Editions de Physique, 1991.
31. Trans-Tech SA Publications-Trans Tech House, "Diffusion and Defect Data", Metals and Alloys Vols. 18-19, 1979.
32. Tablas de Dureza de Aceros Inoxidables. Aceros Majdalani.
33. Bhattacharya, D. K., "NDT for residual life assessment in Indian industry".Insight, January 2003, Volume 45, Number 1, 31-40.
34. Cecco, V. S., Van Drunen, G., Sharp, F. L., "Eddy Current Manual", Volume I, Test Method. Chalk River Nuclear Laboratories. Atomic Energy of Canada Limited. 1983.
35. Annual Book of ASTM Standards. Metals Test Methods and Analytical Procedures. Volume 03.03. Nondestructive Testing, 1998. E 1004-91, 435-438.
36. Miz® -22 Eddy Current Tester, Operating Guide. Zetec, Inc. 1993.
37. Ruch, M., Informe técnico n° IN-13-E-051-IM/02, "Mediciones de conductividad eléctrica con Miz 22 y ECT-MAD8D en aceros inoxidables austeníticos".
38. Rose, R., Shepard, L., Wulff, J., "The Structure and Properties of Materials", Volume IV, Electronic Properties, J. Wiley and Sons, Inc. 1966.
39. Mott, N. F., Jones, H., "The Theory of the Properties of Metals and Alloys", Oxford University Press, 1958.
40. Lois, A., "Modelización numérica del plano de impedancia para la determinación simultánea en Zircaloy, por corrientes inducidas, de espesores de óxidos y conductividad", Tesis para optar al título de Magister en Ciencia y Tecnología de Materiales, Universidad Nacional de General San Martín, Comisión Nacional de Energía Atómica, Instituto de Tecnología "Profesor Jorge A. Sabato", 2001.
41. Fava, J.O., "Diseño y construcción de sondas para ensayos por corrientes inducidas conteniendo bobinas planas rectangulares", Tesis para optar al título de Magister en Ciencia y Tecnología de Materiales, Universidad Nacional de General San Martín, Comisión Nacional de Energía Atómica, Instituto de Tecnología "Profesor Jorge A. Sabato", 2003.

42. Ceurter, J. S., Smith, C., Ott, R., "Barkhausen Noise Inspection", *Advanced Materials and Processes*, April 2002, 29-31.
43. Altpeter, I., Hoffmann, J., Kopp, M., Grimm, H., Nichtl-Pecher, W., "Characterization of thin ferro-magnets using Barkhausen Noise Microscopy", *Prakt. Metallogr.* 37 (2000) 5, 261-270.
44. Zinke, O. H., Schmidt, W. F., Lovett, J. T., "Thickness, alloy content and cracks in Aluminum measured by an alternating current magnetic bridge", *Materials Evaluation*, April 2001, 537-542.
45. Zinke, O. H., Schimdt, W. F., "Linear ac magnetic circuit theory", *IEEE Transactions on magnetics*, Volume 29, N° 5, September 1993, 2207- 2212.
46. Marengo, J. A., Informe técnico n° IN-13-E-003-IM/03, "Sistema puente de reluctancia para cuantificación de cambios sutiles en la permeabilidad de materiales, provocados por tratamientos térmicos bajo atmósfera de carbono".
47. Martin, W. R., Weir, J. R., "Influence of Chromium content on carburization of chromium-nickel-iron alloys in carbon dioxide", *Journal of Nuclear Materials* 16 (1965), 19-24.
48. Schwind, M., Källqvist, J., Nilsson, J. Q., Agren, J., Andrén, H. O., " σ -Phase Precipitation in Stabilized Austenitic Stainless Steels", *Acta mater*, 48 (2000), 2473-2481.
49. Beers, Y., "Introduction to the Theory of Error", Addison-Wesley Publishing Company, Inc., 1962.

COMISION NACIONAL DE ENERGIA ATOMICA
CENTRO DE INFORMACION C A C