UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA
BARCELONATECH
Escola Politècnica Superior d'Enginyeria
de Vilanova i la Geltrú

Trabajo fin de estudios

Grado en ingeniería mecánica

Afectación de TT en la distribución de tamaño de grano metalográfico microestructural, para un acero martensítico.

Autoría: Marín Latasa de Araníbar, Álex

Dirección: Espinosa Hernández, Isabel

Departamento: Ciencias de materiales

Convocatoria: Julio, 2026

1. Resumen TFE

1.1. Castellano

Este trabajo estudia la influencia de los **tratamientos térmicos** sobre la distribución del tamaño de grano metalográfico en un acero inoxidable martensítico clasificado como **AISI 420** (0,39 C – 13,7% Cr). Para ello, se han analizado un total de 10 tipos de probetas distintas, ocho de estas probetas han estado sometidas a tratamientos térmicos distntos en el laboratorio de la UPC (la mitad de estos ocho tratamientos han sido todos templados en aceite y una mitad se ha expuesto en nitrógeno a -198ºC), otra ha estado tratada en fábrica y por último se ha analizado una sin ningún tratamiento térmico. Con el propósito de ampliar la representatividad de los resultados, se ha tenido dos muestras distintas para cada tratamiento distinto.

El marco teórico integra todos los procesos el tratamiento térmico y sus consecuencias, como las propiedades mecánicas que adquiere el acero tratado. También se explica el **anclaje de Zener**, que representa las limitaciones que ejercen los **carburos** al crecimiento de las **fronteras de grano** para cada tratamiento térmico, ya que según sean tratadas, los carburos darán más o menos limitaciones.

La **preparación metalográfica** ha pasado por los siguientes procesos para poder llevarlas a un microscopio óptico: embutición, pulido y electropulido en ácido oxálico al 10% para un mejor análisis de las fronteras de grano. Una vez en el microscopio se realizan capturas de imagen a x10 aumentos de las probetas, que servirán para reseguir con una tableta gráfica de forma manual y posteriormente, se vuelve al microscopio para utilizar el programa "*imagine source*" al que está vinculado para cifrar los contornos de los granos previamente reseguido y medir su distribución de áreas en micrómetros (μm^2) para cada grano metalográfico.

Los resultados muestran cómo, tanto un aumento de la temperatura como en el tiempo de la primera fase del tratamiento térmico, son factores que aumentan el tamaño del grano metalográfico. También se ve como la criogenización en el temple deja granos más finos y de menor tamaño. El resultado de los tratamientos es analizado y comparado, mediante gráficos generados con la información extraída de las áreas, entre ellos para ver cómo afectan todos los factores que cambian entre un tratamiento térmico y otro.

1.2. Catalán

Aquest treball estudia la influència dels tractaments tèrmics sobre la distribució de la mida de gra metal·logràfic en un acer inoxidable martensític classificat com a AISI 420 (0,39% C – 13,7% Cr). Per fer-ho, s'han analitzat un total de 10 tipus de provetes diferents. Vuit d'aquestes provetes han estat sotmeses a diferents tractaments tèrmics al laboratori de la UPC (la meitat d'aquests tractaments han estat trempats en oli i la meitat s'han exposat a nitrogen a -198 °C), una altra ha estat tractada en fàbrica i, finalment, s'ha analitzat una proveta sense cap tractament tèrmic. Amb l'objectiu d'ampliar la representativitat dels resultats, s'han utilitzat dues mostres diferents per a cada tractament.

El marc teòric integra tots els processos del tractament tèrmic i les seves conseqüències, com ara les propietats mecàniques que adquireix l'acer tractat. També s'hi explica l'ancoratge de Zener, que representa les limitacions que exerceixen els carburs sobre el creixement de les fronteres de gra en cada tractament tèrmic, ja que, segons el tractament aplicat, els carburs generaran una major o menor restricció.

La preparació metal·logràfica ha passat pels processos següents per tal de poder ser observada amb un microscopi òptic: embotició, polit i electropolit en àcid oxàlic al 10% per obtenir una millor visualització de les fronteres de gra. Un cop al microscopi, es realitzen captures d'imatge de les provetes amb un augment de 10×. Aquestes imatges serveixen per resseguir manualment els contorns dels grans amb una tauleta gràfica. Posteriorment, es torna al microscopi per utilitzar el programa "Imagine Source", vinculat a aquest, que permet digitalitzar els contorns dels grans prèviament resseguits i mesurar la distribució de les seves àrees en micròmetres quadrats (μm^2) per a cada gra metal·logràfic.

Els resultats mostren que tant l'augment de la temperatura com del temps de la primera fase del tractament tèrmic són factors que incrementen la mida del gra metal·logràfic. També s'observa que la criogenització durant el tremp dona lloc a grans més fins i de menor mida. Els resultats dels tractaments s'analitzen i es comparen mitjançant gràfics generats a partir de la informació extreta de les àrees, amb l'objectiu d'avaluar com afecten els diferents factors que varien entre un tractament tèrmic i un altre.

1.3. Inglés

This study investigates the influence of heat treatments on the metallographic grain size distribution of a martensitic stainless steel classified as AISI 420 (0.39 wt.% C – 13.7 wt.% Cr). A total of ten different types of specimens were analyzed. Eight of these specimens were subjected to different heat treatments at the UPC laboratory (half of them were oil-quenched, and half were exposed to nitrogen at -198°C), one specimen had been heat-treated by the manufacturer, and one specimen was analyzed in the as-received condition without any heat treatment. To improve the representativeness of the results, two different samples were examined for each treatment condition.

The theoretical framework covers the heat treatment processes and their effects, including the mechanical properties acquired by the treated steel. It also discusses Zener pinning, which describes the restrictions imposed by carbides on grain boundary growth during each heat treatment. Depending on the treatment conditions, carbides may exert a greater or lesser pinning effect on grain boundaries.

The metallographic preparation involved several stages to enable optical microscopy analysis: mounting, polishing, and electropolishing in a 10% oxalic acid solution to improve grain boundary visibility. Optical micrographs were then captured at a magnification of 10×. These images were manually traced using a graphics tablet to outline the grain boundaries. Subsequently, the specimens were re-examined under the microscope using the “Imagine Source” software, which is linked to the microscope system. This software was used to digitize the previously traced grain contours and measure the distribution of grain areas in square micrometres (μm^2) for each metallographic grain.

The results show that increases in both temperature and holding time during the first stage of the heat treatment lead to larger metallographic grain sizes. The findings also indicate that cryogenic treatment during quenching produces finer and smaller grains. The results obtained from the different treatments are analyzed and compared through graphs generated from the measured grain area data, allowing the effects of the various heat treatment parameters to be evaluated.

Índice

1. Resumen TFE 2
1.1. Castellano 2
1.2. Catalán 3
1.3. Inglés 4
2. Introducción 7
2.1. Contexto industrial del acero inoxidable martensítico 7
2.2. Justificación del estudio 7
2.3. Objetivos del trabajo 7
2.4. Alcance y limitaciones 8
2.5. Glosario 8
3. Fundamentos teóricos 9
3.1. Transformaciones de fase en aceros 9
3.1.1. Diagrama Fe-C 9
3.1.2. Transformación martensítica 13
3.1.3. Diagrama TTT 13
3.1.4. Criogenización (-196 °C) 16
3.1.5. Revenido 17
3.1.6. Capa pasivada 18
3.2. Crecimiento de grano austenítico 19
4. Materiales y metodología 20
4.1. Composición química 20
4.2. Clasificación del suministro 22
4.3. Clasificación de probetas 23
5.Cálculos teóricos 25
5.1 Anclaje de Zener “Zener pinning” 25
5.2. Resolución numérica 27
5.2.1. Presión de Zener 27
5.2.2. Tamaño límite de Zener 28
6. Preparación metalográfica 29
6.1. Corte 29
6.2 Embutición 29
6.3. Lijado y pulido 30
6.4. Electropulido 32
7. Obtención de micrografías 34
6.1. Determinación del tamaño de grano 35

8. Resultados 35
8.1. Microestructuras obtenidas 35
8.2. Distribuciones de tamaño de granos 37
8.2. Comparativa general 47
9. Conclusiones 49
9.1. Líneas futuras de investigación 50
10. Análisis y valoración de las implicaciones ambientales y sociales. 51
10.1. Implicaciones ambientales 51
10.2. Implicaciones economicas 51
10.3. Implicaciones sociales y éticas 52
11. Bibliografía 53
12. Anexos 55
12.1. Presupuesto 55
13. Planificación temporal del proyecto 56

2. Introducción

2.1. Contexto industrial del acero inoxidable martensítico

Los aceros inoxidables martensíticos están expandidos en la industria gracias a sus buenas propiedades mecánicas además de su moderada resistencia a la corrosión. El grupo AISI 420, que es el que se trata en este estudio, no destaca por una grandísima dureza aunque el acero tratado tiene más carbono (C) de lo habitual, es por eso que se puede ver referenciado como AISI 420C. Al combinar resistencia al desgaste y corrosión permite a este acero entrar en muchas aplicaciones industriales donde no haya ambientes muy agresivos. Como casos de generadores de vapor, cuchillería industrial, moldes para polímeros, o válvulas. [1]

El método más efectivo para endurecer este acero ha sido por métodos de tratamiento térmico, donde a partir de austenizar, templar y revenir el acero, conseguiremos variaciones en la dureza, todo depende de los tiempos y temperatura de cada parte del proceso de tratamiento térmico.

La parte que se encargará de darle propiedades al AISI 420 es la del cromo (Cr), que formará con el oxígeno una protección frente ambiente que puedan corroer al hierro, estropeando todas las propiedades mecánicas necesarias para su correcto funcionamiento y propósito.

Las debilidades que presenta el AISI 420

2.2. Justificación del estudio

Este estudio ha sido desarrollado para ver los efectos de la criogenización en el AISI 420 para distintos tratamientos térmicos, además de que este estudio se espera aportar información relevante para a un doctorado de la directora de este trabajo.

2.3. Objetivos del trabajo

El objetivo principal de este estudio ha sido interpretar y comparar la distribución de áreas de granos metalográficos del acero inoxidable martensítico (AISI 420). Durante este estudio se han llevado a cabo la preparación de las probetas, teniendo como punto de partida las probetas con el tratamiento térmico finalizado y su posterior análisis.

2.4. Alcance y limitaciones

Este estudio se limita a comparar las microestructuras de todas las probetas que han sido expuestas para cada tratamiento térmico, no se han realizado pruebas que relacionen sus propiedades mecánicas por lo que las conclusiones de este estudio se verán limitadas a lo que se pueda apreciar visualmente en la superficie.

2.5. Glosario

AISI 420 — Denominación normalizada del acero inoxidable martensítico empleado en el estudio.

Grano / tamaño de grano — Unidad estructural microscópica que compone el metal, comparable a pequeños cristales adyacentes entre sí.

Austenización — Calentamiento del acero por encima de una temperatura crítica (en este caso, entre 980°C y 1100°C) con el fin de homogeneizar su estructura interna antes del temple.

A**ustenita** — Es la fase del acero que se obtiene al calentarlo por encima de la temperatura de austenización, previa al temple. Es la estructura de partida a partir de la cual se forma la martensita durante el enfriamiento rápido o temple.

Temple — Enfriamiento rápido posterior a la austenización, que transforma la estructura del acero y produce un notable incremento de su dureza.

Revenido — Calentamiento moderado aplicado después del temple para reducir la fragilidad del material sin eliminar por completo su dureza.

Martensita — Estructura resultante del temple, caracterizada por su elevada dureza y fragilidad.

Tratamiento criogénico — Enfriamiento del acero a temperaturas extremadamente bajas (−196°C) con el objetivo de mejorar determinadas propiedades microestructurales.

Carburos de cromo — Partículas duras que se forman dentro del acero y que no llegan a disolverse completamente durante la austenización.

Austenita retenida — Fracción de la estructura original que no se transforma en martensita durante el temple.

Capa pasiva — Capa protectora que se forma en la superficie del acero inoxidable y que evita su corrosión.

3. Fundamentos teóricos

3.1. Transformaciones de fase en aceros

3.1.1. Diagrama Fe-C

El acero al carbono presenta distintas fases que aportan distintas propiedades al material, estas fases se pueden deducir por gráficas que nos piden la cantidad de carbono del acero además de la temperatura a la que ha estado sometido para saber su microestructura y propiedades. Esta tabla la podremos seguir siempre y cuando el acero haya sido enfriado lentamente.

De este diagrama podemos encontrar fases determinantes para su microestructura como son: la ferrita (α), la cementita (Fe_3C) y la austenita (γ).

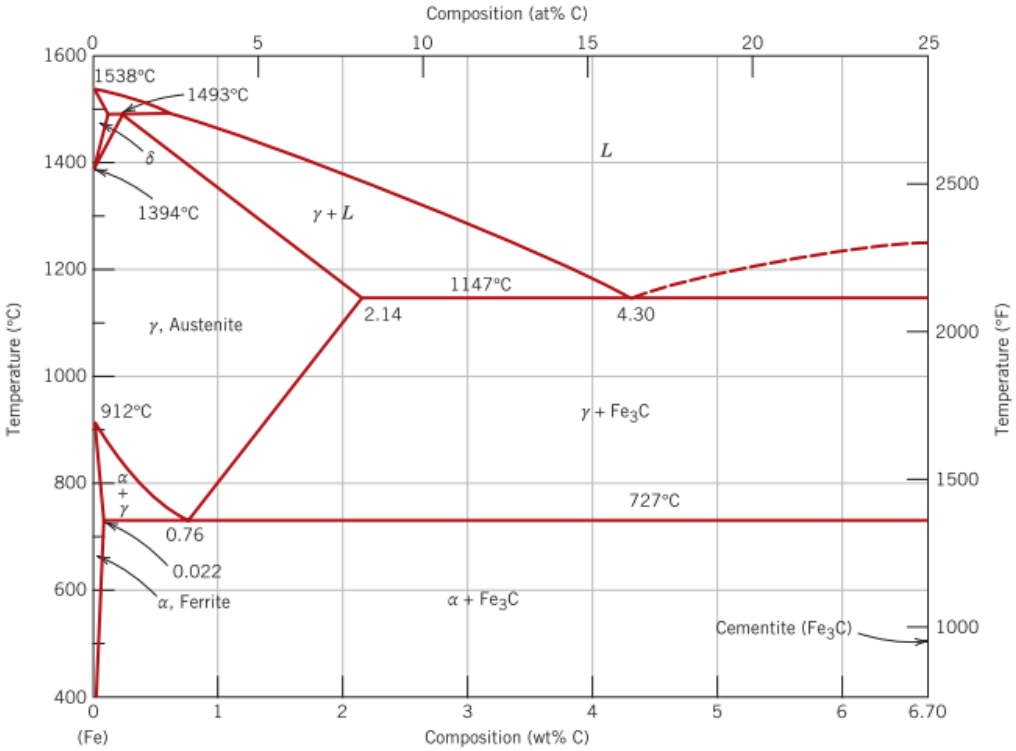


Figura 1. Diagrama Fe-C [2]

Ferrita (α): La ferrita la encontramos en la zona dónde el carbono es menos presente, por lo tanto su comportamiento será muy parecido al del hierro que es dúctil (con una elongación plástica del 40%), baja dureza (entre 65-130 Brinell[1], dependiendo del tamaño en el que se forma la ferrita). La ferrita es muy estable a temperaturas cercanas a los 770ºC, pero según baja, el carbono pierde afinidad y ferrita se satura, expulsándolo y

[1] Con Brinell nos referimos a la escala y método de ensayo mecánico utilizado para medir la dureza de los materiales, en este caso el acero.

quedando milésimas porcentuales del carbono que había a la temperatura de máxima difusión (770ºC).

Cementita (Fe_3C): Encontrándose al otro lado del diagrama, la cementita también presenta estados contrarios a la ferrita, siendo más dura (sobre unos 800 Brinell), menos dúctil y menos conductora de la electricidad y el calor.

Austenita (γ): Esta fase presenta una dureza intermedia entre los dos componentes anteriores y una elongación plástica que puede ser igual o mayor que la de la ferrita además posee una estructura FCC. La austenita es la más importante para nuestro estudio ya que es el primer paso para poder realizar el templado.

En la figura 2 se puede ver cómo tanto la ferrita y la austenita están separadas por líneas oscuras denominadas fronteras de grano, por consecuente, lo que contiene en su interior se le denomina grano metalográfico.

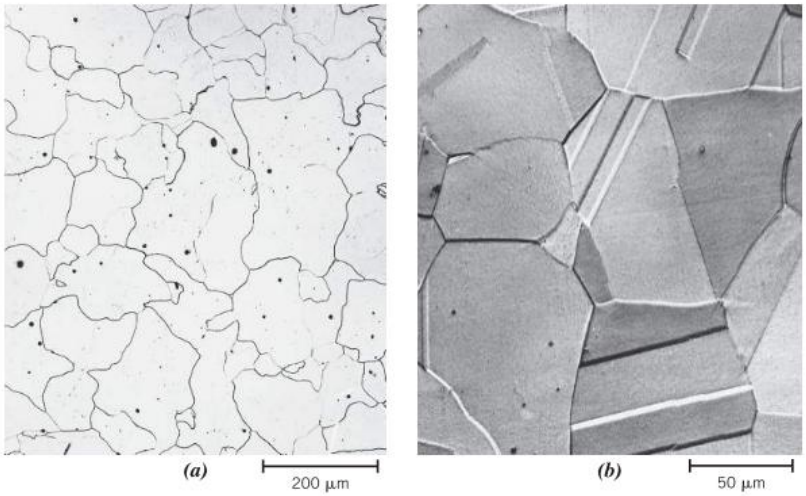


Figura 2. Micrografías ferrita (x90) a) y austenita (x325) b) [2]

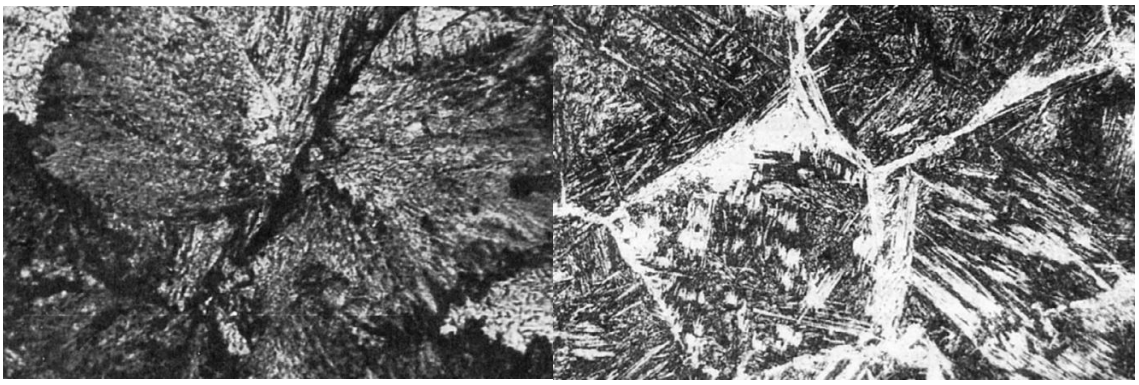
El acero que cuenta con una proporción de carbono entre el 0-0,022% está compuesto por las fases de ferrita y una mínima parte de cementita dado su bajo contenido de carbono. Si el acero que se encuentra en zona austenítica desciende en temperatura se produce la siguiente reacción eutectoide[2].

$$\gamma(austenita) = \alpha\ (\text{ferrita}) + Fe_3C\ (\text{cementita})\ [2]$$

[2] Se le denomina eutectoide a un proceso metalúrgico donde ocurre una transformación de fases reversible e isotérmico.

