



INSTITUTO TECNOLÓGICO DE MORELIA

MAESTRÍA EN CIENCIAS EN METALURGIA

**“ANÁLISIS DE LA DESCARBURACIÓN POR
PROCESAMIENTO DE IMÁGENES PARA
ESTIMAR COEFICIENTES DE DIFUSIÓN EN UN
ACERO AISI-SAE 1045”**

TESIS PROFESIONAL

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE MAESTRO
EN CIENCIAS EN METALURGIA**

PRESENTA

ING. OSCAR DAVID PRIETO SÁNCHEZ

NÚMERO DE CONTROL: M09010970

DIRECTOR DE TESIS

DR. HÉCTOR JAVIER VERGARA HERNÁNDEZ

MORELIA, MICHOACÁN.

FEBRERO DEL 2021





Instituto Tecnológico de Morelia
Subdirección Académica
División de Estudios de Posgrado e Investigación
Coordinación de la Maestría en Ciencias en Metalurgia

Morelia, Michoacán, 6/febrero/2021
OFICIO N° P.M. 015/2021

ACTA DE REVISIÓN DE TESIS

En la ciudad de Morelia, Michoacán, siendo las 12:00 horas del día 6 de febrero de 2021, se reunieron los Miembros del Comité Tutorial de Tesis, designados por el Consejo del Posgrado de la Maestría en Ciencias en Metalurgia, para examinar la tesis de grado titulada:

“Análisis de la Descarburación por Procesamiento de Imágenes para Estimar Coeficientes de Difusión en un Acero AISI-SAE 1045”

Presentada por el alumno:

Ing. Prieto Sánchez Óscar David, con número de Control M09010970

Aspirante al grado

MAESTRO EN CIENCIAS EN METALURGIA

Después de intercambiar opiniones, los miembros de la comisión manifestaron su aprobación para la impresión final de la tesis, en virtud de que satisface los requisitos señalados por las disposiciones reglamentarias vigentes.

Presidente y asesor:

Dr. Héctor Javier Vergara Hernández
Doctorado en Ingeniería
No. de Cédula Profesional 7562512

Secretario:

Dr. Octavio Vázquez Gómez
D. en Ciencia e Ingeniería en Materiales
No. de Cédula Profesional 11168930

Vocal:

Dr. Francisco Reyes Calderón
D. en Ciencias en Metalurgia y C. de los Materiales
No. de Cédula Profesional 09059862

Vocal suplente:

M.C. Gerardo Marx Chávez Campos
Maestría en Ciencias en Ingeniería Electrónica
No. de Cédula Profesional 6466242



SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA
INSTITUTO TECNOLÓGICO
DE MORELIA

Av. Tecnológico 1500, Col. Lomas de Santiaguito,
C.P. 58120, Morelia, Michoacán. Tel. (443) 3-12-
15-70 Ext. 300 / Email:
posgrado.metalurgia@morelia.tecnm.mx
tecnm.mx | morelia.tecnm.mx





EDUCACIÓN
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO
NACIONAL DE MÉXICO.

Instituto Tecnológico de Morelia
Subdirección Académica
División de Estudios de Posgrado e Investigación

Morelia, Mich, **08/FEBRERO/2021**
OFICIO NÚM: DEPI/073/2020

ASUNTO: AUTORIZACIÓN DE IMPRESION
DEFINITIVA DE TESIS

C. ÓSCAR DAVID PRIETO SÁNCHEZ
EGRESADO DE LA MAESTRÍA EN
CIENCIAS EN METALURGIA
PRESENTE.

Le comunico que el jurado designado para que obtenga el grado de **MAESTRO EN CIENCIAS EN METALURGIA**, ha informado a esta División de Estudios de Posgrado e Investigación, su aceptación para la impresión definitiva de su trabajo de tesis, el cual lleva por nombre: "ANÁLISIS DE LA DESCARBURACIÓN POR PROCESAMIENTO DE IMÁGENES PARA ESTIMAR COEFICIENTES DE DIFUSIÓN EN UN ACERO AISI-SAE 1045 ".

Por lo anterior se le autoriza la impresión de su trabajo, esperando que el logro del mismo sea acorde con sus aspiraciones profesionales.

A T E N T A M E N T E

Excelencia en Educación Tecnológica®
"Técnica, Progreso de México"®



SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA
INSTITUTO TECNOLÓGICO
DE MORELIA

[Handwritten Signature]
C. HÉCTOR JAVIER VERGARA HERNÁNDEZ
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN

C.p. Archivo

HJVH/mpza.



Av. Tecnológico 1500, Col. Lomas de Santiaguito,
C.P. 58120, Morelia, Michoacán. Tel. (443) 3-12-
15-70 Ext. 316 / Email: depi@morelia.tecnm.mx
tecnm.mx | morelia.tecnm.mx



AGRADECIMIENTOS

Agradezco al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) por la beca (No 700824) para realizar mis estudios de Maestría.

Agradezco rotundamente a mi asesor el Dr. Héctor Javier Vergara Hernández, por su ayuda, asesorías, paciencia brindada durante este importante lapso de mi vida y por hacerme sentir como en casa desde el primer día que pise Morelia, sin duda alguna lo consiguió.

Agradezco a los miembros de mi comité tutorial, por todas las observaciones durante los seminarios. Al Dr. Octavio Vázquez Gómez, Dr. Francisco Reyes Calderón. y al Dr. Israel Aguilera Navarrete. Al M.C. Gerardo Marx Chávez Campos por brindarme su tiempo para tutorías siempre que lo necesite y mi admiración por su compromiso con la sociedad, al Dr. Rafael Lara Hernández, por sus asesorías en la parte estadística.

Al Laboratorio Nacional de Sistemas Embebidos, Diseño Electrónico Avanzado y Microsistemas (CONACYT-SEDEAM) por el uso de los equipos para realización de pruebas experimentales.

A todos mis nuevos amigos que conocí durante la maestría, en el Instituto Tecnológico de Morelia me hicieron pasar una estancia amena y placentera, agradezco su amistad y confianza.

DEDICATORIA

A mis padres: María Magdalena Sánchez Sánchez y Sergio Prieto Cózar por la confianza, el apoyo incondicional que siempre me han brindado, porque nos inculcaron a mis hermanos y a un servidor, que nada es imposible, que nunca hay que dejar de luchar, sea en las circunstancias que se presenten, que la dedicación, perseverancia y la disciplina son la fórmula del éxito.

A Dios por prestarme vida para recorrer sin duda alguna una experiencia increíble, cumplir un propósito más y le agradezco por tener a mi familia con buena salud.

Resumen

Los aceros están expuestos a problemas de calidad que en ocasiones causan problemas en los productos terminados, este el caso del fenómeno de descarburización que se presenta posterior a un tratamiento térmico, en donde los factores como temperatura, composición química del acero, la atmósfera de la que se rodea, y hasta el uso del horno son factores primordiales para tratar de controlar este fenómeno, además pueden existir otro tipo de problemas como: un posible paro del horno debido al suministro de energía eléctrica, alguna falla durante el proceso, en donde la descarburización también se ve influenciada.

El principal objetivo de este trabajo fue desarrollar una nueva metodología para la medición de la zona descarburada apeándose a la Norma ASTM E 1077 (Métodos de prueba estándar para estimar la profundidad de la descarburación de muestras de acero), y así obtener resultados de calidad. Esta metodología se basa en el análisis de imágenes, como resultado de este objetivo se logró obtener 10,000 mediciones por condición experimental.

Además, en este trabajo de tesis se desarrollaron escenarios experimentales con aire de un compresor para asegurar 21% de oxígeno, una bomba de vacío para evitar la presencia de oxígeno durante el calentamiento y enfriamiento del tratamiento térmico, un horno de atmósfera controlada para mantener los parámetros como la presión, temperatura y el tiempo con la mayor exactitud posible. Se calcularon los coeficientes de difusión del carbono en fase austenita de un acero AISI-SAE 1045 para diferentes temperaturas, y se determinó la energía de activación del proceso de descarburación bajo diferentes condiciones de frontera química como la exposición de aire a diferentes tiempos de permanencia.

Como trabajo extra se analizó el crecimiento del óxido (Casquilla) formado en el acero AISI-SAE 1045 basados en la nueva metodología (medición de la descarburación); haciendo notar que la misma metodología puede ser utilizada para el análisis del crecimiento de óxido.

Abstract

The steel are exposed to quality problems that sometimes cause issues in the finished products, the this case of the decarburización phenomenon that subsequent to appear a heat treatment, in where the factors such as temperature, steel's chemical composition, the atmosphere by which it is surrounded, and until the use of the furnace are priority factors to try to control this phenomenon, however, there may be other types of problems such as: a possible stoppage of the furnace due to the supply of electrical energy, some electrical, mechanical or electronic failure, which influence or promote decarburization due to not being able to control the process.

The main goal was to develop a new methodology for the measurement of the decarburized zone, base on the ASTM E 1077 Standard, and thus to obtain quality results. This methodology was based on the analysis obtaining 10,000 measurements by experiment condition.

In addition, in this dissertation work, experimental scenarios were developed with air from a compress to ensure 21% oxygen, a vacuum pump to avoid the presence of oxygen, during heating and cooling of the heat treatment, a controlled atmosphere to keep parameters like pressure, temperaure and time as accurate as posible. The coefficients of diffusion of carbon in phase calculated austenite of a steel AISI-SAE 1045 for different temperatures and the energy of activation of the process of decarburization under different conditions of chemical border such as exposure of air to different residence times.

As extra work analyzed the growth of Oxide (rust) formed in AISI-SAE 1045 steel base on the new methodology for measurement of decarburization; noting that the same methodology can be used for the analysis of oxide growth.

Simbología utilizada

ASTM	(<i>American Society of Testing Materials</i>) Sociedad Americana para Pruebas y Materiales
AISI	(<i>American Iron and Steel Institute</i>) Instituto Americano del Hierro el Acero
SAE	(<i>Society of Automotive Engineers</i>) Sociedad de Ingenieros Automotrices
Fe-C	Hierro-Carbono
FeO	Wustita
Fe ₃ O ₄	Magnetita
Fe ₂ O ₃	Hematita
Fe-Cu	Hierro-Cobre
Fe-Cr-C	Hierro-Cromo-Carbono
O ₂	Oxígeno diatómico
CO	Dióxido de Carbono
CO ₂	Monóxido de Carbono
CH ₄	Metano
H ₂	Dihidrógeno
H ₂ O	Agua
AC ₃	Temperatura a la cual se completa la transformación de ferrita en austenita durante el calentamiento.
AC ₁	Temperatura a la cual comienza a formarse austenita durante el calentamiento.
FEM	Método del Elemento Finito
R	Constante universal de los gases
ΔG	Energía libre de Gibbs
ΔH	Diferencia de entalpia
ΔS	Diferencia de entropía
a_{prod}	Actividad de productos
a_{react}	Actividad de reactivos
PDI	Procesamiento Digital de Imagen

P_{O_2}	Presión real del oxígeno
P'_{O_2}	Presión del oxígeno en equilibrio
J	El flujo de la sustancia que pasa en una unidad de tiempo por la unidad de área ($\text{g cm}^2/\text{s}$)
D	Coefficiente de difusión (cm^2/s)
C	Concentración de la sustancia de difusión (g/cm^3)
X	Distancia, espesor descarburado (cm)
D0	Difusión inicial (cm^2/s)
Q	Energía de activación (cal/mol)
T	Temperatura
$\frac{d^2c}{dx^2}$	Segunda derivada de la concentración con respecto a la posición.
$\frac{dc}{dt}$	Gradiente de concentración con respecto al tiempo.
Cs	Concentración superficial
Co	Concentración inicial
erf	Función error

Contenido

Resumen.....	IV
Abstract.....	V
Simbología utilizada	VI
Contenido.....	VIII
Índice de Figuras.....	XII
Índice de Tablas	XV
1. Introducción.....	16
1.1. Problemática.....	17
1.2. Justificación.....	18
1.3. Objetivo General	18
1.4. Objetivos Específicos.....	18
1.5. Alcance.....	19
2. Resumen Bibliográfico del Estado del Arte	21
3. Marco Teórico	29
3.1. Aceros.....	29
3.2. Acero 1045	29
3.3. Hornos	30
3.3.1. Tipos de Hornos.....	30
3.4. Efecto Químico de los Constituyentes Atmosféricos.....	31
3.4.1. Oxígeno.....	31
3.4.2. Nitrógeno	32
3.4.3. Monóxido y Dióxido de Carbono	32