Al cambiar de fases el carbono que tan soluble era en la austenita deja de serlo en sus nuevas fases, resultando en su precipitación en forma de cementita en los límites de grano de la ferrita.

Si el porcentaje de carbono aumenta, aparece un nuevo constituyente en la estructura denominada *perlita*, que es el resultante de otra reacción eutectoide entre la ferrita y la cementita. Al principio la perlita aparece entre los granos de ferrita hasta llegar al ~0,76% dónde ocupará todo su volumen.



a) b)

Figura 3. Perlita (x500) a) y cementita (x500) b) [3]

Si el porcentaje de carbono sigue subiendo, se formará cementita fuera de esta perlita en forma de agujas como se muestra en la imagen.

En este estudio se trata con un acero con un gran alto contenido en cromo (13,7%) y esto afectará en gran medida a como se formará la austenita que necesitaremos. Por ese motivo podemos ver gráficos Fe-Cr, como el de la figura 4, para saber en qué fases nos encontramos.

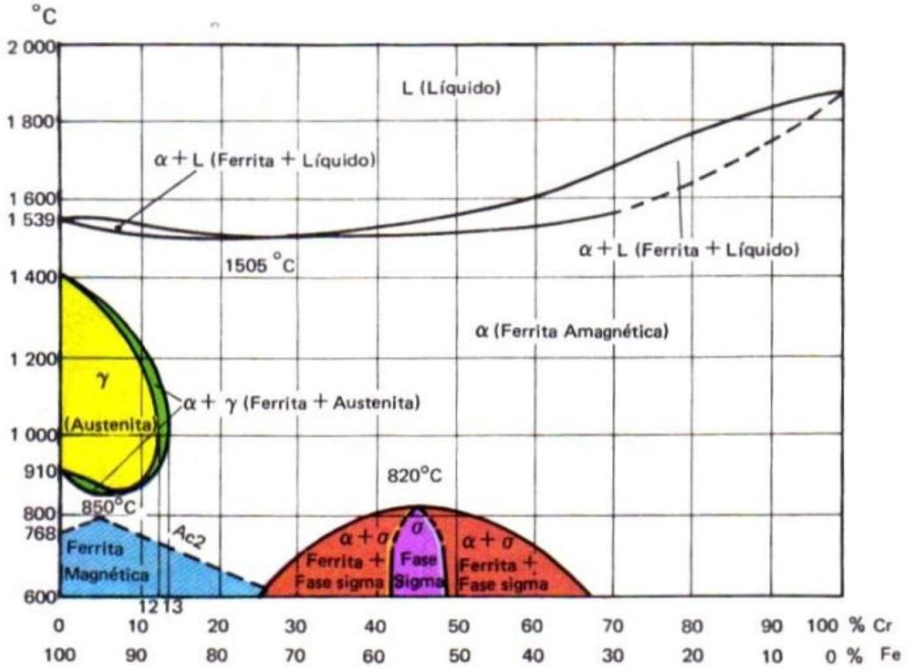


Figura 4. Diagrama Fe-Cr [4]

Solo observando el anterior diagrama podemos afirmar que nuestro acero no contiene austenita ya que se encuentra fuera de dicha región, pero al añadirle la cantidad que tenemos de carbono (0,37%) favorece a la creación de austenita ya que el carbono actúa como un estabilizador al reducir la energía libre de la austenita, viéndose aumentada esta región hacia nuestro porcentaje de cromo, como se ve en la figura 5. También existen otros elementos que hace aumenta la región de la austenita como el Mg. [3]

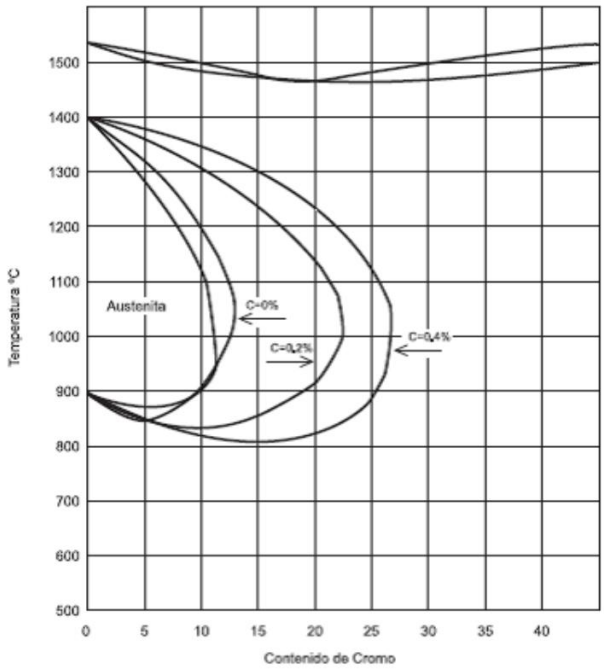


Figura 5. Diagrama Fe-Cr-C [5]

3.1.2. Transformación martensítica

La martensita es la fase del acero donde se centra en estudio y se forma enfriando rápidamente un acero con el método del temple, evitando así que la austenita se pueda convertir en fases que hemos visto antes, como la perlita, y podamos obtener la martensita.

La transformación de martensita se caracteriza por no tener difusión. Los átomos, en vez de migrar largas distancias dentro de la red cristalina, se desplazan de manera coordinada mediante un mecanismo llamado "cizallamiento", lo que termina resultando en una solución sólida sobresaturada que mantiene el carbono.

Como resultado de esta transformación, la estructura cristalina resultante son celdas tetragonales centradas en el cuerpo (BCT), originadas de la anterior estructura FCC perteneciente a la austenita. Durante el rápido proceso de enfriamiento, a los átomos de carbono no les da tiempo a salir de las celdas y convertirse en la ya mencionada ferrita, que tiene una microestructura BCC. Al quedar atrapados los carbonos y formarse las BCT, estas entran en una fase que no está en equilibrio, generando una distorsión de la red y aumentando la dificultad para el movimiento de las dislocaciones. Esto da lugar a una microestructura con gran dureza y alta resistencia mecánica, acompañada también de una disminución tanto de su tenacidad como de su ductilidad, dando lugar así a la martensita.

La estructura BCT de la martensita se presenta en un estado metaestable, no presenta un equilibrio debido a la sobresaturación de carburos atrapados en las celdas y no realizarle un tratamiento posterior acabaría con una martensita de alta fragilidad llena de tensiones residuales que favorecen la aparición de grietas y deformaciones.

Durante el crecimiento del cristal de martensita se acumulan tensiones elásticas debido a las deformaciones de red. Cuando estas tensiones llegan al límite elástico, la coherencia entre ellas se rompe y en consecuencia el crecimiento del cristal se detiene [3].

Al igual que se han estudiado cuando se forman las fases del acero dependiendo del porcentaje de carbono, también hay diagramas para ver cómo conseguir martensita dependiendo del tiempo al que se enfría y sobre que temperatura, a este se le denomina el diagrama TTT (Tiempo-Temperatura-Transformación)

3.1.3. Diagrama TTT

En la figura 6 tenemos el diagrama TTT (Tiempo-Temperatura-Transformación), se ve como además de martensita se pueden conseguir otras microestructuras con sus respectivas propiedades, como puede ser la bainita. Como ya vimos antes, al enfriarlo lentamente al horno conseguimos perlita, cuanto más rápido se enfríe el horno, más dura

y menos dúctil será la perlita resultante. Si después de austenizar, enfriamos la pieza a 450 ºC durante al menos 6 segundos tendremos una bainita superior, que es más dura y tenaz que la perlita. A partir de los 10 segundos y con 250ºC se obtiene bainita inferior, que tiene mayor dureza que la superior y mucha más tenacidad. Y para conseguir la fase más dura, la martensita, se debe realizar el temple a una temperatura inferior a la línea de M, que en este caso es inferior a 200 ºC. Este diagrama es para un acero con 0,8% de carbono, que no es el acero que se utiliza en este estudio. [2]

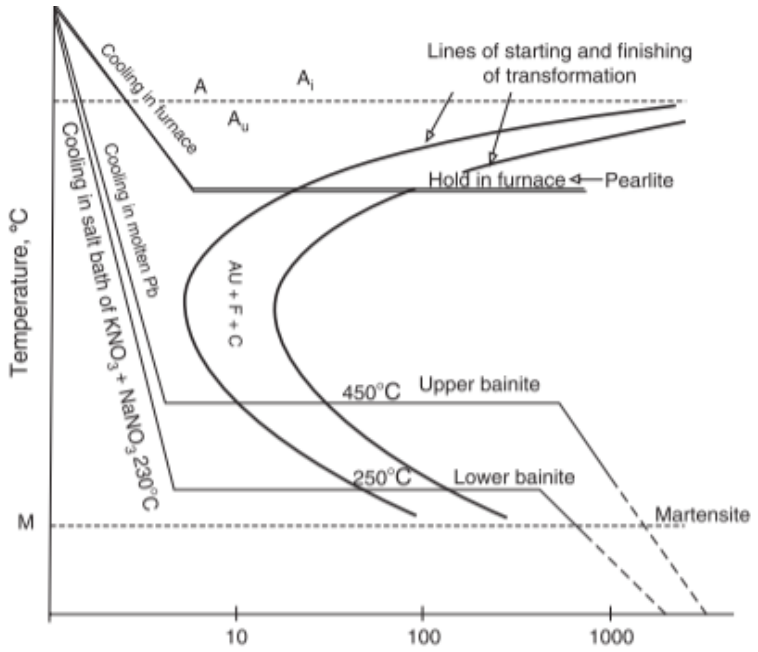


Figura 6. Diagrama TTT [6]

En cambio, en la figura 7, hay un diagrama TTT para un acero que se acerca mucho al nuestro, un AISI 430, que contiene entre un 16-18% de cromo y un contenido de carbono superior al 0,12%, además de la presencia de elementos como el manganeso, silicio (con un contenido levemente superior al 1%) y níquel en más del 0,75%. Como solo queremos conseguir martensita, debemos fijarnos en la línea de M, que se sitúa en los 160ºC, y nuestra mayor temperatura de enfriamiento es a los 23ºC, tendremos una superficie con martensita en prácticamente su totalidad ya que cuanto más lejos de la temperatura de M estemos menos austenita retenida tendremos en el material, que es uno de los grandes inconvenientes que se encuentran en el momento de realizar los temples, ya que esta austenita nos puede traer partes negativas como la formación de tensiones internas, menor resistencia al desgaste y menor dureza, aunque también puede aportar propiedades como un aumento de la tenacidad y mejor ductilidad. Estos aspectos se tendrán en cuenta a la hora de hacer el temple dependiendo de las necesidades que tengamos. En esencia, si queremos maximizar la dureza, resistencia al desgaste y estabilidad dimensional, reduciremos esta austenita retenida al mínimo posible bajando la temperatura del temple.[2]

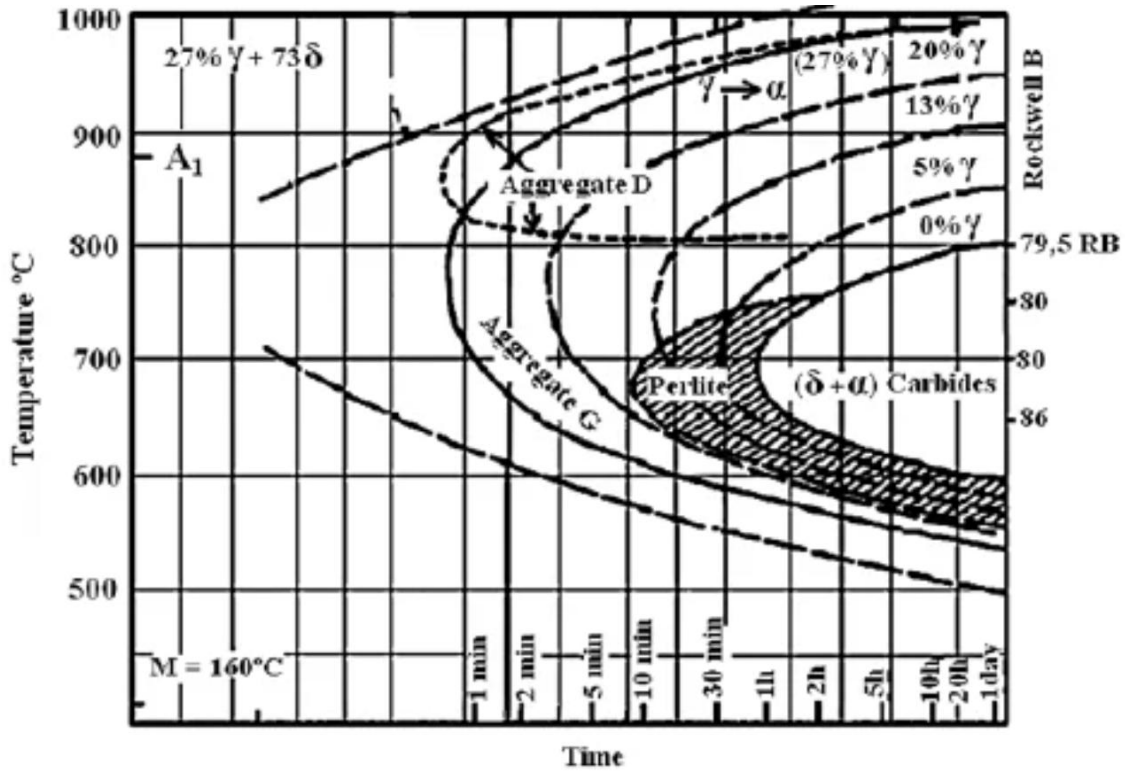


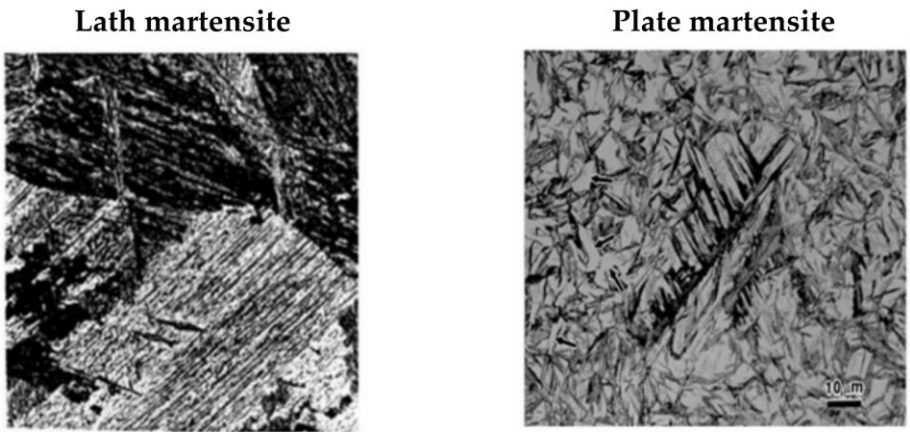
Figura 7. Diagrama TTT AISI 420 [7]

Los aceros inoxidables martensíticos, como es nuestro caso, tienen elementos que reducen la línea que marca el inicio de formación para la martensita (Ms), esto provoca límites en las posibilidades de incrementar la corrosión y su resistencia mecánica, es decir, cuanto menos estable sea la austenita, más rápida será la transformación y no dejará tiempo a que se forma austenita retenida. [2] [3]

Dentro las formaciones de martensita existen de dos categorías:

Martensita en placas: aparece en aceros cuya proporción de carbono supera el 1%, en las micrografías de este tipo de martensita se puede apreciar en forma de aguja o placas. Estas placas dividen por dentro el grano de austenita, pero sin llegar a atravesar la frontera del propio grano, por lo que su tamaño viene dado por las dimensiones de la austenita. Este límite el tamaño puede ser un problema al momento de diferenciar el tipo de martensita, ya que cuanto más pequeña la placa, más difícil de diferenciar su tipología.