3.4.4.	Hidrógeno	32
3.5.	Control de Atmósferas	33
3.6.	Carburación	34
3.7.	Descarburación.....	34
3.8.	Difusión.....	35
3.9.	Difusión Intersticial.....	38
3.10.	Termodinámica de Oxidación	42
3.11.	Mecanismo de Oxidación	44
3.12.	Teoría de Oxidación de Wagner.....	45
3.13.	Múltiples Capas de Óxido.	46
3.14.	Cinética de Oxidación	47
3.14.1.	Oxidación Linear.....	47
3.14.2.	Logarítmica y Velocidad de Reacción Logarítmica Inversa.....	48
3.14.3.	Cinética Parabólica.....	49
3.15.	Antecedentes del Procesamiento Digital de Imágenes.	50
3.15.1.	La Imagen Digital.....	50
3.16.	Análisis de Imágenes.....	51
4.	Desarrollo Experimental.....	53
4.1.	Preparación de Reactivo Químico.....	58
4.2.	Corte del Espécimen.....	59
4.3.	Montaje de los Especímenes en Frío y Caliente	59
4.4.	Desbaste de Acero.....	60
4.5.	Pulido de los Especímenes	60
4.6.	Condiciones de Ataque Químico.....	61
4.7.	Análisis Metalográfico	61

4.8.	Nueva Metodología para la Medición de la Descarburación Total con Herramientas de Análisis de Imágenes	62
4.8.1.	Creación de Máscara (create mask)	62
4.9.	Separación de Zona Descarburada Total en Completa y Parcial	68
5.	Análisis y Resultados.....	72
5.1.	Descarburación.....	73
5.2.	Difusión (D)	76
5.3.	Difusión Inicial (D0), Energía de Activación (Q).....	77
6.	Conclusiones.....	86
7.	Anexos	88
7.1.	Preparación de Muestras Metalográficas	88
7.1.1.	Guía Estándar para la Preparación de Muestras Metalográficas (ASTM E 3) ...	88
7.1.2.	Tamaño de las Muestras Metalográficas.....	89
7.2.	Métodos de Medición de Descarburación.....	90
7.2.1.	Métodos de Prueba Estándar para Estimar la Profundidad de la Descarburación de Muestras de Acero (ASTM E 1077).....	90
7.2.2.	Muestreo	91
7.2.3.	Medición:	95
7.3.	Estadística como Parte del Análisis Experimental.....	96
7.3.1.	Tipos de Error	96
7.3.2.	Muestreo Aleatorio	97
7.3.3.	Regresión Lineal	97
7.3.4.	Método de Mínimos Cuadrados.....	98
7.3.5.	Coefficiente de Determinación R^2	98
7.4.	Micrografías Descarburación Condiciones Originales (Acero AISI-SAE 1045)	99

7.4.1.	Descarburación a 1,173K.....	99
7.4.2.	Descarburación a 1,273K.....	100
7.4.3.	Descarburación a 1,373K.....	102
Referencias.....		105

Índice de Figuras

Figura 1.- Microestructuras después del calentamiento por 100 min. a) 700, b) 850, c) 900, d) 950°C [7].	21
Figura 2.- Descarburación después de calentar a 730°C, luego enfriado por aire durante 4 h [14].	25
Figura 3.- superficie descarburada después de calentar a 760 °C durante a) 5 min de enfriamiento en agua, b) 4 h enfriado en aire [14].	26
Figura 4.- superficie descarburada después de un calentamiento a 850 °C: a) 5 min de enfriamiento en agua, b) 4 h, enfriamiento en aire [14].	26
Figura 5.- Diagrama Hierro-Carbono [17].	30
Figura 6.- Tipos de hornos [18].	31
Figura 7.- Difusión intersticial por saltos estocásticos en un gradiente de concentración [23].	39
Figura 8. Grafica de la ecuación de Arrhenius [23].	42
Figura 9.- Mecanismo de Oxidación.	44
Figura 10.- Diagrama esquemático del proceso de Oxidación [26].	44
Figura 11.-Diagrama Fe-O [26].	47
Figura 12.- Cinética de oxidación linear, parabólica, logarítmicas e inversas logarítmicas, dibujadas de modo que todas hayan producido la misma cantidad de óxido después de un período de tiempo inicial [24].	49
Figura 13.- Ciclo de validación del modelo para estudiar la descarburización y la cinética de crecimiento de óxido.	53
Figura 14.- Espécimen de Acero AISI-SAE 1045 maquinado en torno.	54
Figura 15.- Sistema Experimental.	54
Figura 16.- Diagrama de árbol de las condiciones experimentales sometidas a las probetas con horno de atmósfera controlada, los experimentos se replicaron por duplicado.	55
Figura 17.- Seis tiempos de permanencia de probetas metálicas experimentales a temperatura isotérmica de 1,173K.	56
Figura 18.- Siete tiempos de permanencia de probetas metálicas experimentales a temperatura isotérmica de 1,273K.	57

Figura 19 Ocho tiempos de permanencia de probetas metálicas experimentales a temperatura isotérmica de 1,373K.	58
Figura 20.- Preparación de Nital al 2%	58
Figura 21.- Cortadora y espécimen montado en frío.	59
Figura 22.- a) Montaje de los especímenes en frío, b) montaje en caliente, c) montaje en baquelita y montaje en acrílico.	60
Figura 23.- Pulidora Struers y espécimen pulido a espejo necesario para el ataque químico. .	61
Figura 24.- Ataque con nital al 2%.	61
Figura 25. Micrografía acero AISI-SAE 1045 1,173K, 7, 200 s., 10x.	62
Figura 26.- Detección de zona descarburada con herramienta segmented line.	63
Figura 27.- Zona descarburada enderezada.	63
Figura 28.- Micrografía con filtro.	64
Figura 29.- Zona descarburada segmentada.	64
Figura 30.- Selección de la zona segmentada.	64
Figura 31.- Máscara de la zona segmentada.	65
Figura 32.- Selección de la zona segmentada.	65
Figura 33.- Traslape de la selección de zona segmentada en la micrografía original.	65
Figura 34.- Ajuste de la zona descarburada, herramienta selección elíptica.	66
Figura 35.- Mascara final, sistema binario.	66
Figura 36.- Selección de la zona descarburada (obscura).	67
Figura 37.- Tabla de resultados de las mediciones hechas por el plugin.	67
Figura 38.- Gráfica del comportamiento de las mediciones realizadas.	68
Figura 39.- Interfaz sin información.	68
Figura 40.- Selección de la zona descarburada parcial.	69
Figura 41.- Zona descarburada completa.	69
Figura 42.- Zona descarburada parcial.	69
Figura 43.- Micrografía, Acero base AISI-SAE 1045, Ataque con Nital al 2%, a) 20x y b) 50x.	72
Figura 44.- Regresión lineal aplicando método de mínimos cuadrados, coeficiente de determinación (R^2), a los resultados obtenidos para la descarburación.	74
Figura 45.- Regresión lineal aplicando método de mínimos cuadrados, coeficiente de determinación (R^2) a los resultados obtenidos para la descarburación reproducibilidad.	75

Figura 46.- Planteamiento gráfico para estimar la energía de activación Q y el coeficiente de difusión inicial D_0 de la ecuación de Arrhenius, correspondiente a m_1 .	79
Figura 47.- Planteamiento gráfico para estimar la energía de activación Q y el coeficiente de difusión inicial D_0 , de la ecuación de Arrhenius, correspondiente a m_2 .	80
Figura 48.- Crecimiento de Óxido (Cascarilla) bajo las condiciones de Descarburación.	83
Figura 49.- Método de designación del área para la ubicación de toma de micrografías [35].	90
Figura 50.- Esquemas de muestreo típico para barras redondas de diferentes tamaños [36].	92
Figura 51.- Esquema de muestreo típico para barras cuadradas de diferentes tamaños [36].	93
Figura 52.- Esquemas de muestreo típicos para barras planas y rectangulares de diferentes tamaños [36].	94
Figura 53.- Descarburación Completa y Parcial [37].	96
Figura 54.- Micrografías Descarburación, ASTM E 1077, Tiempos de permanencia en el horno de atmósfera controlada: a) 900 s., b) 1, 800 s., c) 2, 700 s., d) 7, 200 s., 1,173K, Tratamiento isotérmico, Ataque Nital 2%, 5x.	99
Figura 55.- Micrografías Descarburación, ASTM E 1077, Tiempos de permanencia en el horno de atmósfera controlada:	100
Figura 56.- Micrografías Descarburación, ASTM E 1077, Tiempos de permanencia en el horno de atmósfera controlada: a) 600 s., b) 1,200 s., 1,273K, Tratamiento isotérmico, Ataque Nital 2%, 5x.	100
Figura 57.- Micrografías Descarburación, ASTM E 1077, Tiempos de permanencia en el horno de atmósfera controlada: c) 1, 800 s., d) 2,700 s., e) 7, 200 s., f) 14, 400 s., g) 21, 600 s., 1,273K, Tratamiento isotérmico, Ataque Nital 2%, 5x.	101
Figura 58.- Micrografías Descarburación, ASTM E 1077, Tiempos de permanencia en el horno de atmósfera controlada: a) 300 s., b) 600 s., c) 1,200 s., d) 1,800 s., 1,373K, Tratamiento isotérmico, Ataque Nital 2%, 5x.	102
Figura 59.- Micrografías Descarburación, ASTM E 1077, Tiempos de permanencia en el horno de atmósfera controlada: e) 2,700 s., f) 7,200 s., g) 14,400 s., h) 21,600 s., 1,373K, Tratamiento isotérmico, Ataque Nital 2%, 5x.	103

Índice de Tablas

Tabla 1.- Efecto Químico de Varios Gases Sobre Metales [19].	33
Tabla 2. Valores promedio de cada experimento; para descarburación.	75
Tabla 3.- Valores promedio de cada experimento para descarburación reproducibilidad.....	76
Tabla 4.- Valores de Difusión estimados con experimentos de descarburación del carbono en fase austenita de un acero AISI-SAE 1045.....	76
Tabla 5.- Valores de Difusión estimados, con experimentos de réplica, para la descarburación del carbono en fase austenita de un acero AISI-SAE 1045.	77
Tabla 6.- Datos necesarios para realizar el gráfico de la ecuación 5.1.	78
Tabla 7.- Datos de Difusión con respecto a la temperatura (Reproducibilidad).....	79
Tabla 8.- Comparación de resultados calculados Difusión (D), Difusión Inicial (D_0), Energía de Activación (Q) vs Literatura.	81

1. Introducción

De acuerdo con la asociación mundial del acero (World Steel Association) en su anuario estadístico del acero 2019, México representa un alza en la producción de acero, para los años correspondientes de 2009-2018 que van de 14,132 a 20,204 miles de toneladas, quedando en segundo lugar de Norte América y sólo por debajo de Estados Unidos. Para el año 2017 México reporta 19,955 miles de toneladas de las cuales 15, 234 corresponden a la producción mediante Horno de arco eléctrico (EF) y 4, 721 miles de toneladas corresponden a la siderurgia integral (Oxygen Blow Converter, OBC) [1].

Los hornos de recalentamiento utilizados en las industrias siderúrgicas son de tipo empujador o de tipo viga móvil, y se utilizan en las industrias acereras para calentar palanquillas de acero antes de los procesos de laminación. Durante el recalentamiento a alta temperatura, las superficies de palanquilla de acero reaccionan con los gases del horno, lo que se denomina reacción de oxidación. Como resultado de esta reacción, una capa de óxido de hierro comienza a crecer en las superficies de la palanquilla. La oxidación severa de los aceros al carbono comúnmente comienza a aproximadamente 425 °C (800 °F). En temperaturas superiores a 650 °C (1,200 °F), la velocidad de oxidación se vuelve exponencial con respecto de la temperatura. En el rango de temperatura más alto, es donde el acero puede descarburarse y oxidarse. La reacción de oxidación es de naturaleza exotérmica, lo que también puede afectar las características de transferencia de calor, debido a la baja conductividad térmica, menor emisividad y gran escala específica de calor de óxido en comparación con la palanquilla de acero [2].

El uso de métodos estadísticos en la manufactura, en el desarrollo de productos alimenticios, el software para computadoras, las fuentes de energía, los productos farmacéuticos y muchas otras áreas, implican el acopio de información o datos. Estos métodos se utilizan para analizar datos de procesos, con el objetivo de tener una mejor orientación respecto los cambios que deben realizarse en el proceso para mejorar su calidad [3].

1.1. Problemática

Desde los inicios de la Metalurgia la descarburación ha sido un problema que se presenta en los aceros en especial en aquellos que cuentan con 0.30 y 0.70% de carbono, en donde las piezas fabricadas como, ejes, cigüeñales, bielas, muelles etc., deben resistir condiciones de fatiga. Por si fuera poco, también se encuentran los aceros grado herramienta que rondan entre los 0.70 a 1.40% de carbono, estos aceros están destinados para tener durezas muy elevadas. El presentar problemas de descarburación en las piezas terminadas ocasiona pérdidas económicas tanto por la parte en donde la pieza pueda ser desechada o se le tenga que asignar un nuevo proceso para ajustar ese problema, en fin, que resulta en gastos y pérdidas económicas para la industria del acero.