Martensita en láminas: se forma hasta el 0,6% de carbono y esta microestructura presenta más ductilidad per es menos dura, se caracteriza por sus cristales en forma de láminas paralelas que también se forman dentro del grano de la austenita. Los aceros que superen este 0,6% de carbono y sean menores al 1%, presentan una microestructura compartida entre las dos categorías. [3]

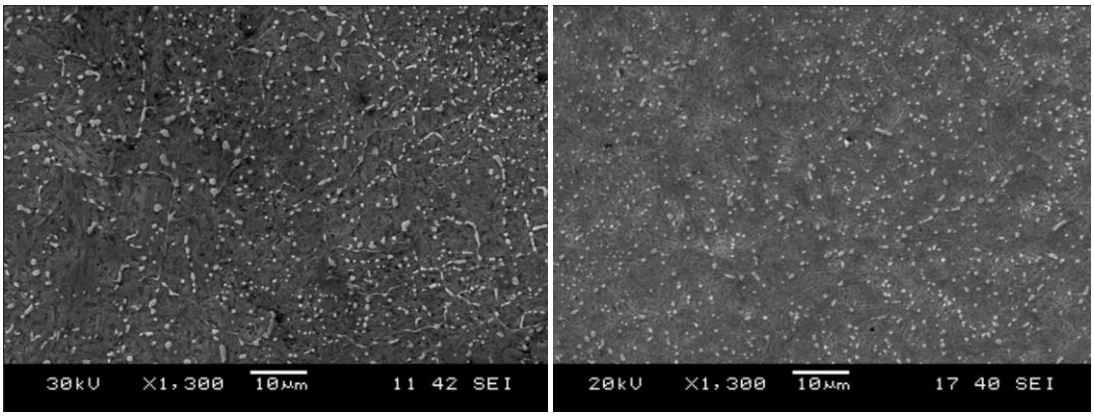


a) Martensita en láminas b) Martensita en placas

Figura 8. Variedades de martensita [3]

3.1.4. Criogenización (-196 °C)

Tras la austenización, algunas de las probetas estarán sometidas a criogenización posterior al temple a una temperatura de -196ºC, con esta temperatura buscamos incrementar la fuerza termodinámica para que la transformación de la austenita retenida a martensita sea máxima, por consecuente, el resultado debería darnos un acero que aproveche toda la dureza, y resistencia que pueda llegar a aportar la martensita. Además, en este proceso se ha detectado una distribución más homogénea de los granos metalográficos más finos e incrementa la cantidad de defectos cristalinos que se pueden formar por las altas tensiones internas que genera el proceso. En resumen, una criogenización nos aportará: más dureza y resistencia al desgaste, además de que los carburos dejarán de tener una tendencia a agruparse, serán más pequeños y se encontrarán uniformemente mejor repartidos después del revenido, es decir, una formación más homogénea [8]. En la siguiente imagen (figura 9) vista desde un SEM y realizada por el departamento de materiales de la UPC se puede ver la diferencia su tamaño y reparto de carburos sobre la superficie sobre el AISI 420 con un tratamiento térmico sin criogenizar y criogenizado.



a) b)

Figura 9. Micrografía carburos sin criogenizado (x1300) a) con criogenizado (x1300) b) [Departamento de materiales de la UPC]

3.1.5. Revenido

El último proceso de este apartado de tratamientos térmicos, tenemos el revenido o recocido, que viene después del temple, donde sometemos el acero a una temperatura controlada en un horno que todas las probetas de este estudio están sometidas al mismo revenido, tanto en tiempo como en temperatura (275 ºC durante 180 minutos), menos las probetas sin tratamiento, que las analizamos como nos suministra el proveedor, conformado por forja y normalizado.

Este proceso es de los más importantes ya que es un gran determinante del equilibrio final entre resistencia mecánica, dureza, tenacidad y el comportamiento frente la corrosión. En este proceso entra la probeta en un estado metaestable, ya que viene del temple martensita, ye tenemos unas celdas BCT sobresaturadas de carbono que hacen fuerza para salir de estas, traduciéndose así en una pieza sometida a tensiones internas que debemos tratar para mejores características, ya que estas tensiones aportan fragilidad que puede desembocar en una futura rotura o creación de grietas. Queda definido así que el objetivo de hacer un revenido es liberar al material de estas tensiones, mejorar la ductilidad y tenacidad, además de estabilizar la microestructura sin perder las propiedades mecánicas que nos aporta la martensita, eso puede ocurrir si el revenido se hace a una temperatura de austenización, que liberaría el carbono atrapado en las celdas. [3]

En el revenido ocurren dos fenómenos que modifican la microestructura del material, las relajaciones internas y la redistribución de los átomos de carbono atrapados en la red cristalina de la martensita. Dependerá de la composición química del acero que carburos vayan a precipitar. La temperatura también juega un papel muy importante en este proceso, si el revenido se realiza a temperaturas relativamente bajas, obtenemos más dureza en el resultado final, mientras que al subir la temperatura perdemos

progresivamente esta dureza sumada a resistencia mecánica, pero ganando ductilidad. Cabe destacar que, en aceros inoxidables, como es el caso del material que se tratan en este estudio, existe un intervalo crítico para su revenido, entre los 420-600ºC, en este rango de temperatura se pierde su gran resistencia a la corrosión al aparecer carburos que consumen el cromo de la matriz, que es el que aporta las propiedades inoxidables, también aportan fragilidad al concentrarse estos carburos en los límites grano.

3.1.6. Capa pasivada

La pasivación en aceros inoxidables consiste en la formación de una película superficial nanométrica compuesta por un óxido de cromo (Cr_2O_3), que ofrece una gran resistencia a la corrosión. Este proceso ocurre de forma natural cuando una superficie limpia de acero queda expuesta a un entorno con suficiente oxígeno, como puede ser nuestro caso, la humedad del entorno también aportará cambios en el resultado de este proceso. Este proceso ocurre cuando al realizar el temple, y se forma con el cromo que ha quedado disuelto en la martensita, por lo tanto, cuanto más carbono se haya disuelto en la austenización, mayor capa pasivada para que proteja al acero de la corrosión.

Durante la formación de esta capa pasiva, el cromo reacciona preferentemente con el oxígeno antes que el hierro, ya que presenta una mayor afinidad química por él. Esto se demuestra a través de la energía libre de Gibbs (ΔG), donde un valor más negativo indica una reacción más espontánea además de termodinámicamente favorable. El Cr_2O_3 presenta un ΔG inferior al Fe_2O_3, por lo tanto, se demuestra que el oxígeno reaccionará con el cromo protegiendo así al hierro de su oxidación. La cantidad de cromo también influye en que se priorice su oxidación, ya que, si representara un valor inferior al 12%, no habría suficiente cromo para que tuviera preferencia en la reacción ni estuviera recubierta toda la superficie. Por lo tanto, un valor inferior al 12% terminaría con la oxidación de ambos y el acero tendría una capa de óxido no protectora (herrumbe). [9]

- $Cr + O_2 \rightarrow Cr_2O_3$ $\quad \Delta G \approx -1058$ kJ/mol [10]
- $Fe + O_2 \rightarrow Fe_2O_3$ $\quad \Delta G \approx -742$ kJ/mol [10]

Con la ecuación de la energía libre de Gibbs también podemos saber que la reacción se produce sin ayuda de energía externa ya que:

- $\Delta G < 0 \rightarrow$ la reacción se produce de forma espontánea, ocurre por sí sola.
- $\Delta G > 0 \rightarrow$ la reacción no se produce de forma espontánea, necesita energía externa para que reaccione.
  $\Delta G = 0 \rightarrow$ el sistema se encuentra en equilibrio. [11

3.2. Crecimiento de grano austenítico

El crecimiento de grano está fomentado por una reducción de energía almacenada en sus fronteras, ya que un material con fronteras de grano, almacena energía superficial ahí. Es un sistema en el que siempre tiende a minimizar la energía total, y una forma de liberar esta energía es reducir el área de las fronteras de grano expandiendo el tamaño de los granos. Esta fuerza que ejercen los granos es una fuerza termodinámica llamada "presión motriz" que se expresa en MPa, en este estudio tiene relevancia durante la austenización. Cuanta más energía haya, mayor será la presión motriz y el crecimiento será más rápido. Esto es un factor determinante en la recristalización primaria, ya que al austenizarlo a altas temperaturas, el sistema querrá eliminar primero las zonas dónde más energía hay, que son los defectos que pueda tener el acero como puedan ser dislocaciones que haya podido recibir por una deformación plástica. Lo que ocurren entonces es que en estas zonas crecen granos completamente nuevos y crecen consumiendo el material deformado, es un proceso de sustitución que elimina zonas con defectos que empeoran la calidad del acero, por granos limpios que han pasado por una nucleación seguido de un crecimiento. [12]

Dentro del crecimiento de grano encontramos dos distinciones, el crecimiento normal y el anormal.

- En el crecimiento normal los granos crecen de forma homogénea, ya que todos tienen las mismas condiciones de crecimiento, por lo que en teoría una distribución de granos normales debería ser continua y uniforme.

- En el crecimiento anormal representa granos con más facilidad que otros en su crecimiento consumiendo a granos más pequeños adyacentes. El resultado que ofrecen estos granos es una distribución dónde encuentras unos pocos granos enormes rodeado de granos más pequeños, cuando dos de estos granos grandes entran en contacto, el proceso se detiene, reanudando así el crecimiento normal.

Sabiendo esto, podemos tener en cuenta que la presión motriz del crecimiento del área de los granos es $\sim 10^2$ MPa, mientras que la recristalización oscila los $\sim 10^4$ MPa, entendemos pues que el sistema tendrá preferencia por la recristalización ya que, los defectos como las dislocaciones, presentan más energía que las fronteras de grano y los granos se expandirán a menor velocidad al tener menos energía en las fronteras.

4. Materiales y metodología

4.1. Composición química

Esta es la composición química de todas las probetas que son tratadas en este estudio, los valores que muestra la tabla están tomados con un valor de confianza del 95% según el fabricante. Cada componente tiene su funcionalidad y propósito, y son los siguientes:

CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS
CHEMICAL PROPERTIES

Referencia / Reference	Análisis químico (%) / Chemical analysis (%)					
	C	Si	Mn	P	S	Cr
--	**0,44**	**0,29**	**0,86**	**0,029**	**<0,005**	**13,7**
	±0,01	±0,01	±0,02	±0,003	--	±0,2

Incertidumbre expandida calculada para un intervalo de confianza del 95% / Expanded uncertainty calculated for 95% confidence interval

Tabla 1. Composición química del suministro

- Carbono (C): la cantidad de carbono que se añade al acero determina que clase de acero se produce, además que, dependiendo la cantidad de carbono, será necesario tratamientos térmicos para poder conseguir los beneficios de este.

  El carbono es el elemento con más tendencia a una distribución no uniforme durante la solidificación de los elementos de este acero, teniendo como preferencia concentrarse en los defectos del acero, como los límites de grano, dislocaciones o inclusiones no metálicas como puedan ser los óxidos entre otros varios.

  Además, es el principal elemento de endurecimiento para todos los aceros salvo algunos que no nos repercuten, como el inoxidable austenítico. Este efecto que fortalece a los aceros consiste en el endurecimiento por solución sólida y el endurecimiento por la dispersión de carburos. A la hora de añadir el carbono a una Acero hay que tener en cuenta que cuanto más carbono tenga, más duro será el acero, pero a su vez perderemos ductilidad y soldabilidad. [3]

- Cromo (Cr): incrementa la templabilidad, que es la capacidad de endurecerse con el temple a mayor profundidad, también aumenta la resistencia a la corrosión y la oxidación en los aceros, mejora la resistencia mecánica en altas temperatura y su resistencia por abrasión en aceros con alto contenido de carbono.

  También este favorece la segregación a los límites de grano las impurezas como el fósforo (P), estaño (St) antimonio (Sb) y el arsénico (As), elementos que pueden contribuir a una fragilización en el revenido.

  Los carburos que se forman con el cromo y el hierro se disuelven lentamente en la austenita, por lo que el tiempo de austenización de un acero con un contenido

de cromo deberá ser más largo si se quieren obtener dichos carburos, dentro de estos hay dos clases que pueden formarse: [3]

- $Cr_{23}C_6$: empiezan a disolverse entre los 950-1050 ºC se forman en el enfriamiento lento o revenido y su tamaño oscila entre los 0,3-1,5 µm.

- Cr_7C_3: estos empiezan a disolverse entre los 1050-1150 ºC y aparecen en el revenido a temperaturas intermedias 400-500º C, tienen un tamaño similar a los anteriores nombrados. Este tipo de carburos será el que tenga menos relevancia en este estudio tener menos tendencia de que se forme [3].

- Manganeso (Mn): elemento que está presento en prácticamente todos los aceros en una cantidad de 0,30% o superior, principalmente porque actúa como desoxidante y desulfurante debido a su afinidad química con el oxígeno (O) y con el azufre (S) formando las dos siguientes reacciones que liberan al acero del oxígeno libre y permite procesar el acero con mayor seguridad.

  $$Mn + O \rightarrow MnO$$
  $$Mn + S \rightarrow MnS$$

  El manganeso también beneficia a la calidad superficial de los aceros que no contienen niveles muy bajo de carbono, reduce el riesgo de fragilidad en caliente, influye favorablemente en la forjabilidad y la soldabilidad y actúa como un estabilizador de la austenita, ampliando su rango de existencia.

  Es un débil formador de carburos, ya que solo son presentes en la cementita, por lo que estos no intervendrán en este estudio. También cabe destacar que el uso reducido de este elemento se debe a que un uso por encima del 2%, puede inducir al agrietamiento ya posibles distorsiones durante el temple.

  Al igual que con el cromo, este también favorece a la segregación a los límites de grano las impurezas como el fósforo (P), estaño (St) antimonio (Sb) y el arsénico (As). [3]

- Silicio (Si): al igual que los otros componentes mencionados, silicio también actúa como un desoxidante que protege al hierro de su oxidación gracias la compatibilidad química del silicio con el oxígeno. Con la cantidad de silicio se pueden diferenciar dos tipos de acero, el acero calmado o “killed Steel”, con un contenido máximo de silicio de 0,60% y el acero efervescente o “ rimmed Steel”, que una cantidad inferior al 0,10% de este elemento. Cuando su contenido en inferior al 0,30% aumenta la resistencia del acero sin comprometer en gran medida su ductilidad, ya que por encima del 0,40% se ve marcada la disminución en la ductilidad.

El silicio en aceros tratados térmicamente ofrece: mejor templabilidad (mejor si también lleva manganeso), mejor resistencia al desgaste y a la fluencia, mayor límite elástico y retrasa la descomposición de la martensita hasta los 300ºC. El silicio no forma carburos. [3]

- Fósforo (P): se segrega durante la solidificación, pero en menor medida que el C y el S. E fósforo aumenta la dureza del acero pero a medida que aumenta su porcentaje presente en el acero, provoca una disminución de la ductilidad, tenacidad a impactos e incremente la fragilidad en frio, "cold-shortness" [2].

  También posee una tendencia por segregarse el los límites de grano y provocar una fragilización en el revenido de los aceros aleados, especialmente en los que contienen Mn, Cr, Mn-Si, Cr-Mn y Cr-Ni. También aumenta la templabilidad y retrasa la descomposición de la martensita igual que lo hace el Si. [3]

- Azufre (S): Cantidades elevadas de azufre pueden causar fragilidad debido eutécticos de sulfuro que rodean los límites de grano (Fe-FeS). El azufre empeora la ductilidad transversal, tenacidad de impacto, soldabilidad y calidad superficial al formar inclusiones no metálicas.

  En aceros para rodamientos, la inclusión del azufre junto al manganeso aumenta la resistencia a fatiga, esto se debe a un efecto en la modificación en la iniciación de microgrietas. También mejora la maquinabilidad. [3]

4.2. Clasificación del suministro

A partir de los elementos de los que está compuesto el acero se puede realizar una clasificación para este, Lo primero que se puede extraer es que sea un acero inoxidable debido a su alto contenido en cromo (13,7%), ya que según la norma UNE-EN 10088, los acero se considera inoxidable al superar los 10,5% de cromo. Por otro lado, se considera martensítico por su alto contenido en carbono (0,44), lo que le confiere la capacidad para endurecerse por un tratamiento térmico. Con estos datos podemos acotar su clasificación y verificar tablas normalizadas. [15]

Comprobando la tabla se concluye que nuestro acero martensítico inoxidable se clasifica como una ASIS 420 o S42000 según la normativa UNS, ya que cumple con los requisitos sus demás componentes. El carbono del acero tratado en este estudio es bastante elevado al mínimo que pide la normativa para un ASIS 420, por lo que también se puede ver referenciado como ASIS 420C.

Type	UNS Designation	Composition (%)[a]							
		C	Mn	Si	Cr	Ni	P	S	Other
Duplex (ferritic–austenitic) type									
329	S32900	0.20	1.00	0.75	23.0–28.0	2.50–5.00	0.04	0.03	1.00–2.00 Mo
Martensitic types									
403	S40300	0.15	1.00	0.50	11.5–13.0	—	0.04	0.03	—
410	S41000	0.15	1.00	1.00	11.5–13.5	—	0.04	0.03	—
414	S41400	0.15	1.00	1.00	11.5–13.5	1.25–2.50	0.04	0.03	—
416	S41600	0.15	1.25	1.00	12.0–14.0	—	0.06	0.15 min	0.6 Mo[b]
416Se	S41623	0.15	1.25	1.00	12.0–14.0	—	0.06	0.06	0.15 min Se
420	S42000	0.15 min	1.00	1.00	12.0–14.0	—	0.04	0.03	—
420F	S42020	0.15 min	1.25	1.00	12.0–14.0	—	0.06	0.15 min	0.6 Mo[b]
422	S42200	0.20–0.25	1.00	0.75	11.5–13.5	0.5–1.0	0.04	0.03	0.75–1.25 Mo; 0.75–1.25 W; 0.15–0.3 V
431	S43100	0.20	1.00	1.00	15.0–17.0	1.25–2.50	0.04	0.03	—
440A	S44002	0.60–0.75	1.00	1.00	16.0–18.0	—	0.04	0.03	0.75 Mo
440B	S44003	0.75–0.95	1.00	1.00	16.0–18.0	—	0.04	0.03	0.75 Mo
440C	S44004	0.95–1.20	1.00	1.00	16.0–18.0	—	0.04	0.03	0.75 Mo

Tabla 2. Clasificación acero inoxidable martensítico [3]

4.3. Clasificación de probetas

Las probetas analizadas en este estudio vienen clasificadas por números de tres dígitos para poder diferenciar el proceso por el cual han pasado. Hay dos tipos de probetas que no se han tratado térmicamente en el laboratorio de la UPC, la serie 510 y St (Sin tratamiento).

1er dígito	Temperatura austenización (ºC)	Tiempo (min)
2	1100	30
3	1050	30
6	980	30
7	1100	120
5	1050 (ind.)	30
2ndo dígito	**Temperatura revenido(ºC)**	**Tiempo (min)**
1	275	180
3er dígito	**Temperatura temple(ºC)**	**Método de temple**
0	23	Aceite
2	23, -196	Aceite + Criogenización

Tabla 3. Clasificación probetas

De cada tratamiento se han estudiado dos probetas, por lo que a una de ellas se le asignará una letra distinta al final, (a y b), véase las probetas 212 a y 212 b, el motivo de esta decisión ha sido el de ampliar la representatividad de los resultados, ya que, si una probeta difiere mucho el en comparación a otra con el mismo tratamiento, se puede repetir el proceso para no asumir riesgos de errores en el proceso que hayan alterado el resultado.

Para simplificar la comprensión a la hora de analizar los resultados, se ha optado por proveer de una nueva terminología a las probetas que se han estudiado, clasificadas en con un número que empieza con el 1 a la probeta que se espera menor tamaño de grano y un 4 a la que se espera mayor tamaño, en cuanto a las probetas criogenizadas simplemente se les ha añadido una "C" al final indicando que han pasado por dicho proceso, si solo se encuentra el número, el temple ha sido en aceite a temperatura ambiente.

Código probeta	Simplificación
Sin tratamiento térmico	St
610	1
310	2
210	3
710	4
510	5
612	1C
312	2C
212	3C
712	4C

Tabla 4. Simplificación probetas

5.Cálculos teóricos

5.1 Anclaje de Zener “Zener pinning”

En el caso de nuestro acero, cuando la frontera de grano se mueve a través de la red cristalina puede encontrarse con partículas de segunda fase como los carburos de cromo que no han quedado disueltos en su totalidad, por lo que este carburo se quedará adherido a la frontera y actuará como un ancla que limita la expansión de la frontera. Cuantos más carburos haya (sube “Fv”) y más pequeños sean (disminuye “r”), resultará en un aumento de “Pz”, que representa el número de anclas de Zener por unidad de área de frontera. Cuanto mayor sea el valor de “Pz”, mayor es la presión total de anclaje.

$$Pz = \frac{3Fv*\gamma b}{2r}\ [12]$$

Fórmula 1. Presión de anclaje de Zener

Pz = Presión de anclaje de Zener (MPa).

Fv = Fracción volumétrica de partículas de segunda fase, este valor se expresa entre el 0 y 1.

γb = Energía específica de la frontera de grano (().

r = radio de los carburos (m).

Esta fórmula también nos permite saber cuando se detendrá el avance de las fronteras de grano, que será cuando la presión motriz se iguale a la presión de anclaje.

La ley de Burke y Turnbull es la que expresa el crecimiento de grano de forma parabólica

$$R^n - R_0^n = c_2 t\ [12]$$

Fórmula 2. Ley del crecimiento de grano parabólico

R = radio medio de grano en el instante “t” (m)

R_0 =radio medio de grano inicial

n = exponente de crecimiento del grano (adimensional), en un caso ideal este valor sería n = 2, esta situación se daría en un contexto donde no hay partículas ni solutos en el volumen del metal, al no ser el caso, será un valor mayor a 2.

c_2 = constante de crecimiento (m^n/s), esta constante tiene en cuenta 3 factores principales, la movilidad de la frontera de grano, la energía de dicha frontera y factores geométricos, como la circularidad de los granos. c_2 aumenta con la temperatura, ya que el grano crece más rápido a más temperatura.

t = tiempo de austenización (s)

Aunque la ecuación del crecimiento de grano es correcta, sería erróneo afirmar que es lo que nos encontramos en el AISI 420, ya que como se ha comentado antes, tenemos carburos que están perjudicando a este crecimiento de grano.

$$\frac{dR}{dt} = M\left(\frac{\alpha * \gamma b}{R} - \frac{3Fv * \gamma b}{2r}\right)[12]$$

Fórmula 3. Ecuación de crecimiento de anclaje

$\frac{dR}{dt}$ = velocidad de crecimiento del grano (m/s).

M = movilidad de la frontera de grano (m/(Pa*s)).

α = constante geométrica (adimensional), al no tener los granos de todos los tamaños iguales la distribución de ellos no será perfecta, esto se ajusta en la ecuación agregado esta constante que tiene un valor entre 0,26-0,37, este valor se ajusta más a valores experimentales, mientras que el valor de Zener es 1,33. [13]

De la anterior ecuación, podemos obtener el tamaño límite de Zener, que nos permite conocer el tamaño máximo de grano que puede existir en un material con una distribución estimada de carburos. Este tamaño límite está directamente relacionado con la temperatura de austenización, ya que a más temperatura, habrán menos carburos y por lo tanto menor Fv, dando un tamaño límite mayor.

$$Dz = \frac{\alpha * r}{Fv}\,[12]$$

Fórmula 4. Ecuación tamaño límite de Zener

Dz = tamaño límite de Zener (m)

Este tamaño límite puede llegar a ser visible en la parte experimental, ya a medida que suba la temperatura de austenización, la velocidad de crecimiento de los granos deja de crecer lentamente ya que los carburos se van disolviendo junto la temperatura.

5.2. Resolución numérica

5.2.1. Presión de Zener

Fv = Para el valor de la fracción volumétrica de carburos, hemos interpolado para tener valores que se acerquen a nuestra temperatura.

T (ºC)	Fv
950	0,045
980	xFv
1000	0,035

Tabla 5. fracción de carburos

γb = los valores para el AISI 420 oscilan entre 0,3 y 1, por lo que cogemos 0,6. También estimamos el radio de los carburos "r". [14]

Se puede apreciar como a medida que sube la temperatura de austenización la presión que ejercen los carburos deteniendo el crecimiento del grano se hace cada vez menor de forma exponencial.

Temperatura (ºC)	Fv	γb (J/m²)	r (µm)	Pz (MPa)
980	0,039	0,6	0,4	0,0878
1050	0,024	0,6	0,33	0,06546
1100	0,005	0,6	0,28	0,01607
1100 (120 min)	0,003	0,6	0,25	0,0108

Tabla 6. Resultado presión de Zener

5.2.2. Tamaño límite de Zener

Tanto los datos del radio de los carburos y su fracción volumétrica se utilizan los anteriores obtenidos y para el valor de "α", se opta por el valor más utilizado en estudios más recientes. [13]

Temperatura (ºC)	Fv	α	r (µm)	Dz (µm)
980	0,039	0,37	0,4	3,795
1050	0,024	0,37	0,33	5,088
1100	0,005	0,37	0,28	20,720
1100 (120 min)	0,003	0,37	0,25	30,833

Tabla 7. Tamaño límite de Zener

6. Preparación metalográfica

6.1. Corte

Las probetas llegan todas sin algún tratamiento térmico, prismas rectangulares con una base de un par de cm^2. Estas probetas son cortadas por Isabel con el uso de una cortadora metalográfica y lo que recibo de ella son láminas cuadradas con un grosor entre los 3-10mm y con un área $2cm^2$ en sendas caras.

6.2 Embutición

Para proceder al pulido de la probeta antes se deben embutir las probetas, que una a una es introducidas a una prensa junto a una cantidad ligeramente superior en volumen de baquelita, que junto fuerza y temperatura queda embutido el acero dentro de este polímero, exhibiendo una de sus caras para poder proceder al pulido y su consiguiente análisis.

El proceso de embutición mantiene una temperatura de 150 ºC y una presión de 20 kN, durante 6 minutos, después debería estar 3 minutos en un proceso de enfriamiento, pero la maquina utilizada tiene estropeada esta última opción, por lo que el enfriamiento se realiza dentro de la maquina o a temperatura ambiente, lo único que influye esta última parte es el tiempo que tarda en enfriarse la probeta y poder empezar antes a trabajar con ella.

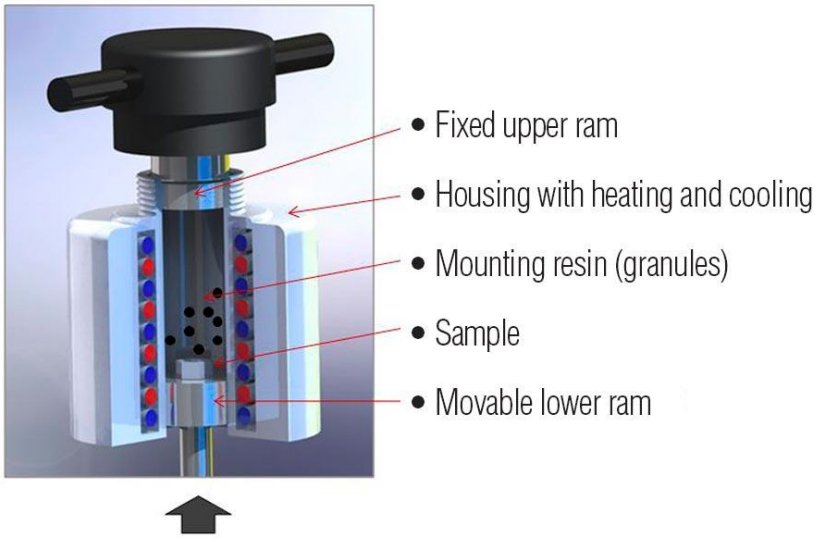


Figura 10. Proceso embutición [16]

La baquelita es una resina termoestable, la baquelita se recibe en forma granulada, y una vez pasa por un proceso de curación, se obtiene un material uniforme y rígido en un estado que no puede revertir-se al haberse formado enlaces permanentes durante el proceso de curación. Los componentes principales de esta resina son: policondensación de fenol (C_6H_5OH) y formaldehído (CH_2O). [17]

a) Probetas sin pulir b) Probeta pulida

Figura 11. Probetas embutidas antes y después de pulir

Los resultados de la embutición muestran probetas más fáciles de manipular que pasan por un pulido.

6.3. Lijado y pulido

La máquina utilizada para realizar el pulido tiene la capacidad de 3 probetas, estas se introducen en sendos huecos de un brazo que las mantiene sujetas, ya que el espacio que tiene dicho brazo encaja con el tamaño al que se embuten.

Los pulidos se diferencian en dos etapas, los platos gruesos, que utilizaremos agua en su uso, y platos más finos con los que reemplazaremos el agua convencional de grifo por una mezcla de agua destilada con polvo de alúmina de distintos tamaños.

Primero se eleva la articulación del brazo para poder cambiar el papel de lija, se empieza por el papel más abrasivo y por lo tanto el de menor clasificación numérica. Una vez se coloca el papel se asegura con una arandela metálica para que no s mueva durante el proceso, además de colocar un protector amarillo para que no salpique agua o cualquier líquido lubricante, en el caso que sea agua será dispensado por el grifo de la imagen [].

El brazo presenta un panel con botones, con los que definiremos la fuerza aplicada a la probeta contra la lija junto un temporizador para aplicar dicha fuerza durante un periodo estimado.

Los botones de la parte inferior sirven para activar o desactivar el grifo de agua y para controlar la velocidad del plato, con dos opciones 150 o 300 revoluciones por minuto.

Figura 12. Pulidora

Cabe destacar que cada vez que se cambiaba un abrasivo, las probetas se limpiaban con agua destilada, ya que así se evita la contaminación de partículas que puedan hacer empeorar el resultado.

Abrasivo	P180	P220	P400	P500	P600	P800	P1200	P4000
Fuerza (N)	30	30	25	20	15	15	10	10
Tiempo (min)	4,5	2	2	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Rev/min	300	300	300	300	300	300	300	300

Tabla 7. Clasificación de lijas de papel SiC

A diferencia de los anteriores abrasivos, en estos no se utiliza agua como lubricante sino polvo de alúmina (Al_2O_3) de distintos tamaños, que se mezclan con agua destilada e iremos añadiendo constantemente mientras se realiza el pulido. Después de cada pulido, se lavarán las probetas a consciencia con agua destilada y jabón, ya que la alúmina se adhiere con facilidad a la superficie dejando una capa de alúmina que deja opaco el acero, seguido de un secado rápido para evitar la mínima oxidación. También hay que mencionar que en estos pulidos con alúmina se utilizan soportes magnéticos en vez de los papeles de lija.

Abrasivo	Alumina 1 µm	Alumina 0,2 µm
Fuerza (N)	20	15
Tiempo (min)	4	11
Rev/min	150	150

Tabla 8. Clasificación discos abrasivos magnéticos

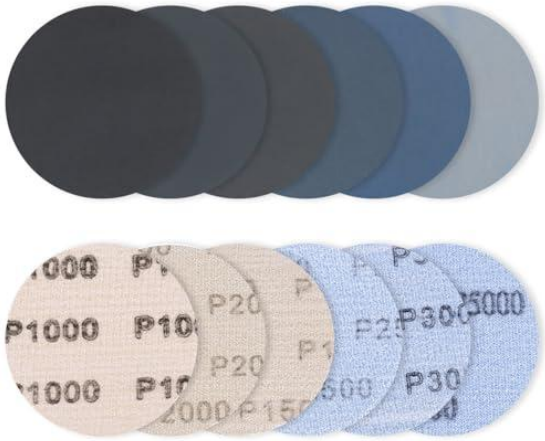


Figura 13. Lijas de papel [18]

6.4. Electropulido

Antes de pasar a electropulir, debíamos asegurar que la corriente llegara a la probeta sin que pudiera dañar la cara que queremos analizar, por lo tanto, el método que se ha optado en este estudio fue taladrar la cara contraria a la que está expuesto el acero con la finalidad de llegar hasta el tocar-lo y después introducir un cable de cobre de 1,5mm para que la corriente llegara al acero. Para asegurar que la corriente circulaba entre los dos metales se taladraba de más, hasta desbastar un poco el acero, esto facilitaba que al moverse ligeramente el cable en su manipulación mantuviese algo mejor el paso de la electricidad al acero. Otro paso fundamental fue asegurar el cable con el uso de un trozo de papel junto a un pegamento instantáneo, con este último paso conseguimos un cable fijo además de que el ácido no entra dentro de la probeta.

Figura 14. Unión del cable de cobre con la probeta

Una vez hemos comprobado con un voltímetro que la corriente puede circular desde un extremo del cable hasta la cara pulida de la probeta, se procede al electropulido, en el vaso de precipitado se verterá el ácido oxálico ($H_2C_2O_4$) al 10%, hasta que se pueda sumergir completamente la probeta, a la que conectaremos el ánodo (+) al extremo del cable a la que está conectada, y el cátodo (-) lo conectaremos a una malla de titanio. Estos cables se conectarán a una fuente de alimentación que proporcionará 10 V y lo sumergiremos durante 1 minuto. Para asegurarnos que el electropulido está funcionando y la corriente circula sin problema, se podrá comprobar si la fuente de alimentación da valores de en la potencia (W). [19]

El resultado nos permite ver los límites de grano de la martensita y carburos, este proceso tiene la ventaja de ser menos agresivo que otros ataques químicos que puedan afectar a la microestructura.

Electrolito	Ácido oxálico 10%
Voltaje (V)	10
Tiempo (min)	1

Tabla 9. Electropulido

7. Obtención de micrografías

Para obtener las imágenes de cada una de las probetas se ha hecho uso de microscopía electrónica para poder capturar imágenes que posteriormente son analizadas.

Para poder capturar imágenes relevantes se ha optado por el siguiente método, ya que tenía dos probetas con el mismo tratamiento para todos los tratamientos se ha buscado coger 3 imágenes para cada probeta, es decir, 6 imágenes por tratamiento térmico.

El principal problema al hacer las fotografías era dónde hacerlas, ya que si tomaba 3 imágenes de los bordes de la probeta, tocando la baquelita, podía tener defectos de deformación por golpes o que se deformara la microestructura por el calor de la embutición, etc. Por lo que se tomaron las siguientes medidas, con cuidado y el ayuda de una regla, se trazó con un lápiz, una línea diagonal desde los vértices de la probeta, y se marcaron 3 puntos, uno al medio, y los otros dos a ¼ de la distancia total de la diagonal desde el centro a un vértice, es decir, si la diagonal medía 2 cm, un punto iría desde el centro (a 1cm del origen), y los otros dos a 0,5cm y 1,5cm desde el origen, como se ve en la figura 15.

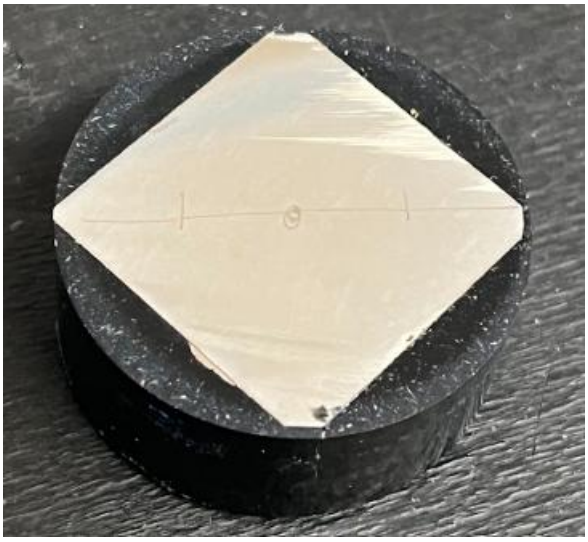


Figura 15. Probeta marcada

Una vez estaban las probetas marcadas, se buscaban las referencias en el microscopio a una escala de x5 aumentos, y una vez localizadas, se capturaban las imágenes a un aumento de x10. Todas la imágenes obtenidas han sido a escala x10, el motivo ha sido que en escala x5 habían demasiados granos ambiguos que no podían interpretar bien, y al hacer mucho zoom con el ordenador tampoco se podían bien los más pequeños, la otra opción descartada fue la de x20 aumentos, que esta simplemente capturaba muy pocos granos, se veían bien pero hubiera hecho falta capturar más fotografías para tener una cantidad de granos que fueran realmente relevantes.

Cabe destacar que la opción de realizar más capturas a x20 parecen mejor, ya que consigues zonas más variadas de la probeta, pero a efectos prácticos, el resultado hubiera sido muy parecido sino igual a las imágenes a x10, ya que, al ser una probeta pequeña con una gran difusión de temperatura, toda el área de la probeta es bastante parecida entre sí, ya sea el centro de la probeta o uno de sus extremos.

6.1. Determinación del tamaño de grano

Para calcular el área de los granos primero se ha reseguido el área de todos los granos capturados en las imágenes previamente realizadas, el color de las siluetas de los granos ha sido rojo, y el color importa ya para, leer las áreas, primero transformaremos la imagen de las siluetas en rojo en escala de grises, dando el siguiente resultado. El criterio seguido para determinar granos se ha seguido por la normativa ISO 643 o ASTM E1112, usada para determinar el tamaño planar del grano que se revela tras un previo pulido [20].