Por otro lado, y de acuerdo a lo reportado en investigaciones [4] y empresas de calidad que se dedican a la medición de este fenómeno, la forma de medir la descarburación es muy sencilla, por consiguiente puede ocasionar errores de sesgo al obtener los resultados. Entre los errores de sesgo se puede señalar la cantidad de mediciones en donde no superan las 10 mediciones por micrografía o no tener bien definidas las zonas que conforman la descarburización. Este problema se viene arrastrando desde la misma Norma ASTM E 1077 (“Métodos de prueba estándar para estimar la profundidad de la descarburación de muestras de acero”) del apartado métodos microscópicos, en donde no especifica cuántas mediciones se deben hacer. Para cualquier persona que haga uso de esta norma y este proceso, no se tomará la molestia de hacer más de diez mediciones.

1.2. Justificación

El fenómeno de la descarburación de los aceros consiste en la difusión del carbono y su reacción con el oxígeno durante un tratamiento térmico a elevada temperatura y tiempo prolongado. Esto suele producir un defecto de calidad por una disminución de las propiedades mecánicas en la superficie del producto metálico tratado. El grado de descarburación es función de la temperatura y el tiempo en que se lleva el proceso de tratamiento térmico, de la composición química del acero y de la composición química de la fase gaseosa con la que reacciona [5]. La difusión es el movimiento de los átomos en un material. Los átomos se mueven de una manera predecible, tratando de eliminar diferencias de concentración y de producir una composición homogénea y uniforme [6]. En el proceso de fabricación del acero y producción de piezas metálicas se encuentra inmerso este fenómeno, en donde es muy importante el estudio e investigación de la cinética de reacción de la interfase gas-sólido.

1.3. Objetivo General

Desarrollar una metodología experimental que permita analizar la descarburación en aceros, evitando el error por procedimiento de muestreo sesgado.

1.4. Objetivos Específicos

- a) Desarrollar una metodología experimental para determinar el coeficiente de difusión de carbono en fase austenita a distintas temperaturas isotérmicas.
- b) Crear una metodología para la medición de la descarburación y así evitar errores de muestreo sesgado.
- c) Caracterización metalográfica de la capa descarburada para estimar coeficientes de difusión a diferentes temperaturas, atmósfera a 21% oxígeno.
- d) Correlacionar los coeficientes de difusión de carbono experimentales en función de la temperatura de un acero AISI-SAE 1045, para determinar la difusión inicial y la energía de activación.

1.5. Alcance

Este proyecto tiene como alcance proponer y documentar una metodología apegada a la norma ASTM E 1077 (Métodos de prueba estándar para estimar la profundidad de la descarburación de muestras de acero) en específico métodos microscópicos, utilizando análisis de imágenes, esta metodología ayudará a eliminar errores de muestreo sesgado, y así obtener valores de coeficientes de difusión con menor dispersión. Además, la metodología podrá ser utilizada en laboratorios de departamentos de calidad de industrias siderúrgicas mexicanas. Por otro lado, esta nueva metodología será la base fundamental para el cálculo de los valores de energías de activación de difusión del carbono en fase austenita de un acero AISI-SAE 1045 que serán comparados con algunos valores obtenidos por otros investigadores y otras metodologías a nivel internacional.

CAPÍTULO I
ESTADO DEL ARTE

2. Resumen Bibliográfico del Estado del Arte

M., Nomura y colaboradores. [7] - Calcularon la profundidad de descarburación en aceros con elementos aleantes, considerando los efectos de la composición química del acero y las condiciones de calentamiento, se basaron utilizando un modelo de difusión resuelto por Wagner, en donde la transformación de fase está controlada por el elemento difusor el cual ocurre a una temperatura constante y en donde los resultados de dicho modelo fueron aproximados. Las muestras que se utilizaron fueron aceros con 0.59 y 0.62 % de carbono con elementos de aleación como Cromo, Titanio y Vanadio. En esta investigación se obtuvo que los aceros con elementos aleantes con contenidos altos de Titanio, Vanadio, Cromo y por debajo de 700°C, la profundidad de descarburación presentó una resistencia al crecimiento.

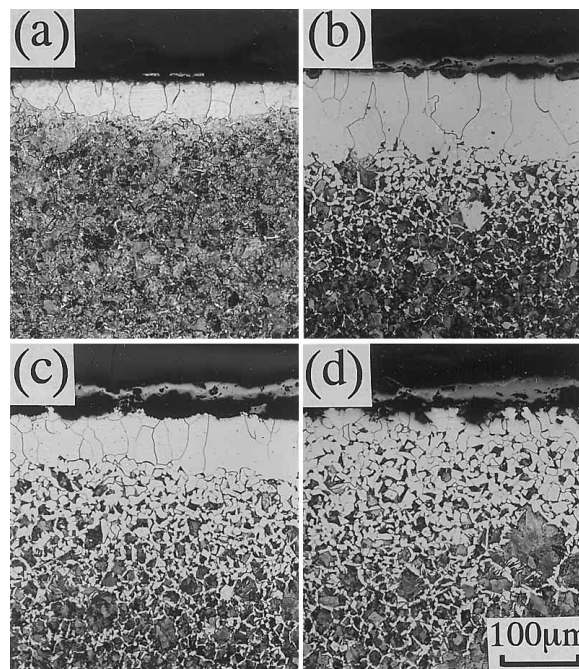


Figura 1.- Microestructuras después del calentamiento por 100 min. a) 700, b) 850, c) 900, d) 950°C [7].

Analizando las micrografías de la Figura 1, se puede observar que de las temperaturas de 700 a 900°C el comportamiento de la descarburación se encuentra agrupado por granos grandes descarburados, a diferencia de la micrografía a 950 °C donde existe una dispersión mayor de granos descarburados de todos los tamaños.

N., Anderson y colaboradores. [4] - Trabajaron con nueve muestras de acero 1095 las cuales fueron tratadas térmicamente a temperaturas de entre los 830 a 900°C, con tiempos de permanencia que van desde los 30 a 300 min. Para las mediciones de la descarburización se hicieron con software de computadora, midiendo en diez puntos diferentes la decarburación completa, y diez mediciones para la descarburación parcial, al final de las mediciones se obtuvo el promedio de ambos resultados y se agruparon para obtener los valores de descarburación total. A partir de los datos recopilados, se obtuvo el coeficiente de difusión y la energía de activación requerida para que el carbono difunda de la superficie del acero. El valor estimado de energía de activación en este experimento oscila entre la energía de activación del carbono que se difunde a través de la ferrita y la energía de activación del carbono que difunde en la austenita.

H., Suárez. [8] - Reviso procedimientos utilizados para caracterizar las capas superficiales, en un acero AISI 5160. Las probetas se sometieron a una temperatura de austenización de 900°C, después se enfriaron en aceite y recibieron un tratamiento de revenido entre 200 y 500°C. al finalizar se caracterizó la capa descarburizada haciendo uso de la norma ASTM-E-1077 (Métodos de prueba estándar para estimar la profundidad de la descarburación de muestras de acero). Utilizó las pruebas de microdureza para determinar la profundidad de la descarburación. El autor concluye que con las pruebas de microdureza se puede determinar la profundidad de la capa parcial, pero para establecer el grado de descarburación con exactitud se recomienda utilizar análisis químico, que es poco práctico en la industria.

T. Gómez-Acebo, F. Castro. [5] - Estos autores analizaron termodinámicamente la descarburación en aceros, principalmente en atmósferas de CO, CO₂, CH₄, y H₂, utilizando un software termodinámico de nombre Thermo-Calc®, pudieron calcular analíticamente la reacción de equilibrio de la descarburación en cada atmósfera de estudio y graficaron la actividad del carbono en función de presiones parciales de la atmósfera de trabajo. El uso de diagramas de actividad del carbono de aceros puede emplearse para estudiar el fenómeno de la descarburización.

M. Zorc y colaboradores. [9] – Estudiaron un carbono hipoeutectoide C45, el cual fue calentado entre los 600 a 1100°C, posteriormente fueron enfriados en aire entre los 30 minutos y 120 minutos. Se encontró que, en las temperaturas entre los 600 °C y 700 °C, la descarburización fue mínima. Entre las temperaturas A_{C3} y A_{C1} hubo presencia de descarburización y de A_{C3} a 1100 se presentó una fuerte presencia de descarburización en los bordes de las probetas. Además, a una temperatura de 760 °C y

un recocido de entre 30 y 60 min la descarburización se vuelve limitada y a temperaturas de 850 y menores a 950°C con recocido de 30 a 120 min, las velocidades de oxidación y descarburación son aproximadamente las mismas. Las segregaciones aumentan la actividad del carbono.

V. Il'ina. [10] - Este artículo estudia el efecto de la descarburación de la superficie sobre las propiedades mecánicas de un acero laminado en frío con (0.38% C, 4.8% Cr, 1.00% Si, 1.3% Mo, 0.52% V), el tratamiento térmico consistió en llegar a los 1000°C y enfriadas súbitamente hasta los 300°C. Además, para obtener diferentes profundidades y grados de descarburación se variaron los tiempos de calentamiento y el tipo de atmósfera (20 y 40 minutos en aire, 20 minutos en argón con 0.005% de O₂ y calentamiento en baño de sales). La microestructura del acero obtenida con un calentamiento de 1000°C durante 20 minutos con atmósfera de argón y las probetas calentadas en baño de sales no presentaron capa descarburada. La condición más afectada fue el calentamiento a 1000 °C con atmósfera de aire durante 40 minutos y templada, con un espesor descarburado de 0.24 milímetros.

Y. Prawoto y colaboradores. [11] – En la investigación los autores trabajaron simulación con método de elemento finito para estudiar el efecto del tratamiento térmico en la descarburación, en esta investigación se eligieron las temperaturas de 900, 800 y 700°C, es decir una temperatura por encima de A_{C3}, otra temperatura entre A_{C1} y A_{C3} y finalmente una temperatura ligeramente por debajo de A_{C1}. Los tiempos de permanencia en el horno fueron de 2, 6, 12, 24 y 48 horas. Utilizaron un acero hipoeutectoide debido a su amplio uso en la industria. El software para simular la difusión fue Abaqus®, con esta herramienta computacional obtuvieron el gradiente de concentración del carbono desde la superficie hasta el valor donde la concentración de carbono se iguala al *bulk* de la probeta. Los resultados para todas las temperaturas del proceso de simulación con respecto a la parte experimental fueron muy similares para las mediciones de la capa descarburada. En la parte experimental se utilizó el método de microdureza, para caracterizar la profundidad de la zona descarburada, que osciló entre valores mínimos de 25 micrómetros y valores máximos de 250 micrómetros.

M. Stasiak, A. Öchsner. [12] - En el trabajo, los autores utilizan simulación numérica basada en el método de elemento finito (FEM) para estimar valores de carburación y descarburización. A través del método numérico se solucionó la ecuación Fick, suponiendo que el coeficiente de difusión de carbono en la fase austenita no será función de la concentración de gases y que no depende de la temperatura. Por lo anterior, los cálculos en estado transitorio de difusión del carbón en hierro fase austenita no pueden ser considerados como válidos. Las condiciones de transporte de masa en una

interfaz gas-sólido se pudieron haber modelado mediante una condición de contorno convectiva de Neumann, suponiendo que el flujo másico es proporcional a la diferencia entre la concentración de carbono en la superficie del sólido y la concentración en el *bulk* del fluido. Para este tipo de simulaciones es recomendable el uso del software *FLUENT*® para resolver de forma acoplada la transferencia de calor, la transferencia de masa y las reacciones químicas en el interior del horno de tratamiento térmico.