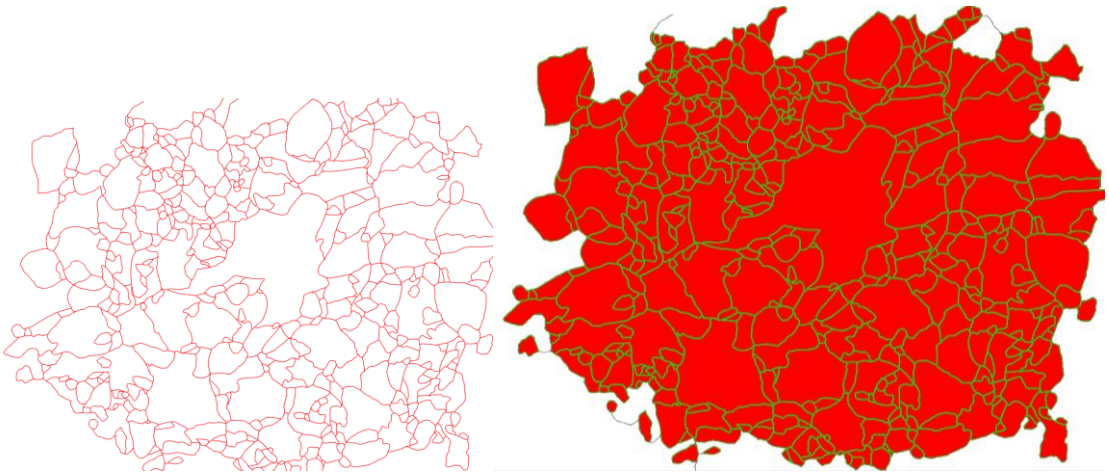


Figura 16. Área de los granos

Con las opciones que nos proporciona el mismo programa (imagine source), puede leer la imagen en Código binario para diferenciar los distintos granos y calcular las distintas áreas, estos datos se pasan a un Excel y conseguimos cada grano enumerado con sus respectivos datos, en el caso de este estudio, su área en micrómetros.

8. Resultados

8.1. Microestructuras obtenidas

Lo que se ha buscado principalmente con las micrografías ha sido codificar la imagen para obtener las áreas, por lo que analizar y comparar las imágenes solo viéndolas, deja una interpretación que no informa más que los gráficos extraídos además de tener un error más grande a la hora de tener conclusiones. Lo que sí se puede extraer de las imágenes es poder ver cómo han evolucionado ciertas recristalizaciones, ya que como el acero ha

llegado de fabrica por procesos de forja y normalizado, ha estado sometido a fuertes golpes que han formado defectos en su interior como dislocaciones, como ya se ha comentado, estos defectos tienen tendencia a nuclear nuevos granos antes de que los granos existentes se expandan, en la figura 17, se puede apreciar como en el centro encontramos un grano completamente recristalizado y se encuentra lleno de fronteras de grano de menor tamaño.

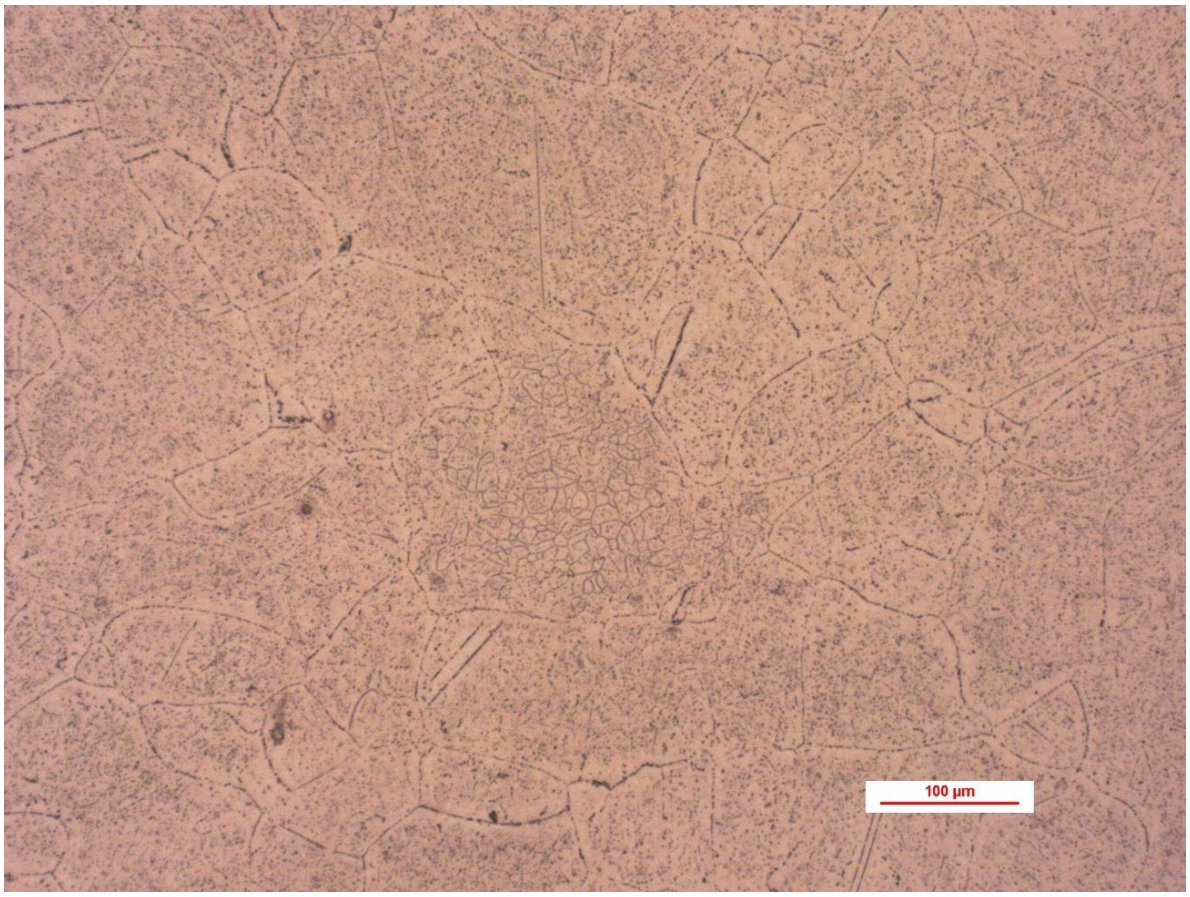
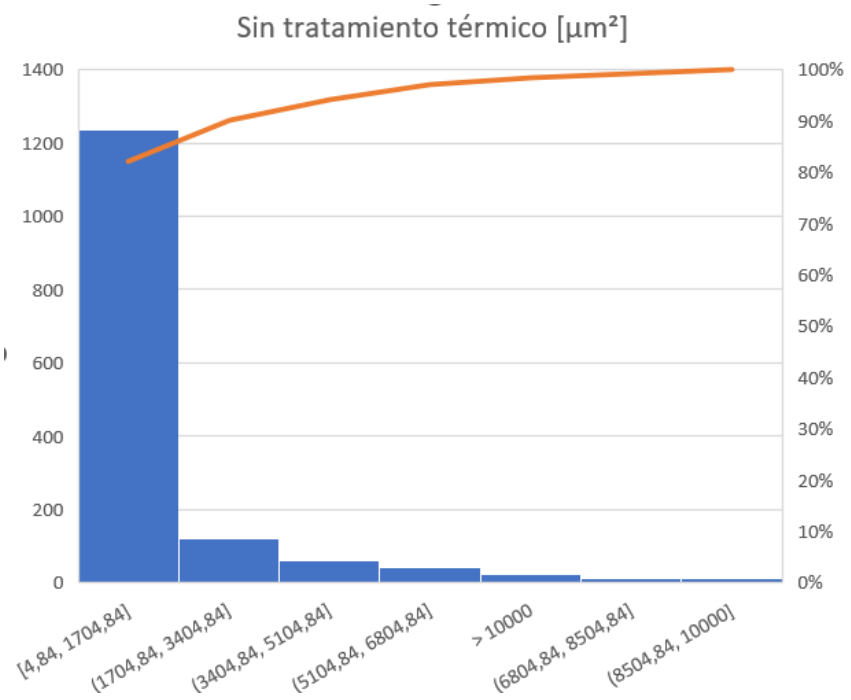


Figura 17. Probeta 3, a x10 aumentos

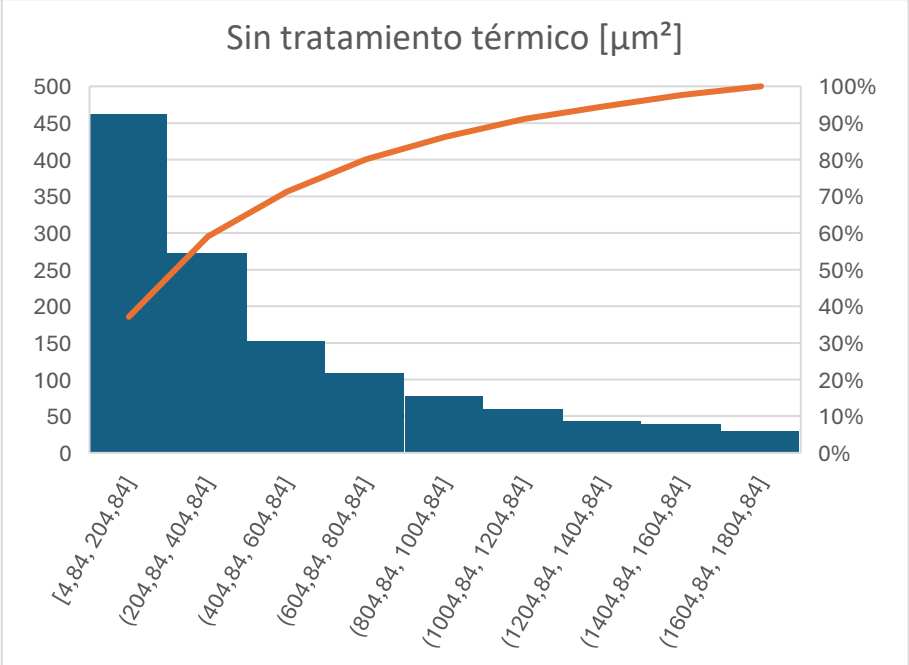
Cabe destacar que estos granos recristalizados no se han reseguido, y por consecuente, no se han tenido en cuenta sus áreas para los gráficos de este estudio, ya que estos granos son muy poco frecuentes en las probetas visualizadas, y mostraría gráficos que se dispersan de la realidad si se contabilizaran.

8.2. Distribuciones de tamaño de granos

Los gráficos de las probetas sin tratamiento cumplen con lo esperado, más de un 85% del área de los granos tienen un área inferior a 1700 µm² ya que al no haberse austenizado, no ha crecido la frontera de grano. En el segundo gráfico se aprecia además que el intervalo donde más granos hay comprimidos está en el rango de 4-200 µm², seguido por su siguiente 200-400 µm².



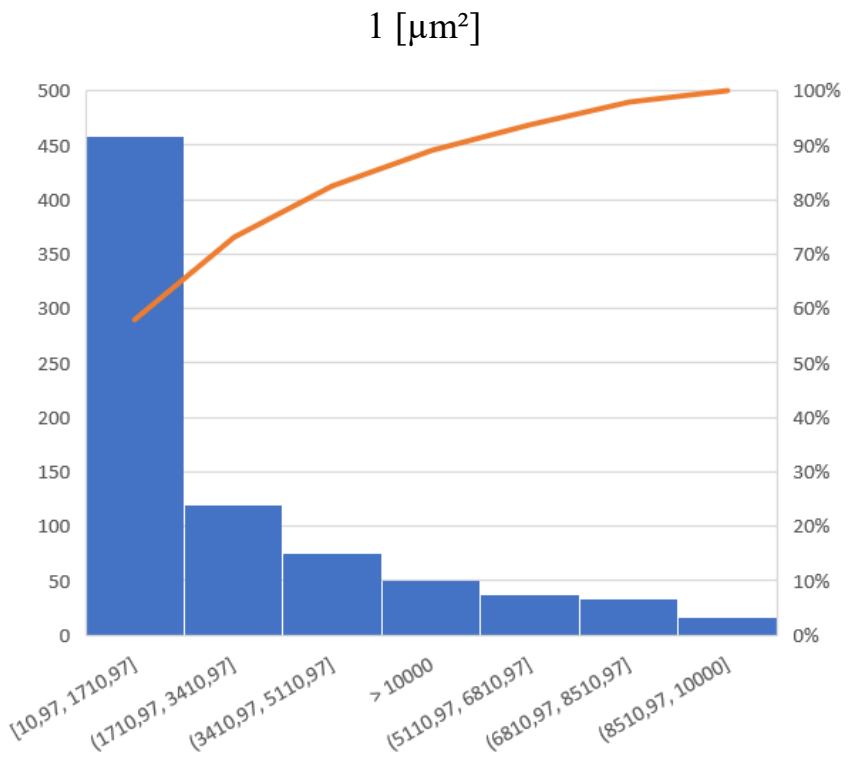
a) Todos los rangos



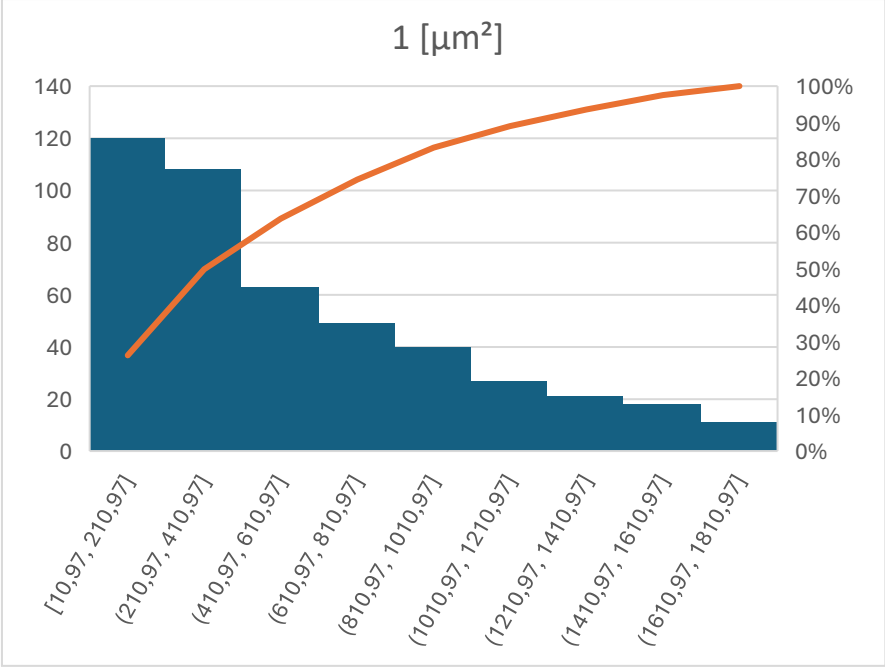
b) 0-1800 µm²

Figura 18. Gráfico Distribución de granos sin tratamiento

Pese que es el tratamiento térmico a menor temperatura (980 ºC), la expansión de las fronteras de grano es notable y dónde antes teníamos una red de granos pequeños, ahora se aprecia que existen fronteras de grano que han empezado a expandirse. Dentro del segundo gráfico, vemos también como poco a poco los granos tienden a crecer, pese que los más presentes sigan comprimidos en la franja de 10-200 µm².



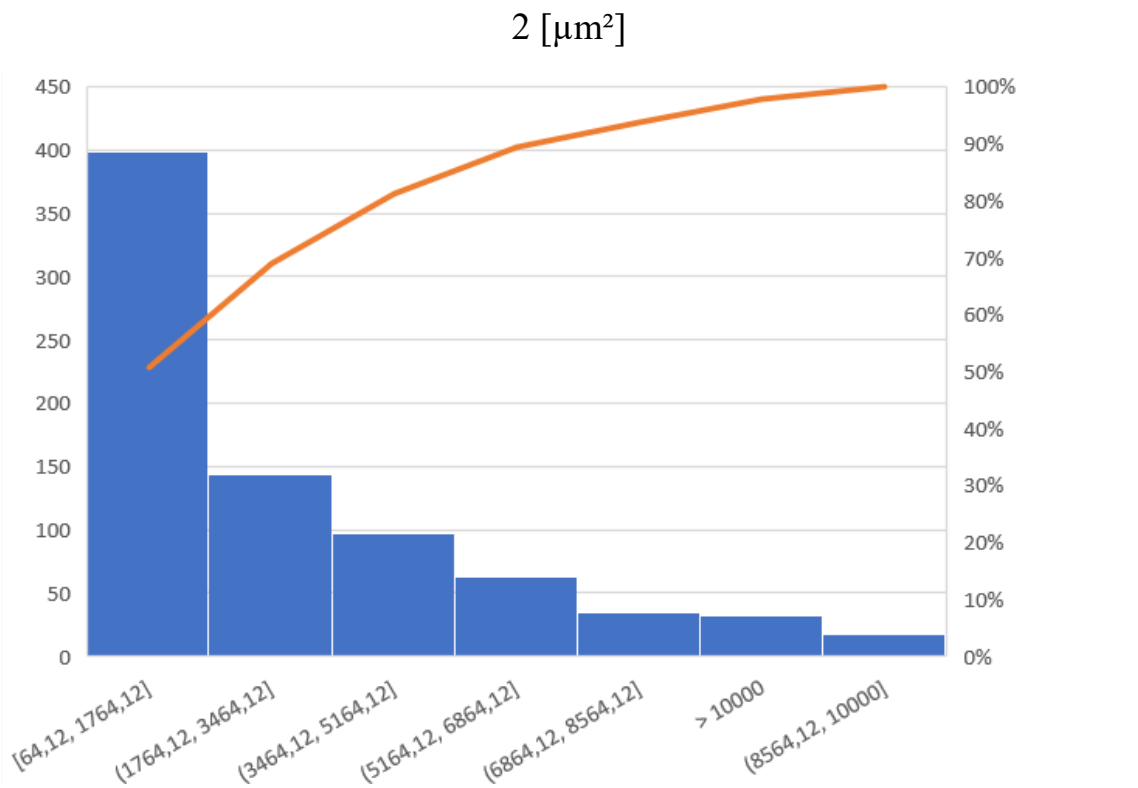
a) Todos los rangos



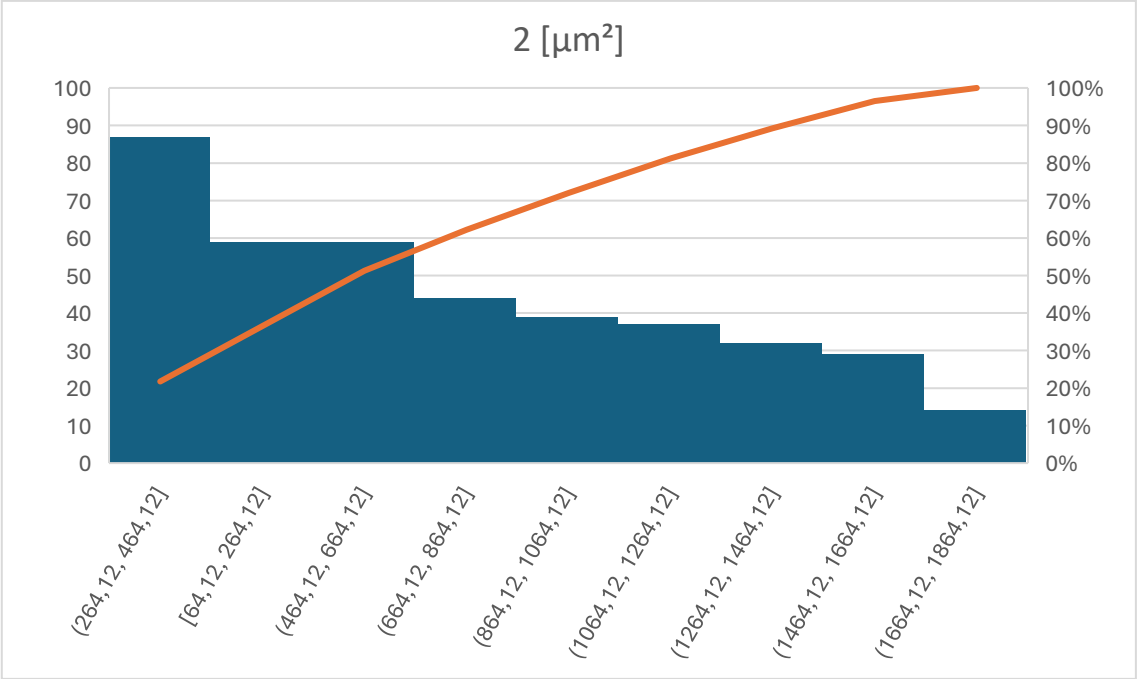
b) 0-1800 µm²

Figura 19. Gráfico de distribución de granos para probeta 1

En las probetas del 2, el acero pasa a austenizarse a 1050 ºC, aunque en el grafico a) no se aprecia bien la diferencia, en el b) sí que se ve la tendencia al crecimiento, ya que ahora el intervalo con más frecuencia son los granos comprimidos entre los 200-400 µm².