A. de Castro J., F. de Campos M. [13] – En su trabajo los autores mencionan que la descarburización ocurre dentro de la matriz del sólido por un efecto combinado de la difusión del carbono en el acero, la reacción química en la frontera gas-sólido en la superficie del material y la capa oxidada. En este trabajo de investigación, se resolvió la ecuación de transporte ver Ecuación (2.1), acoplado las reacciones químicas de la interfase gas-sólido con un factor K_c que contempla las presiones parciales y coeficiente de actividad para distintas atmósferas.

$$\frac{dc}{dt} = \text{div}[D_c^{\text{Acero}} \text{grad}(C)] - k_c \quad (2.1)$$

De donde el coeficiente de difusión de carbono en el metal dependerá de la fase presente, lo anterior puede ser representado por las siguientes ecuaciones:

$$\begin{aligned} D_c^\gamma &= (0.07 + 0.06C) \exp\left(-\frac{32000}{1.987T}\right) \\ D_c^\alpha &= (0.25) \exp\left(-\frac{24200}{1.987T}\right) \\ D_\alpha^\gamma &= 0.1295 - 1.099 \times 10^{-4} T \end{aligned} \quad (2.2)$$

Donde K_c puede ser representada por la ecuación 2.3 y depende de la concentración de componentes de la atmósfera en el medio:

$$K_c = F(t)K_{4a} \left\{ \left(\frac{P_{H_2O}}{P_{H_2}} \right) + K_{4b} \left(\frac{P_{CO_2}}{P_{CO}} \right) \right\}$$

$$K_{4a} = 84xT^{0.15}x \exp \left[-\frac{8200}{RT} \right] \quad (2.3)$$

$$K_{4b} = 56xT^{0.13}x \exp \left[-\frac{8400}{RT} \right]$$

Las ecuaciones presentadas anteriormente, fueron resueltas con ayuda del método de elemento finito con una formulación implícita para resolver dos problemas denominados *A* y *B*. El experimento *A* se procedió a calentar el elemento virtual hasta una temperatura de austenización manteniéndola por 100 minutos, de acuerdo a los autores, se pudo observar que la descarburización inicio en la región austenítica, después durante el enfriamiento la austenita central se transformaba en ferrita al final del tratamiento, pero la región más cercana a la superficie se transforma en ferrita, antes que la parte central. En la propuesta *B*, el calentamiento del volumen virtual se llevó hasta en la región ferrítica. La descarburización más notable fue presentada en el experimento *A*.

F. Zhao y colaboradores. [14] – Estudiaron la descarburación superficial de un acero para aplicaciones de resorte con alto contenido de silicio que fue austenizada y después enfriada en dos medios, aire y agua, desde tres temperaturas de trabajo 730 °C, 760 °C y 850°C.

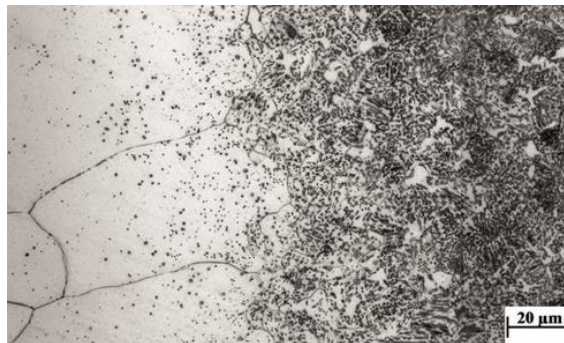


Figura 2.- Descarburación después de calentar a 730°C, luego enfriado por aire durante 4 h [14].

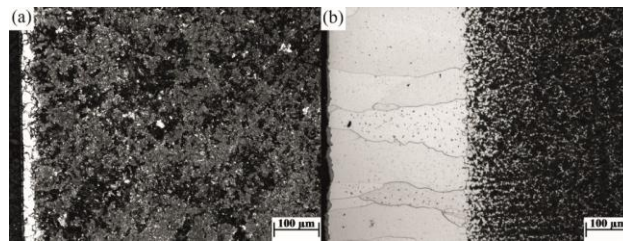


Figura 3.- superficie descarburada después de calentar a 760 °C durante a) 5 min de enfriamiento en agua, b) 4 h enfriado en aire [14].

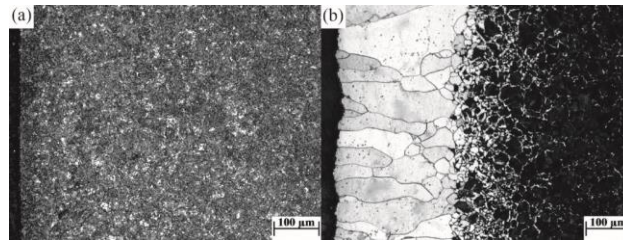


Figura 4.- superficie descarburada después de un calentamiento a 850 °C: a) 5 min de enfriamiento en agua, b) 4 h, enfriamiento en aire [14].

En la Figura 2 se puede ver una metalografía de probetas que se calentaron a una temperatura de 730 °C muy cercana a A_{C1} , con presencia de esferoidización de perlita en el *bulk* y una zona descarburada en la superficie de la muestra. En la Figura 3 se puede ver el efecto del medio de enfriamiento sobre la decarburización de una probeta que se calentó a 760 °C, la zona descarburada fue mayor cuando la pieza se enfrió al aire que cuando se enfrió en agua. En la Figura 4 se puede observar que las probetas que se calentaron a 850 °C y enfriaron al aire además de decarburación presentan crecimiento de grano. La metalografía de la Figura 4.a) no se observa decarburación debido a que la superficie de la probeta pudo transformar martensita como el resto del *bulk* de pieza de acero.

C. Alarcón y J. Estévez [15] - Los autores analizan el método de Albert Einstein del desplazamiento cuadrático medio, a través de sus artículos del movimiento browniano. En el artículo científico se presentan deducciones matemáticas, partiendo de las fórmulas de Van't Hoff, la ley de Stokes y la ley de Fick. En este artículo se presenta un experimento electroquímico para deducir la distancia media cuadrática, X^2 del movimiento atómico de un ion en un plano de tránsito definido de una celda. Este valor de X^2 , también se le denominada relación Einstein - Smoluchowski, fue desarrollado matemáticamente y su deducción arrojó que $X^2 = 2 \cdot D \cdot t$, en donde D es el coeficiente de difusión de la especie y t un valor de tiempo.

La información que se presentó anteriormente es una recopilación de cómo se mide la zona descarburada, haciendo énfasis en la metodología, utilizan métodos que se presentan en la norma ASTM-E-1077 (Métodos de prueba estándar para estimar la profundidad de la descarburación de muestras de acero) tales como análisis químico, durezas (microindentación), métodos microscópicos, además de análisis termodinámicos y simulaciones. De acuerdo a la Norma E 1077 menciona que los métodos microscópicos son de los más adecuados para la medición de la zona descarbura porque permite obtener una visión de las zonas que la comprenden como: la descarburización completa, la descarburización parcial o la descarburización total. N. Anderson et al. [4], es el único autor que utiliza métodos microscópicos como en este trabajo, sin embargo cae en problemas de sesgo debido a su cantidad de mediciones realizadas, las cuales son 10 en la zona descarburada completa y 10 en la parcial, además se pudo observar que no tiene definidas las zonas, porque las mediciones interfieren unas con otras.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

3. Marco Teórico

3.1. Aceros

El acero es una aleación de hierro que contiene entre 0.02 y 2.11% de carbono en peso, frecuentemente se incluyen otros elementos aleantes como: manganeso, cromo, níquel y molibdeno. Pero el contenido de carbono es el que convierte el hierro en acero. Se pueden agrupar aquí con fines de clasificación en las siguientes categorías: 1) Aceros al carbono, 2) aceros de baja aleación, 3) aceros inoxidables y 4) aceros de herramienta. Aceros al carbono; estos aceros contienen carbono como principal elemento de aleación, con solamente pequeñas cantidades de otros elementos (cerca del 0.5 % de manganeso es normal). La resistencia de los aceros al carbono se incrementa con el contenido de carbono. De acuerdo con la *American Iron and Steel Institute* (AISI) y la *Society of Automotive Engineers* (SAE), los aceros al carbono se especifican por un sistema de numeración de cuatro dígitos: 10XX, donde 10 indica que el acero es al carbono, y XX indica el porcentaje de carbono en cientos o puntos porcentuales.

3.2. Acero 1045

La definición de un acero al medio carbono, según la composición química, fluctúa entre valores de 0.2% y 0.50 %. Suele ser utilizado en aplicaciones que requieren resistencias mayores que las de los aceros al bajo carbono, es decir por debajo de 0.2 %. Sus aplicaciones incluyen componentes de maquinaria y partes de motores, como cigüeñales. Como se puede apreciar en la Figura 5, el acero 1045 se considera un acero hipoeutectoide ya que se encuentra a la izquierda del punto eutectoide del diagrama Fe-C; con microestructura ferrítica-perlítica en diferentes proporciones [16].

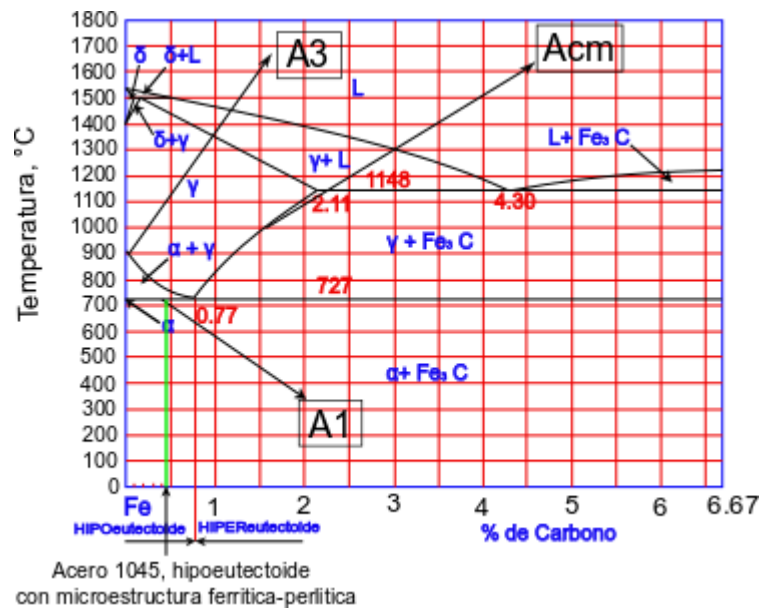


Figura 5.- Diagrama Hierro-Carbono [17].

3.3. Hornos

El horno es el elemento principal de los tratamientos térmicos. Es un instrumento constituido por una caja de materiales aislantes que le permite llegar a altas temperaturas con control en función del tiempo, y en muchas ocasiones con control de la atmósfera, de las velocidades de calentamiento y de enfriamiento.

3.3.1. Tipos de Hornos

Los hornos se pueden dividir en varios tipos según el criterio de clasificación que se adopte. Se pueden clasificar a partir del procedimiento de calentamiento, por la atmósfera o por la estructura del interior del horno con la que se mueve la solera o palanquilla de acero. Esquemáticamente puede hacerse la división [18], véase Figura 6.

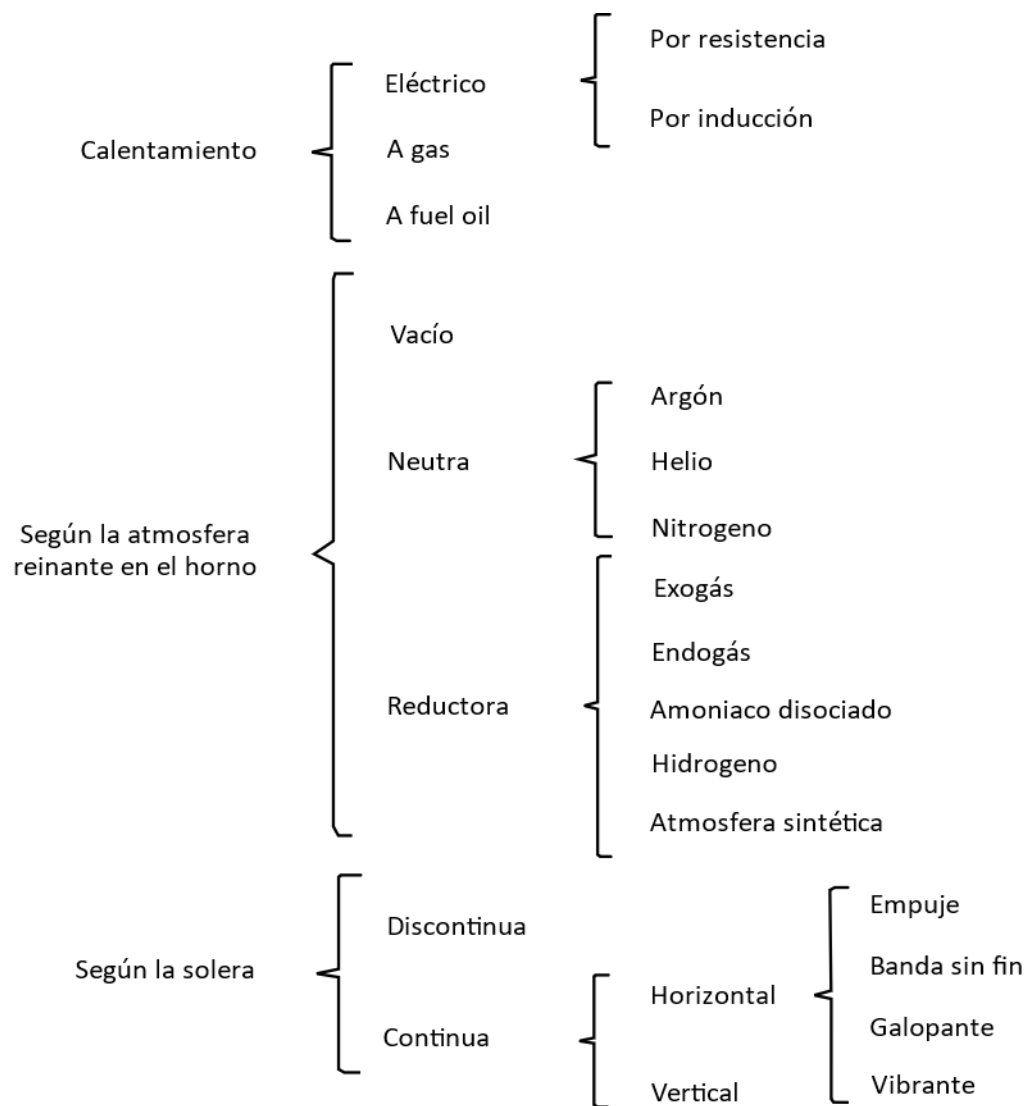
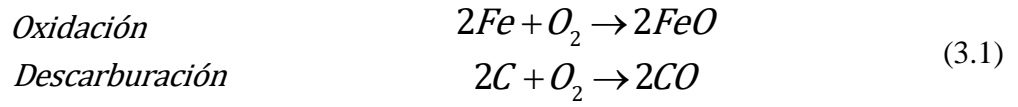


Figura 6.- Tipos de hornos [18].

3.4. Efecto Químico de los Constituyentes Atmosféricos

3.4.1. Oxígeno

El oxígeno reacciona con muchos metales para formar capas de óxido o como se le llaman en la industria, escamas. Puede también reaccionar con un elemento específico de aleación, pero invariablemente formará FeO cuando alcance los 575°C, posteriormente en todas las temperaturas también reaccionará con el carbono del acero provocando descarburización, tal y como lo muestra la ecuación (3.1) ver Tabla 1.



3.4.2. Nitrógeno

El nitrógeno puro molecular es pasivo en el hierro y puede ser usado como atmósfera protectora para tratamientos térmicos para aceros de bajo carbono. Cuando se usa para aceros de alto carbono, debe estar completamente seco y libre del oxígeno, porque pequeñas cantidades de vapor de agua causarían descarburización. El nitrógeno no es una atmósfera protectora para aceros con alto contenido de carburo, ya que puede formar nitruros en la superficie del acero.

3.4.3. Monóxido y Dióxido de Carbono

El monóxido es reductor mientras que el dióxido de carbono, oxida algunos metales y forma óxidos. La reacción principal con el dióxido de carbono ocurre a temperatura de austenización arriba de A_3 en el acero, donde descarbura el acero produciendo monóxido de carbono.



El carburizado ocurre en sentido izquierdo de la ecuación (3.2), cuando el contenido de CO en el gas es alto y los contenidos de CO_2 y H_2O son bajos.

3.4.4. Hidrógeno

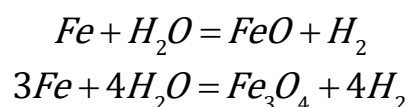
No tiene efecto químico sobre el acero, pero reduce el óxido de hierro y tiende a descarburizar el acero. El efecto descarburante depende de la temperatura, el contenido de carbono en el acero y el contenido de humedad de fluido. Abajo de $700^\circ C$ el efecto es despreciable, pero se incrementa la temperatura en presencia de humedad, el hidrógeno reacciona con el carbono en el acero para formar metano y la humedad reacciona también con el carbono del acero para formar monóxido de carbono e hidrógeno [19].



Como lo indica la ecuación (3.3) el efecto descarburante del hidrógeno aumenta en aceros con alto contenido de carbono.

Por otro lado, aceros con poco contenido de carbono también podrían verse perjudicados con la presencia de humedad, al formar grandes contenidos de óxido al hierro.

Arriba de 575 °C
Debajo de 575°C



En la Tabla 1 se puede ver el efecto de la matriz metálica con presencia de diferentes atmósferas al interior del horno de tratamientos térmicos.

Tabla 1.- Efecto Químico de Varios Gases Sobre Metales [19].

METAL	CONSTITUYENTES ATMOSFÉRICOS						
	O ₂	CO ₂	CO	H ₂	CH ₄	H ₂ O	N ₂
HIERRO	O	D	C	-	C	O	-
ACERO	O/D	O/D	C/D	D	C	O/D	-
ALUMINIO	O	O	-	-	-	-	-
COBRE	O	O	-	-	-	-	-
ÓXIDO DE HIERRO	-	-	R	R	R	-	-

DESCRIPCION DE SIMBOLOS: -= No produce efecto, O= Oxidante C=Carburante, D=Descarburante, R=Reductor

3.5. Control de Atmósferas

El propósito de controlar la composición química de la atmósfera protectora consiste en mantener la concentración de los elementos y/o determinar los cambios que ocurren bajo las condiciones fijadas para obtener los resultados deseados. El análisis de la atmósfera puede ser realizado por métodos físicos, fisicoquímicos o electromecánicos. Los métodos físicos son empleados cuando la atmósfera gaseosa a analizar contiene un constituyente con propiedades físicas considerablemente diferentes a

los demás gases. Por ejemplo, muchos gases tienen diferentes características de absorción de luz, el oxígeno es fuertemente paramagnético, etc. Los valores de las mediciones son convertidos a señales eléctricas las cuales son directamente proporcionales a la concentración del constituyente gaseoso buscado. En los métodos fisicoquímicos las reacciones químicas son combinadas con técnicas de medición físicas, dependiendo éstas de la reacción involucrada. Por ejemplo, podría emplearse un reactivo líquido que cambiará su color como resultado de su reacción con el constituyente gaseoso específico y este cambio representaría la concentración del gas a ser medido. En técnicas electroquímicas un efecto físico se manifiesta por una reacción química que provoca un cambio de voltaje detectado por un electrodo [19].

3.6. Carburación

La carburación es un proceso por el cual el carbono es transferido por moléculas como CO, CO₂, CH₄ y otros hidrocarburos a la matriz metálica, principalmente hierro, cromo y níquel, que forman el componente principal de los aceros y aleaciones. Los sólidos como el grafito también se usan en la transferencia de carbono. El acero se empaqueta con grafito en cucharones y se carga en el horno, el proceso se llama carburación o cementación en paquete. Durante la cementación, el acero con bajo contenido de carbono adquiere una capa superficial con alto contenido de carbono. Al enfriar las piezas metálicas, la capa con alto contenido de carbono se endurece, mientras que el núcleo bajo en carbono permanece suave. Esto da como resultado un exterior altamente resistente al desgaste, extremadamente duro. Este tipo de aceros y aleaciones cementados se utilizan para fabricar engranajes y cigüeñales. La ecuación (3.4) muestra el efecto de combinar CO y H₂ para formar C y H₂O. Esta reacción es el principal mecanismo de transferencia de carbono a las partes metálicas [20].



3.7. Descarburación

La descarburación se define como una pérdida de carbono en la superficie del acero, que se origina luego una difusión de carbono del interior al exterior. Al producirse la descarburación, el carbono se difunde de una región de gran concentración a otra de menor concentración, de la misma

manera que el calor se transmite de un cuerpo caliente a uno frío. La profundidad de la descarburación depende de la presión parcial de los elementos carburantes de la atmósfera y de la presión parcial del carbono del acero.

La oxidación se produce por la acción del oxígeno o de los gases oxidantes de las atmósferas de los hornos. El oxígeno, el vapor de agua, y anhídrido carbónico, son los gases que generalmente hacen desaparecer el carbono de los aceros por oxidación. La separación del carbono que se produce por la acción del hidrógeno y la humedad, que es una mezcla descarburante efectiva. Con frecuencia, durante el calentamiento de los aceros a alta temperatura se modifica la composición de la capa periférica de los lingotes, palanquillas, piezas, barras, etc., por la acción de atmósferas mal tratadas en los hornos y, que algunas veces, llegan a ocasionar fuertes problemas de cuello de botella en los procesos de fabricación.

La descarburación superficial es un fenómeno, que tiene relativamente poca importancia en los aceros de construcción de muy bajo contenido de carbono, destinados a la fabricación de chapas, perfiles, etcétera. Pero tienen una influencia decisiva en los aceros de herramientas de 0.70 a 1.40% de carbono que se emplean para la fabricación de sierras, brocas, limas, hojas y navajas de afeitar etcétera. Estas herramientas deben de quedar con durezas muy elevadas, que no se pueden conseguir cuando existen pequeñas descarburaciones superficiales.

El pésimo desempeño en propiedades mecánicas de los aceros descarburados es debido a que la ferrita de las zonas periféricas tiene una resistencia muy baja (28 a 32 kg/mm²) muy inferior al resto del material, que suele variar de (80 a 150 kg/mm²) y en esta zona descarburada se producen pequeñas grietas, donde se inicia la fractura por fatiga de las piezas [21].

3.8. Difusión

La difusión es el movimiento de los átomos en un material. Los átomos se mueven de una manera predecible, tratando de eliminar diferencias de concentración y de producir una composición homogénea y uniforme [6].

La difusión es causada por el movimiento browniano de átomos o moléculas que conduce a una mezcla completa. La difusión en gases progresa a una velocidad de centímetros por segundo, en líquidos la tasa de difusión es típicamente fracciones de milímetros por segundo, mientras que, en sólidos, la difusión es un proceso bastante lento y la tasa de difusión disminuye fuertemente con la disminución de la temperatura. A temperatura de fusión de un metal, una tasa de difusión típica es de

aproximadamente un micrómetro por segundo, mientras que a la mitad de la temperatura de fusión es solo del orden de nanómetros por segundo [22].

El acero contiene un gran número de vacancias, por lo que hay una continua migración de átomos intersticiales y sustitucionales. Los átomos de carbono y nitrógeno son pequeños comparados con los del hierro, por lo que pueden situarse entre red cristalográfica, formando así una solución sólida intersticial. Estos pequeños átomos pueden difundirse sin necesidad de vacancias y sus velocidades de difusión son mucho más altas que las de los átomos sustitucionales (de tamaño semejante). La difusión se presenta cuando hay diferencia de concentraciones (es decir, una diferencia de potencial químico).

La expresión básica para la dependencia de difusión en el gradiente de concentraciones está dada por la primera ley de Fick, ecuación (3.5).

$$J = -D \frac{dc}{dx} \quad (3.5)$$

Donde:

J = El flujo de la sustancia que pasa en una unidad de tiempo por la unidad de área ($\text{g cm}^2/\text{s}$)

D = coeficiente de difusión (cm^2/s)

C =concentración de la sustancia de difusión (g/cm^3)

X =distancia (cm)

El coeficiente de difusión está fuertemente influenciado por la temperatura. El valor de D para diferentes temperaturas está dado por la ecuación (3.6):

$$D = D_0 \exp \frac{-Q}{RT} \quad (3.6)$$

Donde:

D_0 = Factor de frecuencia (cm^2/s)

Q = Energía de activación (cal/mol)

R =Constante de los gases (1.987cal/mol K)

T =Temperatura en grados (K)

La difusión requiere tiempo, se debe transferir una gran cantidad de átomos, iones u otra especie dentro de un material para producir una distribución uniforme, por lo que se necesitan tiempos largos, aun a altas temperaturas. Los tiempos de tratamiento de homogeneización se pueden reducir usando temperaturas mayores o minimizando la distancia de difusión. La segunda ley de Fick en estado no estacionario relaciona las variables temperatura, tiempo y distancia de difusión (ver ecuación 3.7). Esta ley considera la diferencia de concentraciones en cierta distancia, en función del tiempo. La concentración del soluto varía de un punto a otro dentro la pieza en función del tiempo.

$$D \frac{d^2c}{dx^2} = \frac{dc}{dt} \quad (3.7)$$

Donde:

D = Coeficiente de Difusión.

$\frac{d^2c}{dx^2}$ = Segunda derivada de la concentración con respecto a la posición.

$\frac{dc}{dt}$ = Gradiente de concentración con respecto al tiempo.

La segunda ley de Fick necesita dos condiciones de frontera y una condición inicial para su resolución. Así se pueden calcular tiempos, perfiles de concentración, distancias difusivas y también analizar las relaciones entre estos parámetros.

En el caso de una carburación, se pueden considerar las siguientes consideraciones de frontera:

C_s = concentración superficial cuando $x= 0$, para calcular tiempo. (Invariable a lo largo del proceso).

C_o = concentración del acero original cuando $x=$ infinito, para cualquier tiempo. (Invariable a lo largo del proceso).