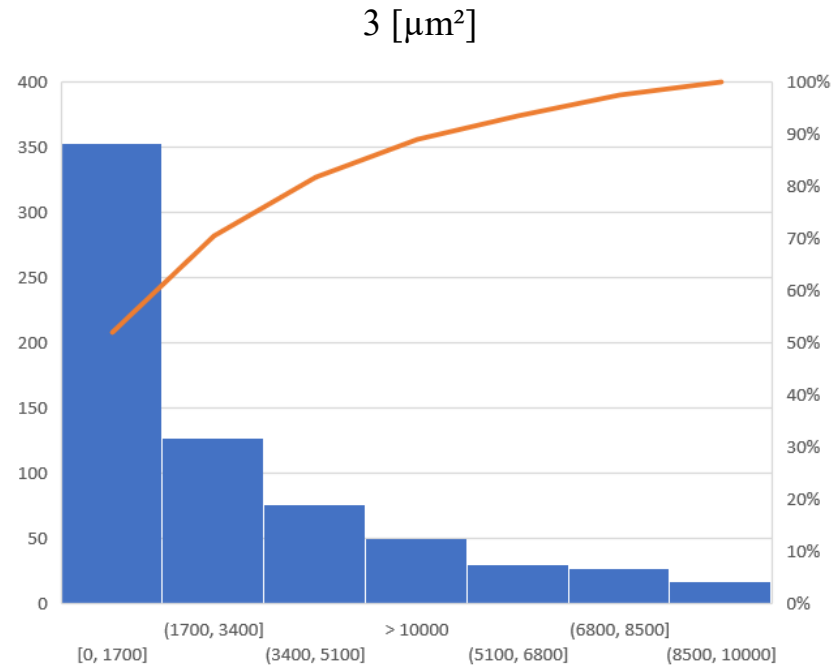
a) Todos los rangos



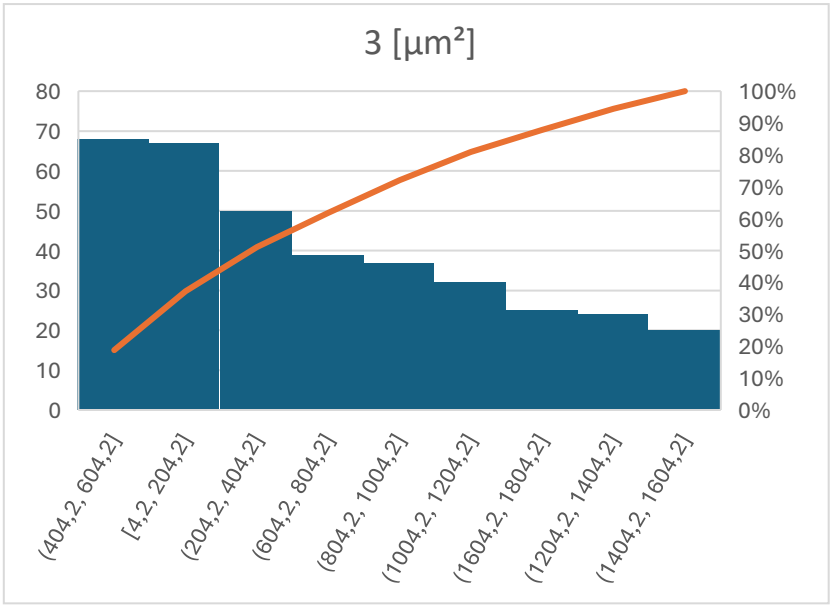
b) 0-1800 µm²

Figura 20. Gráfico de distribución de granos para probeta 2

La probeta 3, sometida a 1100 ºC, cada vez son más presentes granos con áreas superiores a los 1700 µm², aunque sean siendo los más recurrentes, dentro de del gráfico b), encontramos que el número de granos comprimidos entre 4-200 µm² y 400-600 µm² presentan un número similar, siendo los segundos los más comunes. Los límites de grano siguen creciendo, como dice la teoría, pero queda un remanente de granos pequeños (4-200 µm²) que representan un 20% del total, seguido por los comprimidos en 200-400 µm².



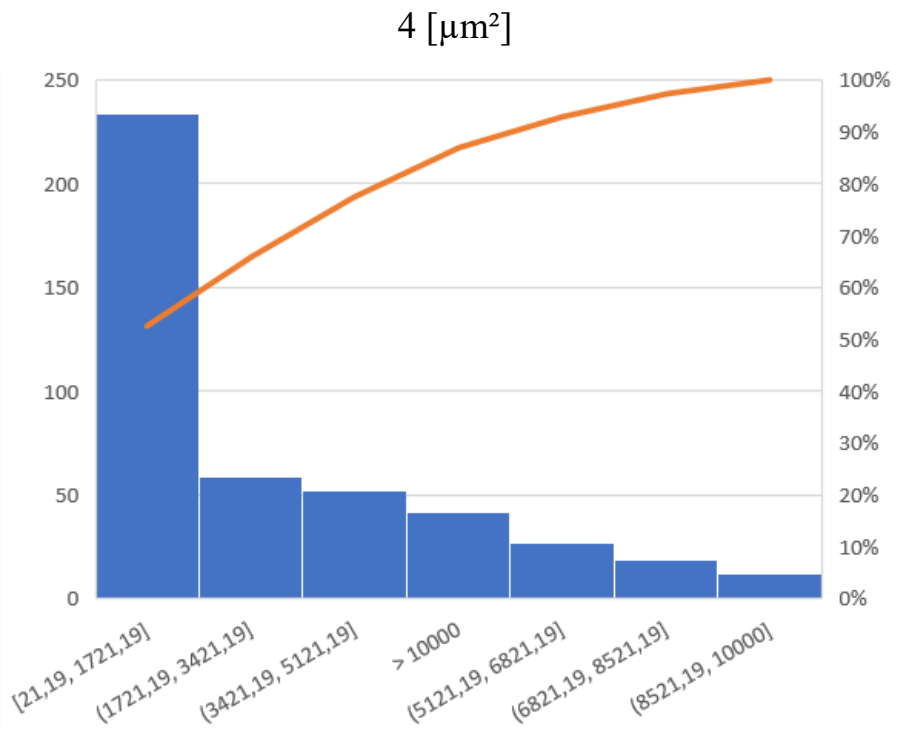
a) Todos los rangos



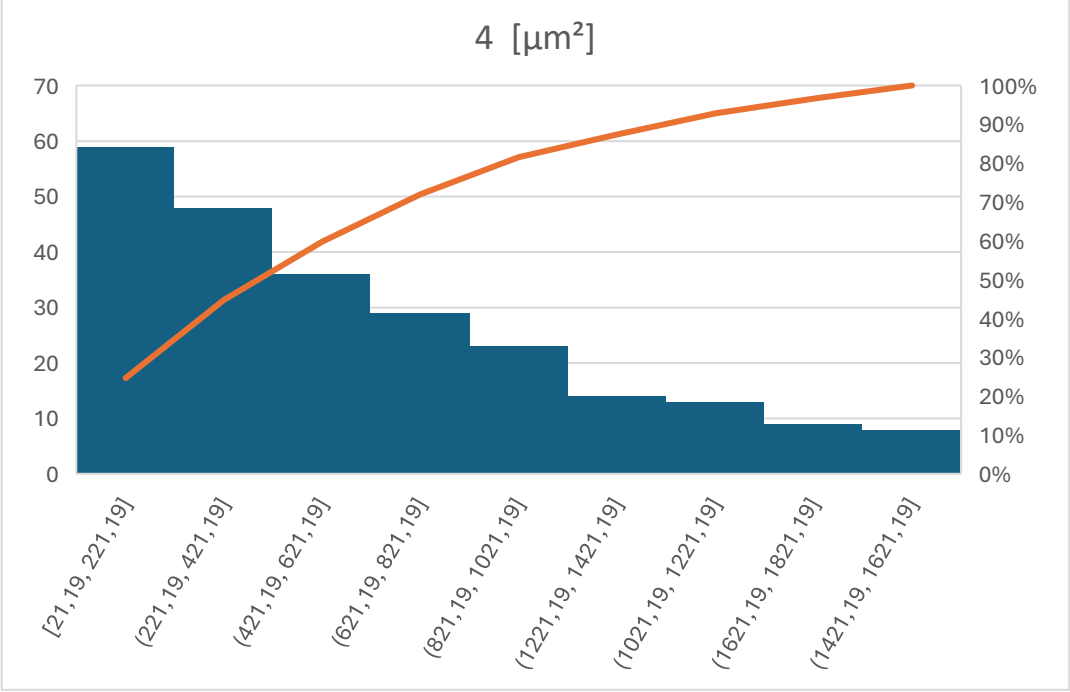
b) 0-1800 µm²

Figura 21. Gráfico de distribución de granos para probeta 3

La serie del 4, austenizadas a la misma temperatura que el 3, pero 2 horas en lugar de ½, no presenta cambios drásticos, pese que en el siguiente apartado del trabajo se pueda apreciar mejor. Lo más destacable es que los granos compresos en los 1700 µm² menores al anterior tratamiento térmico acercándose al 50%, en el gráfico b), se aprecia una distribución que va creciendo de forma más homogénea que el anterior proceso.



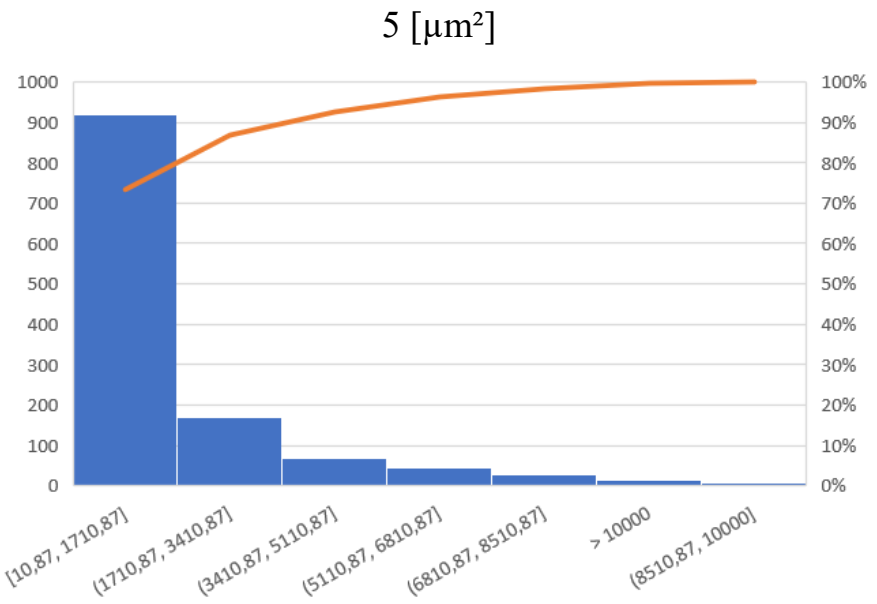
a) Todos los rangos



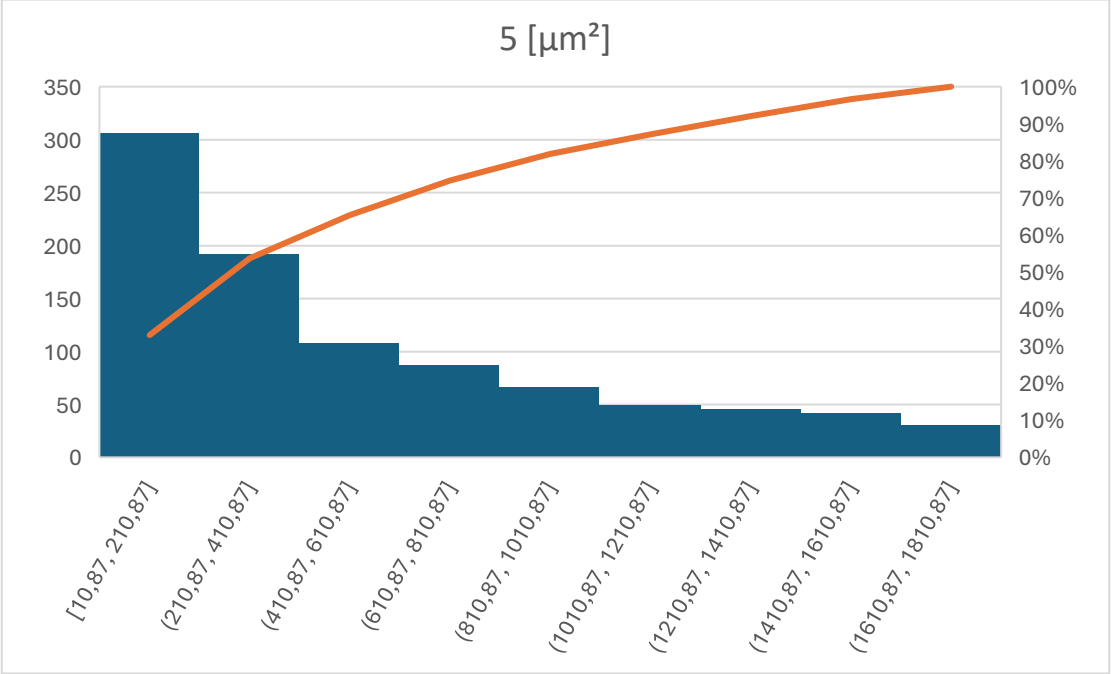
b) 0-1800 µm²

Figura 22. Gráfico de distribución de granos para probeta 4

Debido a las diferencias en el proceso de tratamiento térmico, la probeta 5 nos ha dado resultados que no siguen lo esperado. En los dos siguientes gráficos, a) y b), se ve una tendencia a granos muy pequeños, estando los inferiores a 1700 µm² por encima del 70%.