Bajo estas condiciones, la segunda ley de Fick se puede resolver aplicando el modelo de sólidos semi-infinitos, (ecuación 3.8).

$$C = (A + B) \left(\operatorname{erf} \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (3.8)$$

Al sustituir las variables de las condiciones de frontera se obtiene una ecuación simple (3.9).

$$C = C_s + (C_s - C_0) \left(\operatorname{erf} \frac{x}{2\sqrt{Dt}} \right) \quad (3.9)$$

En la difusión, el flujo es proporcional al gradiente de potencial químico, aunado a otros tipos de energía. La presencia de energía mecánica, debido a una deformación, origina dislocaciones que almacenan energía interna y aumentan el potencial químico, lo que produce un mayor flujo de materia [17].

3.9. Difusión Intersticial

En la difusión intersticial los átomos simplemente saltan a través de los huecos intersticiales de la red cristalina del material metálico. Este mecanismo generalmente se realiza con los átomos pequeños que se encuentran en metales tales como C, O, N e H y puede representarse matemáticamente por la ecuación 3.10. La Figura 7, puede representar un experimento hipotético de saltos intersticiales entre dos planos adyacentes (1) y (2). Se debe asumir que el promedio de saltos de átomos intersticiales es Γ_B veces por segundo, y que cada salto se da en una dirección al azar. Hay una probabilidad de que el átomo salte a uno de cada seis sitios adyacentes. Si el plano (1) contiene n átomos de B (átomos por m^2), el número de átomos que pueden saltar desde el plano (1) hacia el plano (2) en un segundo estará dado por la siguiente ecuación:

$$\vec{J}_B = \frac{1}{6} \Gamma_B n_1 \text{ átomos } m^{-2} s^{-1}. \quad (3.10)$$

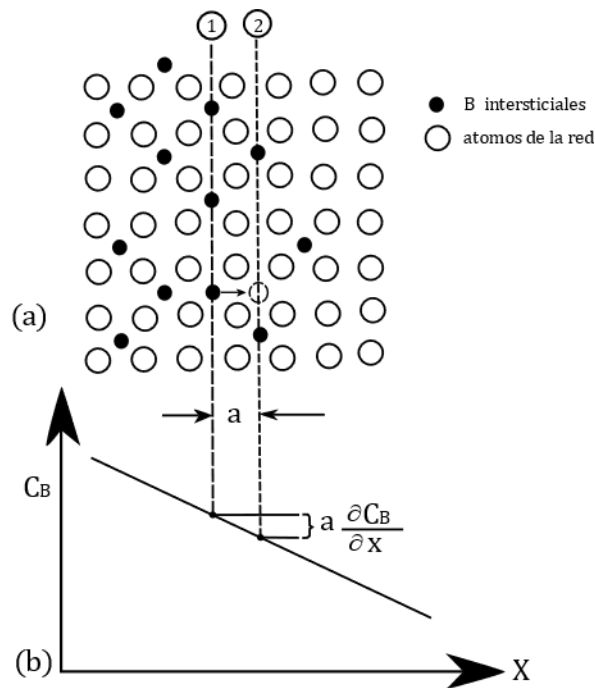


Figura 7.- Difusión intersticial por saltos estocásticos en un gradiente de concentración [23] .

Durante el mismo tiempo el número de átomos que saltan del plano (2) al plano (1), asumiendo que Γ_B es independiente de la concentración, estará dado por ecuación (3.11):

$$J_B^{\leftarrow} = \frac{1}{6} \Gamma_B n_2 \text{ átomos m}^{-2} \text{ s}^{-1}. \quad (3.11)$$

Si $n_1 > n_2$ habría un flujo neto de átomos desde la izquierda a la derecha dado por la ecuación (3.12).

$$J_B^{\rightarrow} = J_B^{\leftarrow} = \frac{1}{6} \Gamma_B [n_1 - n_2] \quad (3.12)$$

Donde n_1 y n_2 son las relaciones de concentración de átomos intersticiales de B en el plano de la red cristalográfica hipotética. Haciendo algunas sustituciones matemáticas, se llega a la expresión representada en la ecuación (3.13):

$$J_B = -\left(\frac{1}{6}\Gamma_B\alpha^2\right)\frac{\partial C_B}{\partial X} \quad (3.13)$$

Donde $D_B = \frac{1}{6}\Gamma_B\alpha^2$

La ecuación (3.14) es identificada como la primera ley de Fick de difusión, D_B es conocida como difusividad o como coeficiente de difusión de B.

$$J_B = -D_B \frac{\partial C_B}{\partial X} \quad (3.14)$$

Del análisis anterior, resulta evidente que el mecanismo básico del proceso de difusión está relacionado con las características de salto de los átomos implicados. Es muy interesante considerar el proceso de difusión desde un punto de vista de un sólo átomo saltando a través de un plano, con las siguientes restricciones:

- Los saltos del átomo tienen sólo una longitud r .
- Los saltos son probables en cualquier dirección, es decir, conocido como *random walk* en el idioma inglés.

Si se cumple lo anterior, entonces el desplazamiento neto del átomo desde la posición cero después de n saltos se describe por la ecuación (3.15):

$$r = \alpha\sqrt{\Gamma t} \quad (3.15)$$

Sustituyendo la ecuación (3.15) en $D_B = \frac{1}{6}\Gamma_B\alpha^2$ se obtiene la ecuación (3.16) :

$$r = 2.4\sqrt{(Dt)} \quad (3.16)$$

La ecuación anterior permite ver que el valor $\sqrt{(Dt)}$, es muy importante para cuantificar en problemas de ingeniería donde la difusión es el mecanismo principal.

Ahora, se considera el efecto de la temperatura o activación térmica para determinar la velocidad a la cual cambia un átomo cambia de posición en la red (Γ). Sin embargo, un átomo cambia de posición solamente si tiene suficiente energía para efectuar el salto ecuación (3.17)

$$\Gamma = V * Z * f \quad (3.17)$$

Donde:

f = Fracción de átomos que tienen suficiente energía, en cierto tiempo para cambiar de posición.

Z = número de huecos intersticiales vecinos más próximos que rodean cada átomo de soluto.

V = Frecuencia de vibración hacia cada uno de estos Z huecos.

f se define como $\exp(-\Delta G_m/RT)$, y si $\Delta G_m = \Delta H_m - T\Delta S_m$. Entonces, podremos obtener la ecuación (3.18).

$$D_B = \left(\frac{1}{6} \alpha^2 Z V \exp\left(\frac{\Delta S_m}{R}\right) \right) \left(\exp\left(\frac{-\Delta H_m}{RT}\right) \right) \quad (3.18)$$

Esto puede simplificarse como una ecuación tipo Arrhenius (3.19):

$$D_B = D_{B0} \exp\frac{-Q_{ID}}{RT} \quad (3.19)$$

Donde:

$$D_{B0} = \frac{1}{6} \alpha^2 Z V \exp\frac{\Delta S_m}{R} \quad (3.20)$$

y

$$Q_{ID} = \Delta H_m \quad (3.21)$$

Se puede llegar a una interpretación física de la energía de activación, la cual se determina a partir de la gráfica de la ecuación de Arrhenius, mostrada en la Figura 8:

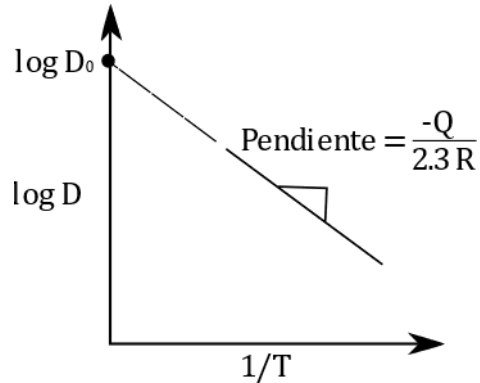


Figura 8. Grafica de la ecuación de Arrhenius [23].

Por lo tanto, si el $\log D$ se traza contra $(1/T)$, se obtiene una línea recta con una pendiente igual a $(-Q/2.3 R)$ y la intersección al eje de las ordenadas será $\log D_0$.

Experimentalmente se requerirá una matriz de probetas de un mismo acero con ciclos isotérmicos diferentes para medir la longitud descarburada en función del tiempo y con la ecuación (3.16) determinar el valor de D que permitirá posteriormente, obtener la figura 8 para estimar el valor D_0 en la ordenada al origen y el valor Q que será la pendiente [23].

3.10. Termodinámica de Oxidación

Una reacción típica de oxidación metálica en presencia de oxígeno se presenta en la ecuación (3.22):



Con la matriz metálica M en presencia de oxígeno en fase gaseosa (g) se formará un óxido de la forma MO_2 , MO , M_2O_3 , o cualquier otra forma sólida (s), termodinámicamente estable a la temperatura de trabajo. Al igual que con todas las reacciones químicas, la fuerza impulsora es la energía libre de

Gibbs o ΔG , que debe ser negativa si se produce la oxidación de forma espontánea. La ecuación (3.22) puede ser representada en términos del cambio de energía estándar de Gibbs (ΔG°) en el cual las actividades a_{prod} y a_{reac} son actividades de productos y reactivos, respectivamente. Su representación matemática se puede ver en la ecuación (3.23).

$$\Delta G = \Delta G^\circ + RT \ln(a_{prod} / a_{reac}) \quad (3.23)$$

Las actividades de los sólidos suelen ser invariables, es decir sus actividades son igual a 1, inclusive a altas temperaturas y en presencia de presiones moderadas de la mayoría de los gases. La actividad del oxígeno se aproximaba a su presión parcial, P_{O_2} . La reacción (3.23) puede escribirse en términos de la fuerza impulsora como se observa en la ecuación (3.24):

$$\Delta G = \Delta G^\circ + RT \ln 1 / P_{O_2} \quad (3.24)$$

En equilibrio, donde $\Delta G = 0$, además que la ecuación (3.22) puede existir de derecha a izquierda o de izquierda a derecha, por lo tanto, se puede escribir también la ecuación(3.25).

$$\Delta G^\circ = RT \ln P'_{O_2} \quad (3.25)$$

La fuerza impulsora de la oxidación entonces puede escribirse como:

$$\Delta G = RT \ln(p'_{O_2} / p_{O_2}) \quad (3.26)$$

Donde p'_{O_2} es la presión de oxígeno en equilibrio y p_{O_2} es la presión real del O_2 del gas. Un ejemplo práctico de la presión de oxígeno en equilibrio se puede hacer con un elemento de la tabla periódica oro, Au. El Au podría formar Au_2O_3 con una presión de oxígeno en equilibrio de 10^{19} atmósferas a 25°C , pero en la vida real sería complicado lograr esta condición en el ambiente y así lograr superar una presión de oxígeno de 10^{19} atmósferas y que ΔG se vuelva negativo y la reacción sea espontánea. En consecuencia, el Oro no se oxidará bajo condiciones de la vida real o de aplicaciones ingenieriles. Otro ejemplo de la presión de oxígeno en equilibrio lo podemos ver con el Aluminio, el óxido de aluminio, tienen un valor p'_{O_2} de 10^{-184} atmósferas a 25°C , motivo por el cual el aluminio

se oxida en casi cualquier gas o proceso al vacío donde el porcentaje de oxígeno es de 1×10^{-5} atmósferas [24].

3.11. Mecanismo de Oxidación

Considerando la reacción de la ecuación (3.22), es obvio que el producto de la reacción sólida MO, formará una resistencia entre la matriz metálica y la atmósfera del gas, tal y como se muestra en la Figura 9.

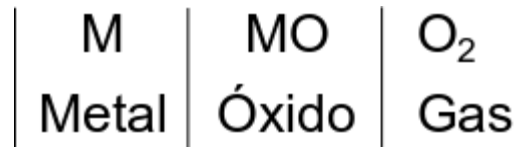


Figura 9.- Mecanismo de Oxidación

Para que la reacción continúe, uno o ambos reactivos deben superar la resistencia, es decir, el metal el metal debe transportarse a través del óxido a la interfaz óxido-gas y reaccionar allí, o en su caso el oxígeno debe transportarse a la interfaz óxido-metal y reaccionar. Los mecanismos por los cuales los reactivos pueden penetrar en la capa de óxido se consideran limitantes o controlantes de la oxidación a alta temperatura, un esquema más detallado de estos mecanismos limitantes se puede ver en la Figura 10. Estos diagramas podrían ser también de aplicación para la formación y crecimiento de sulfuros y otros productos de reacciones similares [25].

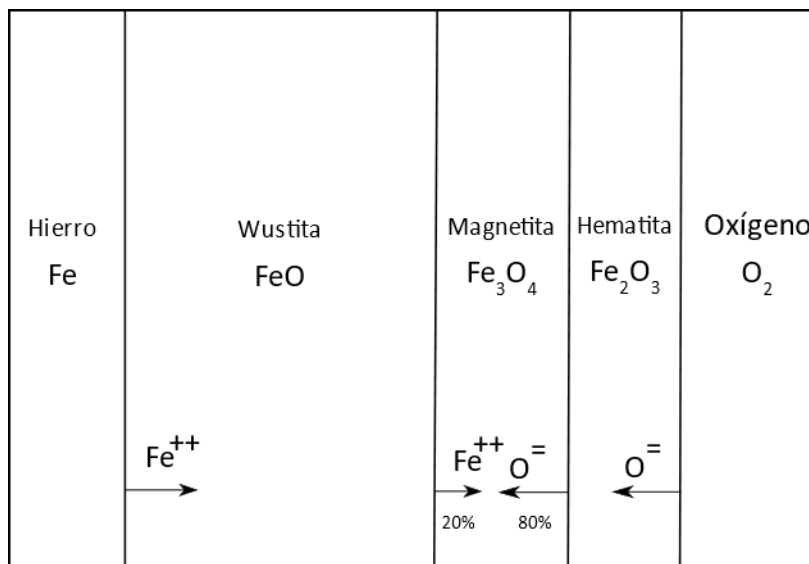


Figura 10.- Diagrama esquemático del proceso de Oxidación [26].

3.12. Teoría de Oxidación de Wagner

La teoría de Wagner de 1933 (Teoría parabólica de oxidación) representó un avance importante al proporcionar un modelo cuantitativo y experimentalmente verificable para el crecimiento de óxido en metales puros. Se asumía que un óxido de compuesto cristalino puro, plano, adherente y morfológicamente perfecto de una capa monofásica, estaba en equilibrio químico local con el oxidante en la interfaz gas/óxido y con el metal en la interfaz metal/óxido. Se asumió que la velocidad de crecimiento del óxido estaba controlada por la difusión independiente de iones más electrones a través del óxido, con una oxidación del metal (pérdida de electrones) en la interfaz metal/óxido y la reducción del oxidante (ganancia de electrones) en la Interfaz óxido/oxidante. En cada sitio dentro del óxido, se supuso que existía un equilibrio entre los iones, los electrones y el metal oxidante con actividades termodinámicas locales. Finalmente, se suministraron cationes y aniones para una difusión simultánea sobre sus defectos puntuales individuales en el óxido, pero se consideró que el crecimiento del óxido (extensión de la red) ocurría sólo en las interfaces metal/óxido y óxido/oxidante [27].

Esta teoría toma en cuenta las siguientes consideraciones:

1. Inicialmente se forma una capa muy delgada de óxido la cual es compacta y está perfectamente adherida al sustrato que lo contiene.
2. La migración de los iones o electrones a través de la capa es el mecanismo que controla el proceso
3. Todo se encuentra en equilibrio termodinámico perfecto, las interfaces metal-óxido y óxido-gas.
4. El óxido muestra sólo una pequeña desviación de la estequiometría, entonces, el flujo iónico es independiente de la posición dentro de la capa.
5. El equilibrio termodinámico es establecido localmente a través de la capa.
6. El espesor del óxido es en comparación con las distancias a las que los efectos de carga espacial se producen (doble capa eléctrica).
7. La solubilidad del oxígeno en el metal es despreciada [28]

3.13. Múltiples Capas de Óxido.

Un metal que se oxida a más de una valencia formará una serie de óxidos, generalmente en capas separadas. Por ejemplo, el hierro a altas temperaturas, con valencias de +2, +3, se oxida a una capa interna de FeO , una capa intermedia de Fe_3O_4 (en realidad $FeO \cdot Fe_2O_3$) y una capa externa de Fe_2O_3 . El metal más rico en óxido está siempre seguido del metal, con capas externas sucesivamente más bajas en metal y más altas en oxígeno [24].

La oxidación a altas temperaturas es muy compleja debido a que pueden generarse diversos óxidos como:

Wustita, FeO : el más bajo de los óxidos tiene una red cúbica de tipo $NaCl$ formada por empaquetamiento de iones de óxido relativamente grandes con los iones de hierro más pequeños dispuestos en los intersticios. Su rango de existencia en el diagrama de fase es muy amplio para un material iónico de este tipo y no parece incluir la composición estequiométrica FeO [26].

Magnetita Fe_3O_4 : tiene la estructura de espinela (en la estructura de espinela los átomos de oxígeno forman una red cúbica de empaquetamiento compacto y los iones metálicos ocupan ambos sitios tetraédricos y octaédricos, y la celda unitaria consiste de 32 sitios octaédricos y 64 tetraédricos).

Hematita Fe_2O_3 : tiene la estructura de corundum (para recordar a los lectores, esta estructura se considera que los iones oxígeno forman una red hexagonal de empaquetamiento compacto con los átomos trivalentes M ocupando 2/3 de los sitios octaédricos, ver Figura 11) [29].

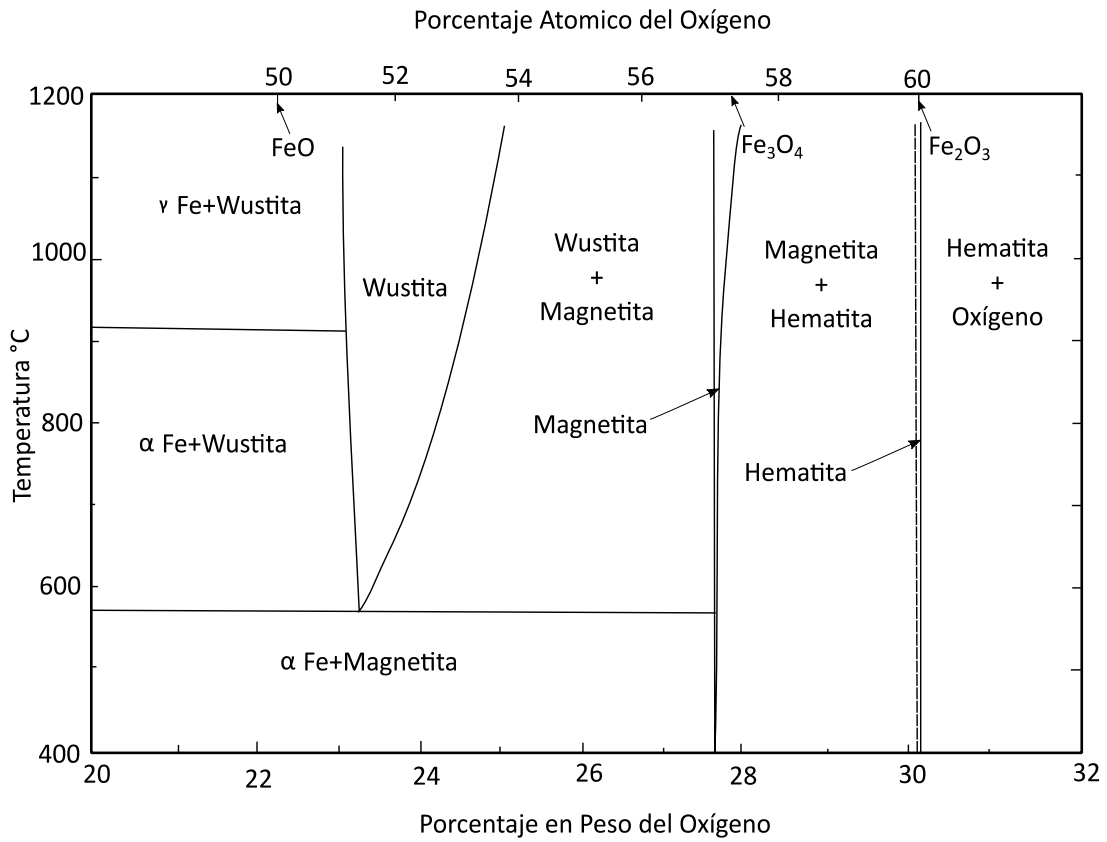


Figura 11.-Diagrama Fe-O [26].

3.14. Cinética de Oxidación

3.14.1. Oxidación Lineal

El óxido no protege la superficie del metal, la oxidación se controla mediante reacción y no disminuye con el tiempo. La relación Pilling-Bedworth puede ser inferior a 1, el óxido puede vaporizarse, fundirse, o las tensiones pueden hacer que el óxido se astille o se agriete. La tasa de oxidación es entonces constante (3.27).

$$\frac{dx}{dt} = K_L \quad (3.27)$$

Donde x es la masa o grosor del óxido, t es el tiempo, y K_L es la constante de velocidad lineal, que depende del óxido formado, la composición, presión del gas, y la temperatura. Cuando esta ecuación se integra se convierte en (3.28):

$$x = K_L t \quad (3.28)$$

Si K_L es constante la masa de óxido formada aumenta linealmente con el tiempo y se representaría como una línea en la Figura 12.

3.14.2. Logarítmica y Velocidad de Reacción Logarítmica Inversa

Para espesores de hasta 100 nanómetros, las películas protectoras de óxido que se forman a bajas temperaturas seguirán ecuaciones cinéticas logarítmicas o logarítmicas inversas. El paso controlante de velocidad de formación de óxido, es el transporte de iones o electrones a través de la película en presencia de un fuerte campo eléctrico. La ecuación logarítmica resultante se presenta en (3.29):

$$x = K_e \log(at + 1) \quad (3.29)$$

Donde K_e y a son constantes elegidas para ajustarse a los datos experimentales de la manera más exacta posible y t es el tiempo. La ecuación logarítmica inversa del proceso de oxidación se escribe en (3.30).

$$\frac{1}{x} b - k_i \log(t) \quad (3.30)$$

Donde b y k_i son constantes experimentales que se pueden elegir, para que coincidan bastante las curvas logarítmicas, con las películas delgadas que se forman en las primeras etapas de oxidación, las diferencias entre las dos ecuaciones son casi indetectables experimentalmente, Figura 12.

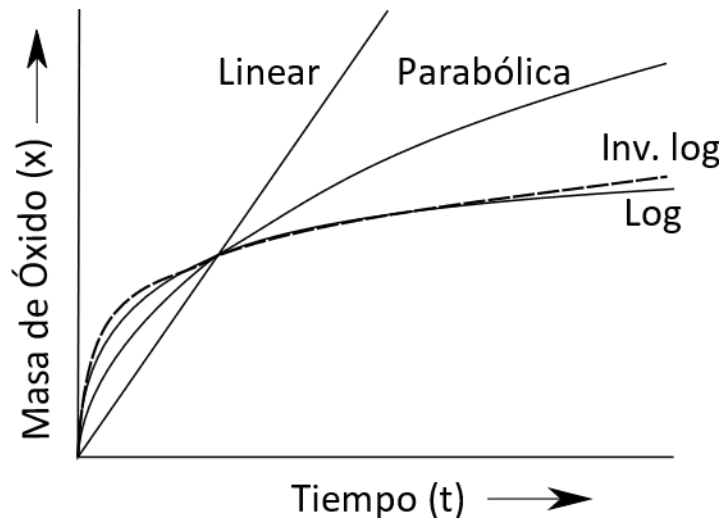


Figura 12.- Cinética de oxidación linear, parabólica, logarítmicas e inversas logarítmicas, dibujadas de modo que todas hayan producido la misma cantidad de óxido después de un período de tiempo inicial [24].

3.14.3. Cinética Parabólica

Las escamas protectoras (capas de óxido más gruesas de entre 100 y 200 nanómetros), generalmente obedecen la ley de crecimiento parabólico y describe la situación común en la que la oxidación se controla por difusión iónica a través de una capa compacta de barrera de óxido. A medida que el óxido se vuelve más grueso, la distancia de difusión aumenta y ralentiza la cinética de oxidación ya que la velocidad de difusión es inversamente proporcional al espesor del óxido (ver ecuación 3.31).

$$\frac{dx}{dt} = K_p / x \quad (3.31)$$

Cuando la ecuación (3.31) se integra se obtiene:

$$x^2 = 2K_p t \quad (3.32)$$

Donde x puede ser el aumento en el espesor del óxido o la masa durante el tiempo t , y k_p es la constante de velocidad parabólica. La curva de difusión parabólica en la Figura 12, muestra cómo la oxidación se ralentiza gradualmente con el tiempo a medida que la escama protectora de óxido se espesa [24].

3.15. Antecedentes del Procesamiento Digital de Imágenes.

Una de las primeras aplicaciones de las imágenes digitales se dio en la industria del periódico cuando se enviaron fotografías a través de cable submarino entre Londres y Nueva York, en la primera década de los veinte. El sistema Bartlane tomaba cerca de tres horas y constaba de un equipo de impresión especializado que codificaba las fotografías para su envío por cable y las reconstruía del otro lado. Esta técnica se abandonó rápidamente, favoreciendo otro tipo de reproducción fotográfica basada en cintas que se perforaban en la terminal telegráfica receptora.