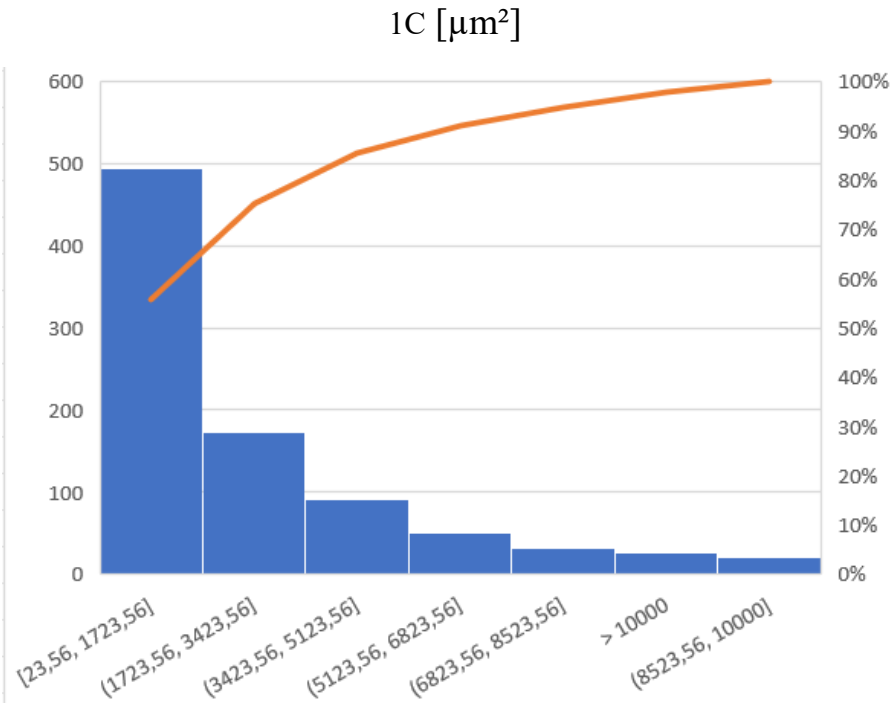
a) Todos los rangos



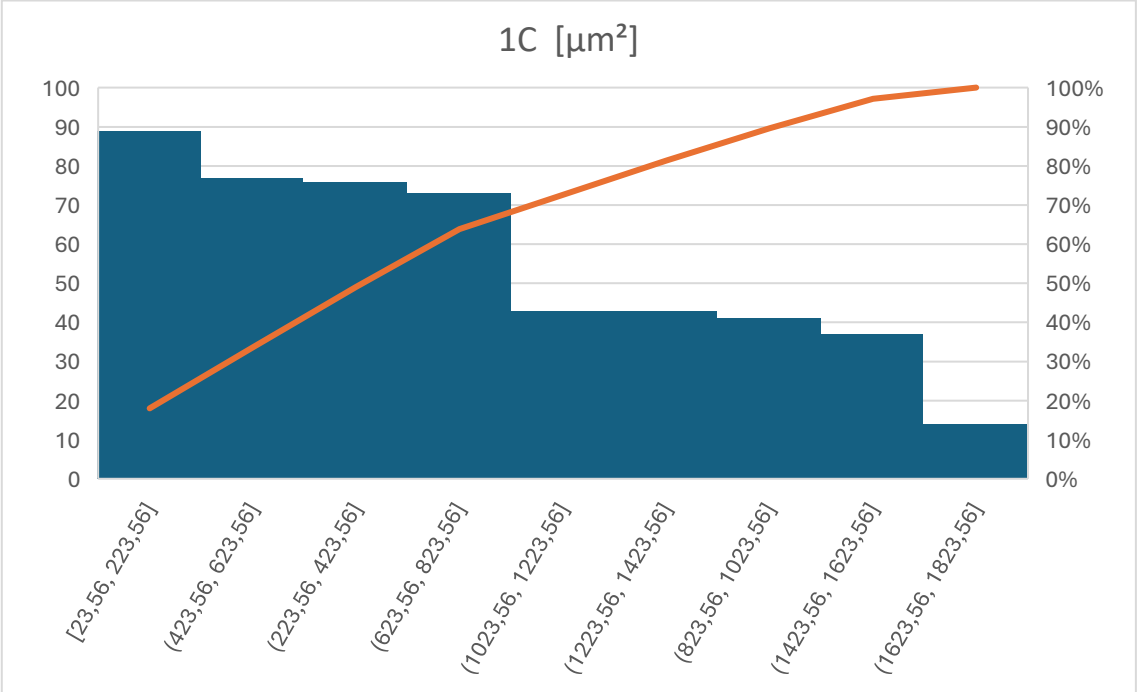
b) 0-1800 µm²

Figura 23. Gráfico de distribución de granos para probeta 5

El proceso 1C , el que menos temperatura se ha austenizado y el primero en criogenizarse, presenta una gran cantidad de granos de pequeña área. Dentro de el grafico b), vemos que tiene una distribución mucho más homogénea en comparación a su equivalente sin criogenizar.



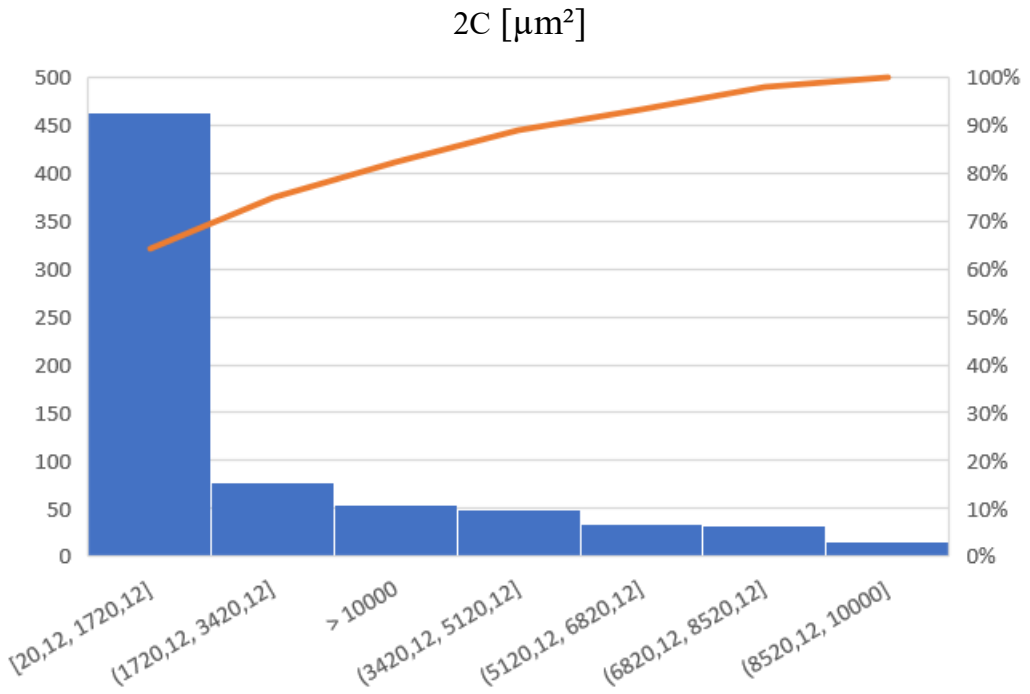
a) Todos los rangos



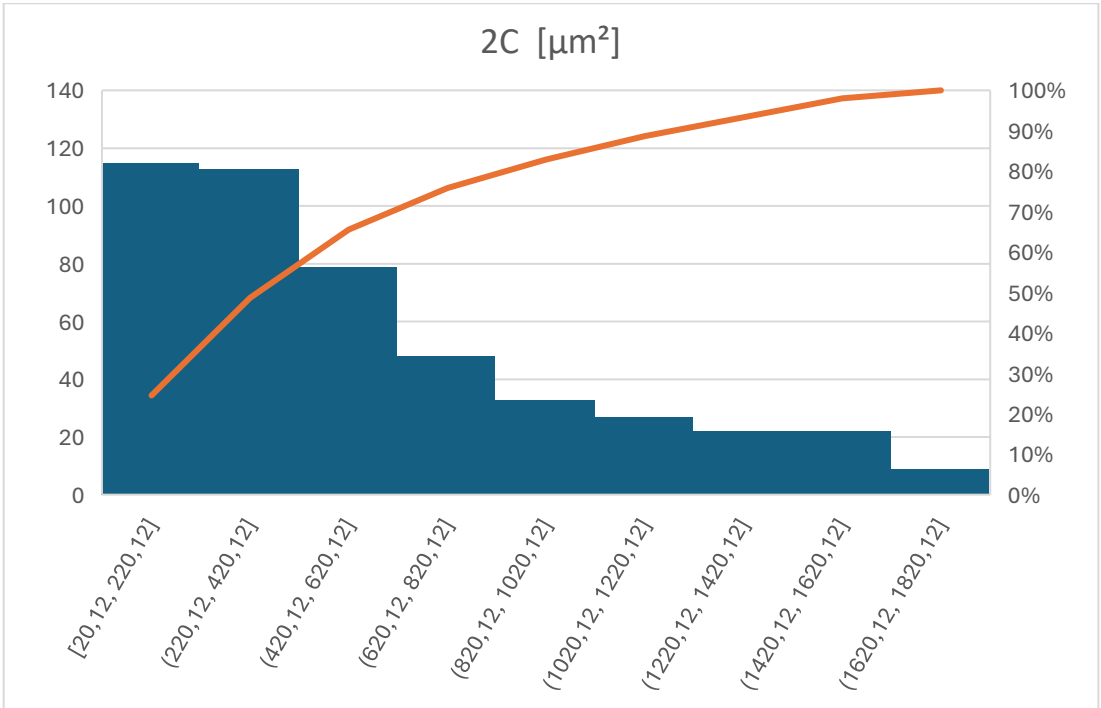
b) 0-1800 µm²

Figura 24. Gráfico de distribución de granos para probeta 1C

Como en el caso anterior, las probetas 2C también presentan más porcentaje de granos en el intervalo de 1700 µm², incluso más, cosa que va en contra de la teoría comentada. En el gráfico b), también vemos una tendencia más homogénea en los intervalos, mayor que en la probeta 2 pero menor que en la 1C.



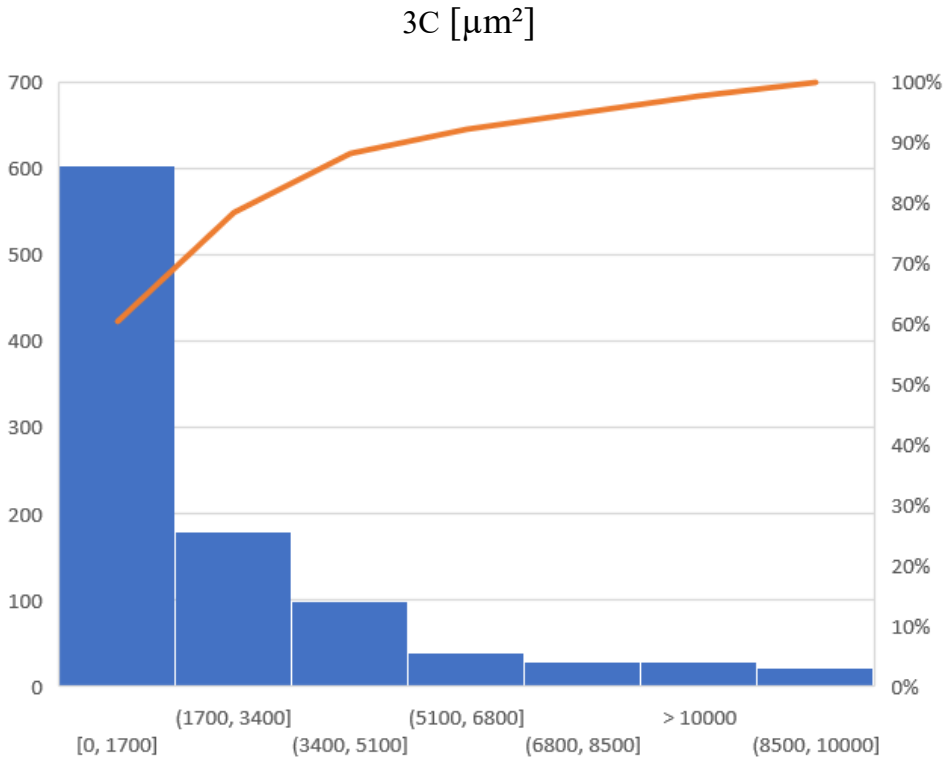
a) Todos los rangos



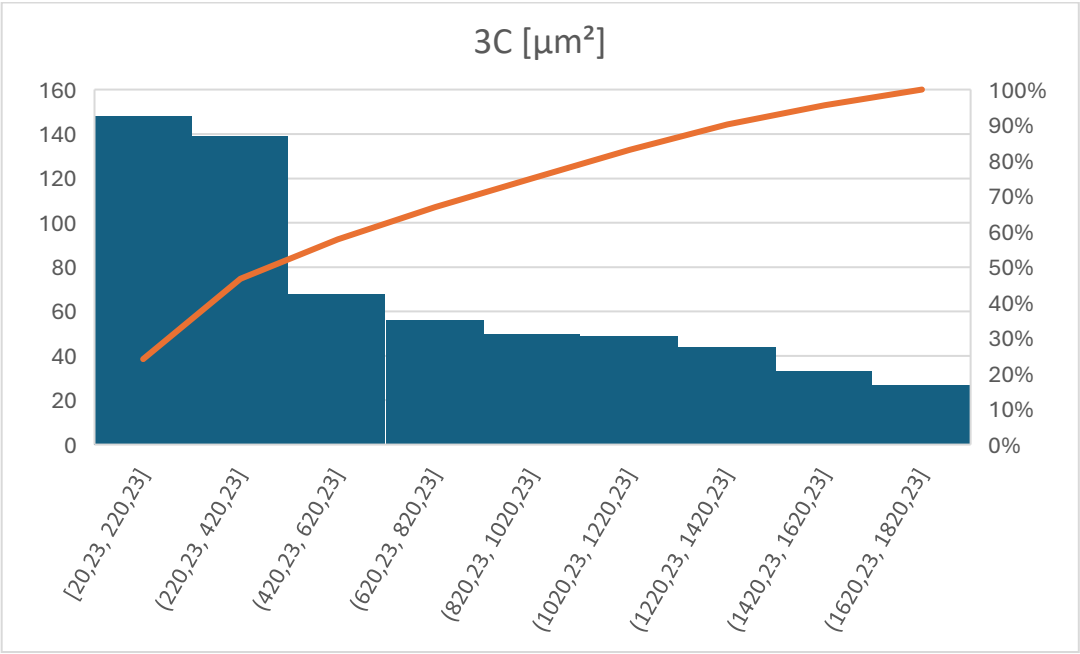
b) 0-1800 µm²

Figura 25. Gráfico de distribución de granos para probeta 2C

Volvemos a una tendencia creciente como sí respalda la teoría, ahora en número de granos comprimidos en el intervalo 1700C [µm²] es menor dado a su elevado tiempo de austenización respecto al 2C y granos más pequeños que su pareja la probeta de serie 3.



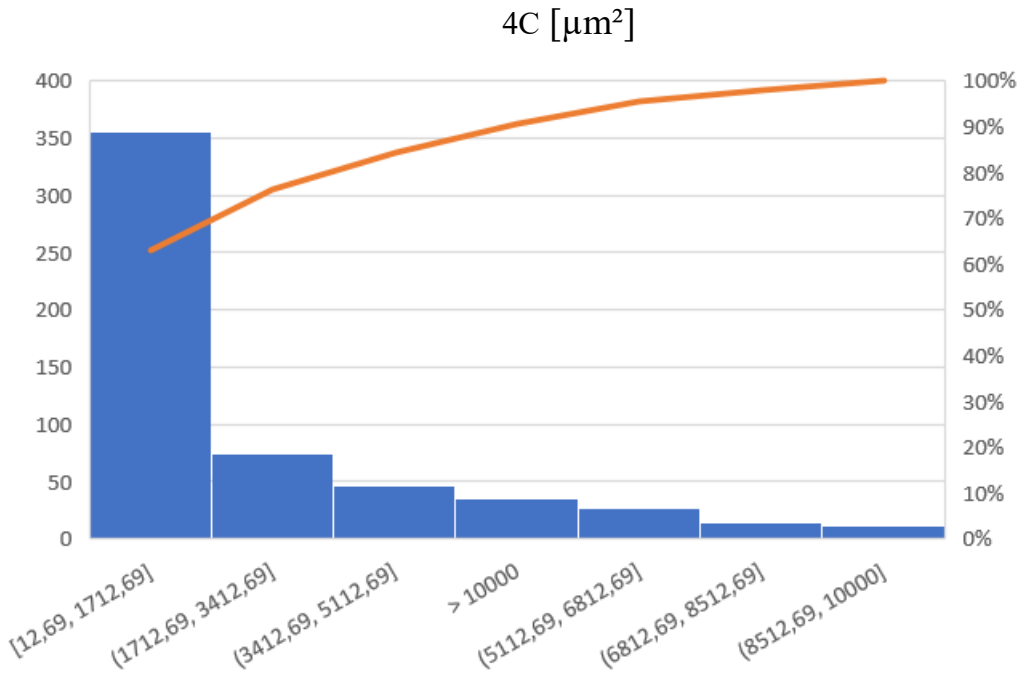
a) Todos los rangos



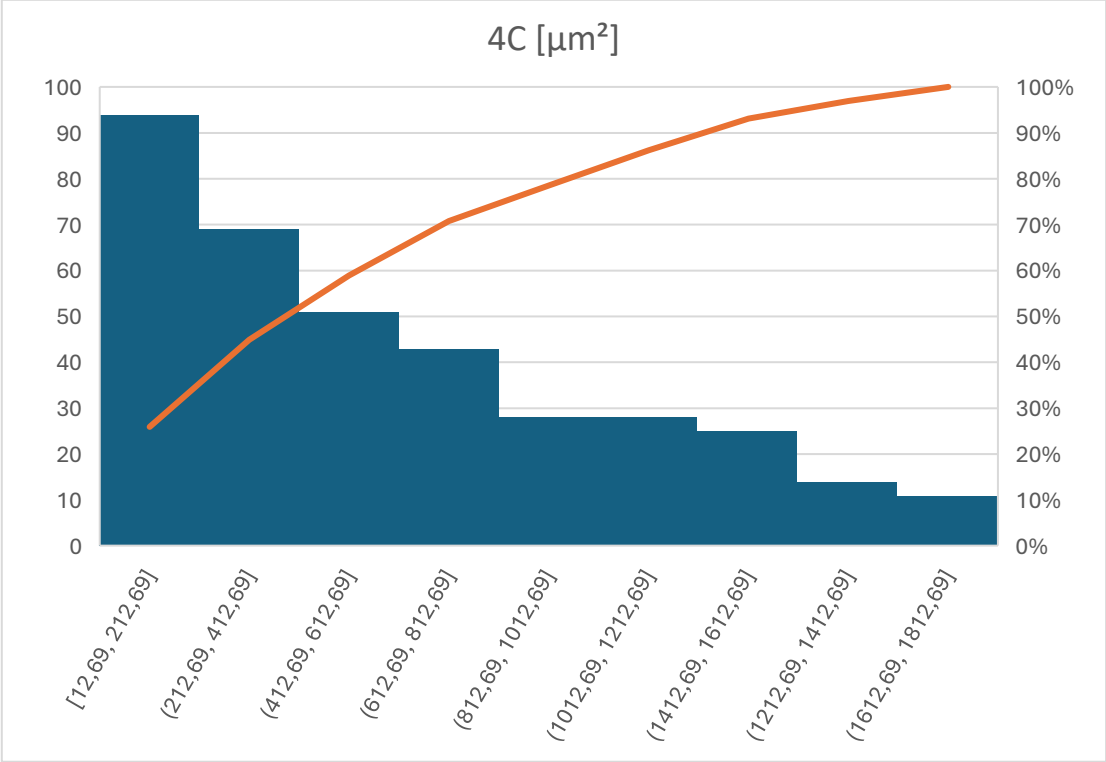
b) 0-1800 µm²

Figura 26. Gráfico de distribución de granos para probeta 3C

La ultima probeta no presenta grandes cambios a la 3C, con esta comparación se sacan conclusiones parecidas a la comparación de sus parejas sin criogenizar (3 y 4). Distribuciones de granos más pequeños en comparación a la serie 4.



a) Todos los rangos



b) 0-1800 µm²

Figura 27. Gráfico Distribución de granos 4C

8.2. Comparativa general

En el gráfico de medias se aprecia que partimos desde una base con una media de granos muy pequeños, que a medida que crece temperatura de austenización, el área media tiene un crecimiento homogéneo, este crecimiento se ve interrumpido en la serie 5, que es la que se recibió con el tratamiento térmico realizado, y en vez de templarse con aceite se utilizó nitrógeno. La serie 5 ha terminado por dar una red media de áreas inferior en el doble a la serie que se ha tratado a la misma temperatura en los laboratorios de la universidad (serie 2). Las que han sido criogenizadas presentan una media de áreas inferior a todas sus parejas templadas en aceita, salvo la serie 2, que tiene un resultado semblante independientemente de su forma de temple. Teniendo un red de área de granos menor, la probeta con el tratamiento térmico hecho en fábrica, sin contar la que no ha recibido tratamiento.

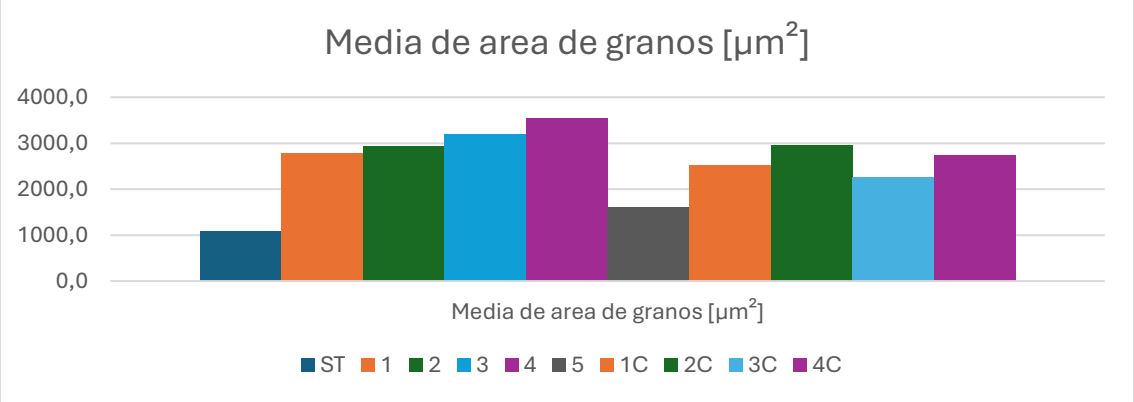


Figura 28. Gráfico de distribución media de áreas

En el gráfico de las medianas se puede observar otra distribución distinta a la anteriormente observada, ahora se encuentra unas probetas que con mucha presencia de granos pequeños (serie 1) acompañado de un creimiento rápido de granos grandes, en la serie 2, se supone que primero crecen los granos más grandes ya que por eso la mediana ha subido tanto, después crecen progresivamente otros granos más pequeños y eso genera el decrecimiento en la mediana de las areas. De esto se refuerza lo anteriormente comentado sobre que los defectos son los que durante la austenización, se forman como granos nuevos debido a que su energía libre es mayor [12] y después crece el resto de forma homogenea. Para las criogenizadas se ecnuentran medias más bajas en comparacion a las que han sido templadas en aceite menos para la de la serie 1, la que ha sido austenizada a menor temperatura, a este suceso se le puede achacar que la temperatura de austenización no era suficiente y el resultado se deba a un porcentage mayor de austenita retenida. La serie de probetas con una mediana menor es la tratada termicamente en fábrica, serie 5.

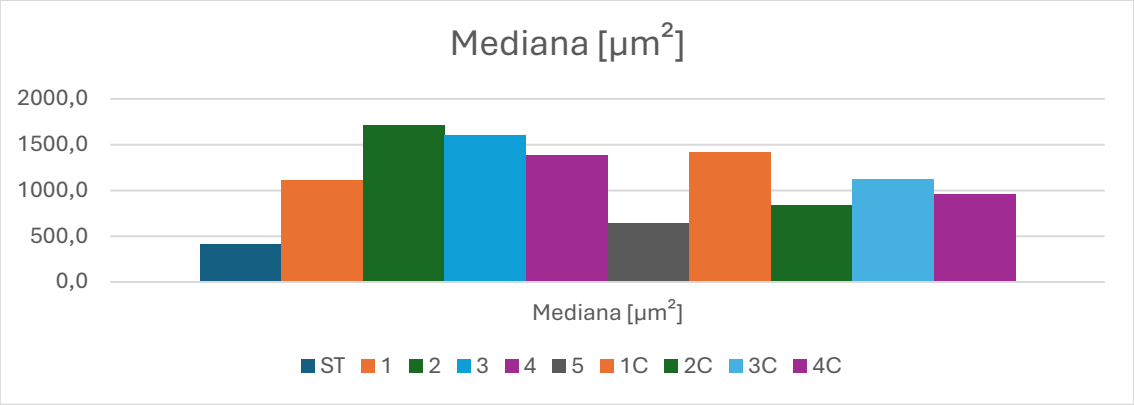


Figura 29. Gráfico de distribución mediana de áreas

La desviación nos muestra como de grande es el rango en que se pueden encontrar las áreas de los granos en cada probeta, siendo las más consistentes las que no han recibido tratamiento (ST) juntamente la serie 5. Después encontramos que la desviación no parece atada a si ha pasado por criogenización o temple en aceite, aunque las dos desviaciones más bajas, seguido de las ya mencionadas, perteneces a las que se han templado por criogenización. Salvo la seria 2, la criogenización ha hecho que la distribución de áreas sea más homogénea, ya que las desviaciones decrecen.

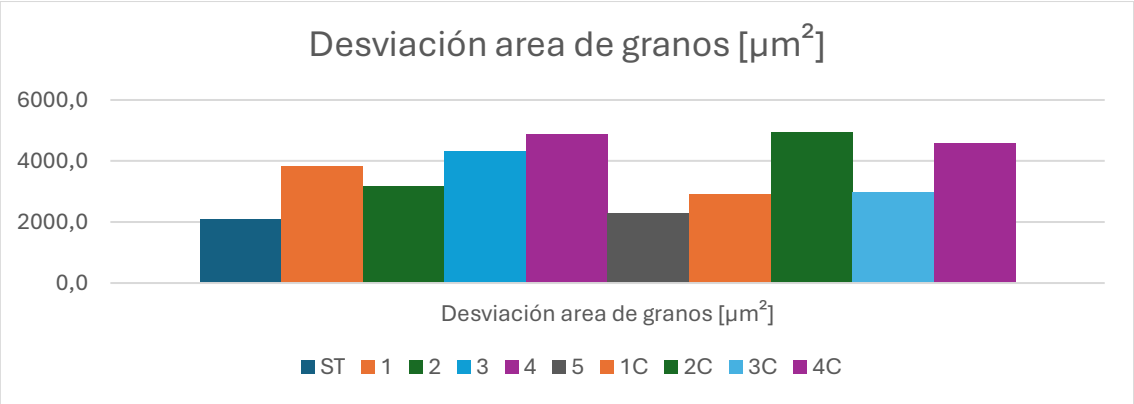


Figura 30. Gráfico de distribución desviación de áreas

9. Conclusiones

La temperatura y tiempo de austenización son los parámetros que han definido los siguientes gráficos. La probeta que ha estado sometida a la menor temperatura y el mínimo tiempo (las que empiezan por 1), mantienen una estructura relativamente refinada debido a la presencia de carburos de cromo que se han quedado sin disolver, estos han limitado la movilidad de las fronteras de grano. Podemos ver que este factor es el determinante en el resultado de los siguientes gráficos en los que vemos que las áreas son mayores progresivamente, tanto si sube el tiempo de austenizado o la temperatura. Lo vemos en reflejado en los siguientes gráficos como pueda ser el 2 y sus siguientes, que al haber estado austenizados a 1050ºC, en vez de 980ºC, los carburos han podido disolverse y ha provocado un crecimiento de la austenita, haciendo así granos más extensos. Lo mismo vemos en el 4, que es la misma temperatura que el 3, pero ahora lo dejamos 120 minutos, en vez de 30, lo que genera que las probetas que empiezan por 4, tanto las que se han criogenizado, como las que no, presentan una distribución de áreas mayor a las demás probetas ensayadas en este estudio. Cabe mencionar que el resultado de las probetas 5 han mostrado valores que no se asemejan a la teoría, ya que ha resultado es un tamaño de grano inferior a su semejante, con la diferencia de no haber estado tratada por el departamento de materiales de la UPC y haber estado templada nitrógeno en vez de aceite, incluso da valores de áreas inferiores a el tratamiento 1, que ha estado austenizado a menor temperatura, 70 ºC menos, esto se debe a que puede que las probetas 5 hayan estado tratadas con más precisión y el efecto del nitrógeno hayan dado esos resultados que muestran granos pequeños que se acercan a las distribuciones que no han sido siquiera tratadas térmicamente.

Sin embargo, estas distribuciones también se han visto muy afectadas por la criogenización. Las muestras 1C, 2C, 3C y 4C han presentado distribuciones de áreas menores a sus parejas que no han estado sometidas a este tratamiento. También se observa que, menos en el caso 1C, las curvas de distribución son más pronunciadas, esto nos indica que la criogenización ha favorecido a la homogeneidad de estas distribuciones.

Las distribuciones han sido controladas principalmente por la temperatura de austenización, por el tiempo y criogenización. La criogenización ha demostrado que introduce una modificación a la microestructura que afina y hace más homogéneas la distribución de los granos metalográficos.

9.1. Líneas futuras de investigación

Para futuras investigaciones se podría relacionar la microestructura con las propiedades mecánicas del material, además de abarcar más probetas a tiempos más largos de austenizado para tener más datos que poder contrastar. También se podría probar el mismo tratamiento térmico, con la criogenización, para otros aceros inoxidables para observar cómo los componentes del acero pueden cambiar la distribución de las áreas de los granos metalográficos.

10. Análisis y valoración de las implicaciones ambientales y sociales.

10.1. Implicaciones ambientales

Consumo de energía durante la realización del trabajo: hornos de austenización funcionando a 980–1100°C durante ciclos de 30 y hasta 120 minutos para temperaturas de 1100ºC, más el uso del microscopio óptico y equipos de laboratorio para la preparación metalográfica: embutidora, pulidora mecánica, talador y fuente de alimentación.

Emisiones de gases de efecto invernadero asociadas indirectamente al consumo eléctrico de los hornos y al uso de nitrógeno líquido en el tratamiento criogénico (−196°C), cuya producción industrial también conlleva huella de carbono.

Utilización de recursos durante la realización del trabajo: reactivos de ataque metalográfico (ácido oxálico), probetas de acero AISI 420, consumibles de pulido (lijas de papel de SiC y polvo de alúmina), y nitrógeno líquido para el tratamiento criogénico.

Gestión de residuos: el ácido oxálico utilizado en el ataque metalográfico es un reactivo químico que requiere una disposición controlada. Este residuo se entrega a la UPC, que se encarga de su gestión para minimizar peligros e impacto ambiental.

Como limitación, no se ha calculado numéricamente la huella de carbono del todas las etapas del trabajo por falta de datos precisos de consumo energético, ni se ha evaluado el impacto ambiental de una hipotética aplicación industrial de los resultados, al tratarse de un estudio de laboratorio y no de un proyecto con implementación real.

10.2. Implicaciones económicas

El coste estimado viene dado por el coste de los equipos y materiales, además del coste de las horas invertidas en el periodo experimental. El coste total se estima de 3.035€, desglosado en los anexos.

Como limitación, no se ha cuantificado este coste con precios reales de mercado ni se han incluido costes indirectos como el mantenimiento o la amortización de los equipos, y tampoco se ha realizado un análisis de viabilidad económica de una posible aplicación industrial, ya que el trabajo no propone un producto o servicio a implementar.

10.3. Implicaciones sociales y éticas

Se benefician principalmente el ámbito académico por la divulgación acerca del AISI 420 y, potencialmente, fabricantes de componentes de acero inoxidable martensítico. No se llega a identificar ningún colectivo que pueda llegar a estar afectado negativamente por el desarrollo del estudio ya que se ha respetado todo Código Ético de la UPC. Este trabajo ha estado libre de sesgos y roles de género además de no tener relevancias más allá del ámbito académico y experimental.

Este trabajo responde a la necesidad de aplicar los conocimientos científicos que relacionan la microestructura del AISI 420 con el tratamiento térmico sometido

El informe no contribuye a ninguna meta de los Objetivos de Desarrollo Sostenible (ODS), ya que su finalidad es únicamente académica

11. Bibliografía

[1] NASERY ISFAHANY, A.; SAGHAFIAN, H.; BORHANI, G. The effect of heat treatment on mechanical properties and corrosion behaviour of AISI 420 martensitic stainless steel. *Journal of Alloys and Compounds*. 2011,

[2] CALLISTER, William D.; RETHWISCH, David G. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. Hoboken, NJ: John Wiley & Sons.

[3] George E, Totten, PhD., FASM. (2006) Steel heat treatment metallurgy and technologies.

[4] ESTUPIÑÁN DIAGO, Ricardo Andrés, *et al*. Capítulo 7: Aceros inoxidables [en línea]. En: *Metalografía*. Pereira: Universidad Tecnológica de Pereira, 2012.

[5] NUNURA, César; LECAROS, César. Caracterización del acero inoxidable AISI 420 y los efectos de la presencia de carburos de cromo en la estructura martensítica. *I+i: Investigación aplicada e innovación*. Lima: Tecsup,

[6] RESEARCHGATE. *TTT Diagram for Ferritic stainless steel AISI 430 with 17.3 Cr and 0.045 C*

[7] Santos, Ygor & Farias, Cláudia & Sobral, Maria Doroteia & Oliveira, Moises & Araújo, Matheus. (2011). Spectral Analysis of Ultrasonic Lamb waves applied to the study of the Intermetallic phase presence on plates of AISI 430 Ferritic Stainless Steel submitted to Isothermal Treatments.

[8] PRIETO, G.; PEREZ IPIÑA, J.E.; TUCKART, W.R. Cryogenic treatments on AISI 420 stainless steel: microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A*. 2014, vol. 605, p. 236-243. DOI 10.1016/j.msea.2014.03.018.

[9] JUNG, R.H.; TSUCHIYA, H.; FUJIMOTO, S. XPS characterization of passive films formed on Type 304 stainless steel in humid atmosphere. *Corrosion Science*. 2012

[10] SMITH, J.M.; VAN NESS, H.C.; ABBOTT, M.M. *Introduction to Chemical Engineering Thermodynamics*. 7ª ed. New York: McGraw-Hill, 2005.

[11] CHASE, M.W. (ed.). *NIST-JANAF Thermochemical Tables*. 4ª ed. Washington, DC: American Chemical Society; New York: American Institute of Physics, 1998.

[12] HUMPHREYS, F.J.; HATHERLY, M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*. 2ª ed. Oxford: Elsevier, 2004. ISBN 978-0-08-044164-1.

[13] WU, K.; JEPPSSON, J. y MASON, P. *Mean Field Modeling of Grain Growth and Zener Pinning*. Journal of Phase Equilibria and Diffusion. 2022,

[14] BARLOW, L.D.; DU TOIT, M. Effect of austenitizing heat treatment on the microstructure and hardness of martensitic stainless steel AISI 420. *Journal of Materials Engineering and Performance*. 2012.

[15] AENOR. *UNE-EN 10088-1: Aceros inoxidables. Parte 1: Lista de aceros inoxidables*. Madrid: AENOR, 2014.

[16] STRUERS. *Montaje en caliente (Hot mounting)* [en línea]. Ballerup: Struers, s. f.

[17] ÖZSIN, Gamzenur. *Exploring the Thermal Degradation of Bakelite: Non-Isothermal Kinetic Modeling, Thermodynamic Insights, and Evolved Gas Analysis via Integrated In Situ TGA/MS and TGA/FT-IR Techniques*. Polymers. 2025

[18] LEROY MERLIN. *20 discos de lija redondos de 150 mm para lijado en seco y húmedo*

[19] METALLOGRAPHY.ORG. *10% Oxalic Acid — Electrolytic*

[20] ASTM INTERNATIONAL. *ASTM E112-13: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*. West Conshohocken, PA: ASTM International, 2013.

12. Anexos

Las imágenes, siluetas de granos metalográficos utilizadas y áreas para cada grano, están en los anexos adjuntados a este proyecto, denominado como anexo.

12.1. Presupuesto

Concepto	Horas	Coste unitario (€ / h)	Coste (€)
Trabajo experimental en laboratorio	70	12	840
Análisis de imágenes y resultados	68	12	816
Redacción y documentación	62	12	744
Revisión y formato final	15	12	180
Total recursos humanos	**215**		**2.580 €**

Tabla 10. Coste humano

Recurso	Coste estimado (€)
Microscopio óptico	150
Software Image Source	50
Fuente de alimentación auxiliar	30
Tableta gráfica	40
Pulidora metalográfica	120
Ácido oxálico (300 ml)	15
Consumibles de pulido y preparación (lijas, paños, agua destilada, etc.)	50
Total equipamiento y materiales	**455 €**

Tabla 11. Coste material

Los costes materiales se han estimado a un precio amortizado, ya que todo el equipamiento, salvo la tableta gráfica, pertenece al laboratorio de la UPC, El coste total de este estudio se estima de **3.035 €**.

13. Planificación temporal del proyecto

Semana	Fechas	Actividad	Horas	Tipo
1-2	30/3 - 12/4	Laboratorio: (probetas St, 1, 1C)	20	Laboratorio
3-4	13/4 - 26/4	Laboratorio: (probetas 2, 2C)	10	Laboratorio
5-6	27/4 - 10/5	Laboratorio: serie (probetas 3, 3C)	10	Laboratorio
7	11/5 - 17/5	Laboratorio: (serie 4, 4C, 5)	30	Laboratorio
2-10	13/4 - 17/5	Análisis de imagen y reseguido de granos (en paralelo)	60	Análisis
3-6	13/4 - 10/5	Marco teórico (Zener, Burke-Turnbull...)	15	Redacción
8	18/5 - 24/5	Interpretación de resultados y anomalías	8	Análisis
7-10	11/5 - 7/6	Redacción del cuerpo del TFG	35	Redacción
11	8/6 - 14/6	Conclusiones y resumen	12	Redacción
12	15/6 - 21/6	Formato IEEE, revisión final	15	Formato final
		Total horas estimadas del TFG	**215**	