Las primeras computadoras suficientemente potentes para desarrollar tareas de PDI significativas aparecieron en los comienzos de los sesentas, junto con el programa espacial estadounidense. A partir de los años sesenta y con el desarrollo de las computadoras, el PDI ha avanzado a pasos impresionantes y sus algoritmos se empezaron a utilizar en un amplio rango de aplicaciones [30].

3.15.1. La Imagen Digital

Desde un punto de vista físico, una imagen puede considerarse como un objeto plano cuya intensidad luminosa y color puede variar de un punto a otro. Si se trata de imágenes monocromas (blanco y negro), se pueden representar como una función continua $f(x,y)$ donde (x,y) son sus coordenadas y el valor de f es proporcional a la intensidad luminosa (nivel de gris) en ese punto. Para obtener una imagen que pueda ser tratada por el ordenador es preciso someter la función $f(x,y)$ a un proceso de discretización tanto en las coordenadas como en la intensidad, a este proceso se le denomina digitalización. La digitalización consiste en la descomposición de la imagen en una matriz de $M \times M$ puntos, donde cada uno tiene un valor proporcional a su nivel de gris. Dado que este valor puede ser cualquiera dentro de un rango continuo, es preciso dividir dicho rango en una serie de k intervalos, de forma que el nivel de gris de cada punto sea asignado a uno de los valores que representa dicho intervalo. Los modernos sistemas de proceso digital de imágenes suelen trabajar con 256 niveles de gris.

Cada elemento en que se divide la imagen recibe el nombre de "píxel" (picture element). El número de niveles de gris y las dimensiones de la matriz (número de filas por número de columnas) nos condicionan la capacidad de resolución de la imagen digital. En el caso de imágenes en color la intensidad puede considerarse como un vector tridimensional cuyas componentes son las intensidades en las tres bandas espectrales: rojo, verde y azul. Hablándose en este caso de una imagen multibanda,

puesto que la información de la imagen color se desglosa en tres imágenes correspondientes a cada una de las bandas del espectro visible. Para cada una de las bandas se utilizan 8 bits de información, 24 bits en total, lo que nos dan más de 16 millones de posibles combinaciones de colores. Las dimensiones de las imágenes digitales varían en función de las capacidades del sistema empleado. Por lo general se utiliza un octeto para almacenar cada píxel, por lo que las intensidades de las imágenes se cuantifican en 256 niveles (8 bits). Según estos tamaños una imagen digital con 256 niveles de gris y una dimensión de 256 x 256 píxeles, ocupa 64 KB de memoria, la misma imagen con una dimensión de 512 x 512 píxeles ocupa 256 KB y si se trata de una imagen de 1024 x 1024 ocupa 1 MB de memoria. Esta misma imagen en color (3 bandas), necesitaría 3MB de memoria para ser almacenada [31].

Algunas de las aplicaciones del Procesamiento Digital de Imágenes (PDI) se encuentran por ejemplo la cartografía, sistemas de información geográfica (SIG), Metalurgia, imágenes médicas, microscopía, percepción remota, astronomía, lectura de documentos etc., [32].

3.16. Análisis de Imágenes.

El procesamiento digital de imágenes ha adquirido un papel importante en el desarrollo de tecnologías de la información y cómputo, además de la utilidad que se da a diferentes áreas para la obtención de información, como por ejemplo conteo, medición, reconocimiento, tamaño, forma, densidad etc.

Al conjunto de técnicas y procesos para descubrir o hacer resaltar información contenida en una imagen usando como herramienta principal una computadora se le conoce como procesamiento digital de imágenes (*PDI*). Hoy en día, el *PDI* es un área de investigación muy específica en computación y está muy relacionada con el procesamiento digital de señales. Esta relación estriba en el hecho de que en esencia el *PDI* es una forma muy especial del procesamiento digital de señales en dos o tres dimensiones.

El interés en el estudio del *PDI* se basa en dos áreas de aplicación primordiales:

a) El mejoramiento de la calidad de la información contenida en una imagen con el fin de que esta información pueda ser interpretada.

b) El procesamiento de los datos contenidos en un escenario a través de una máquina de percepción autónoma [31-32].

CAPÍTULO III

METODOLOGÍA

4. Desarrollo Experimental

En la Figura 13 se presenta el ciclo de validación para estudiar los coeficientes de difusión y la energía de activación del fenómeno.

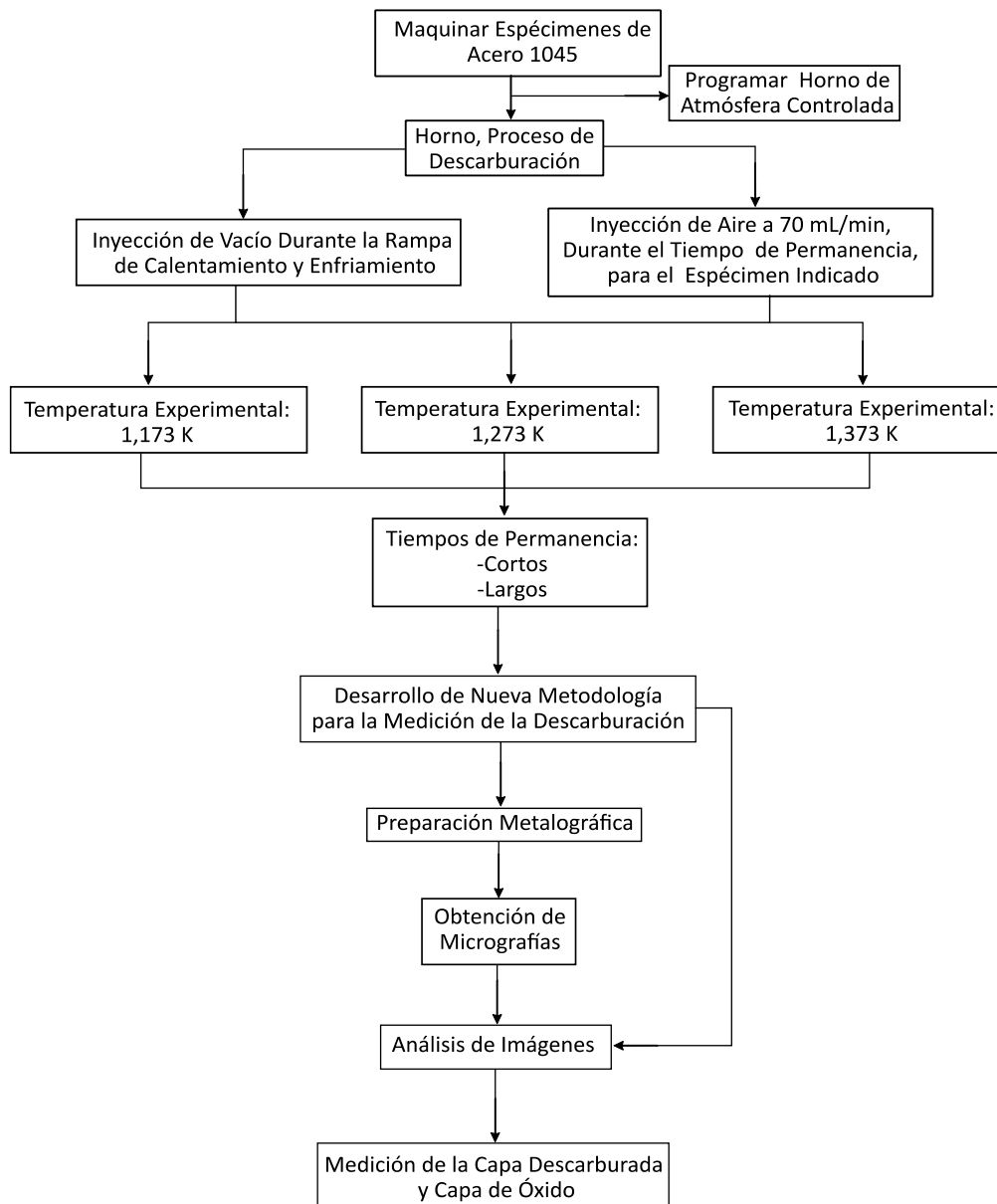


Figura 13.- Ciclo de validación del modelo para estudiar la descarburización y la cinética de crecimiento de óxido.



Figura 14.- Espécimen de Acero AISI-SAE 1045 maquinado en torno.

La preparación de las muestras se ejecutó de acuerdo con la Norma ASTM E 3 que se puede consultar en el apartado Anexos (7.1), La preparación inicia por el maquinado de los especímenes con dimensiones de 4 cm de longitud y 1.27 cm de diámetro, posteriormente se mecanizó toda la superficie externa con la finalidad de eliminar la oxidación en su superficie, Figura 14.

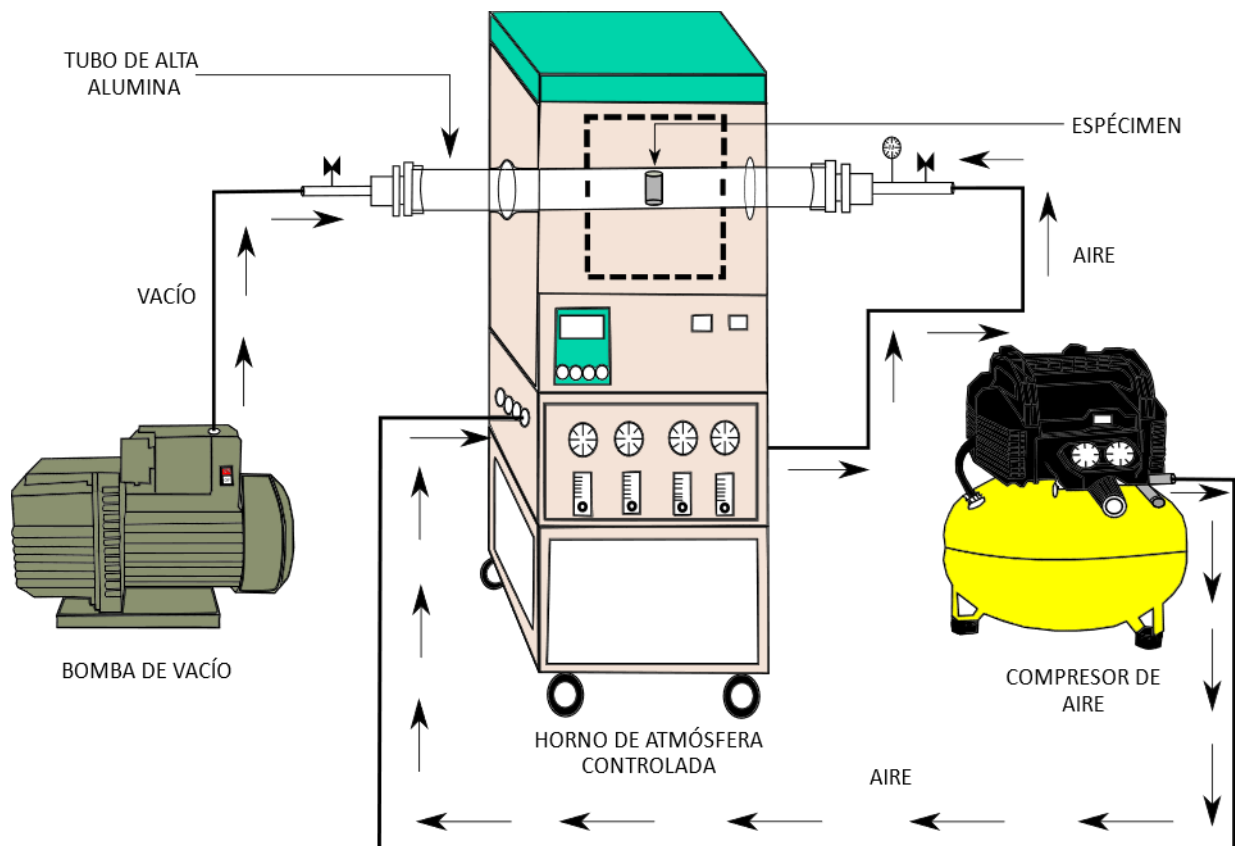


Figura 15.- Sistema Experimental.

El sistema experimental que se utilizó para llevar a cabo la descarburación quedó representado en la Figura 15. Como se puede apreciar en la figura el sistema consta de una bomba para generar vacío y evitar la presencia de Oxígeno durante el calentamiento y enfriamiento, un horno de atmósfera controlada con control de temperatura y tiempos de permanencia de los especímenes, un compresor de aire para suministrar aire hacia el interior del horno.

La matriz experimental consta de tiempos cortos y largos de oxidación de las probetas, un total de 21 experimentos se realizó por duplicado y de forma aleatoria como lo indica la estadística experimental ver Anexo (10.3), haciendo una experimentación por día (ver Figura 16).

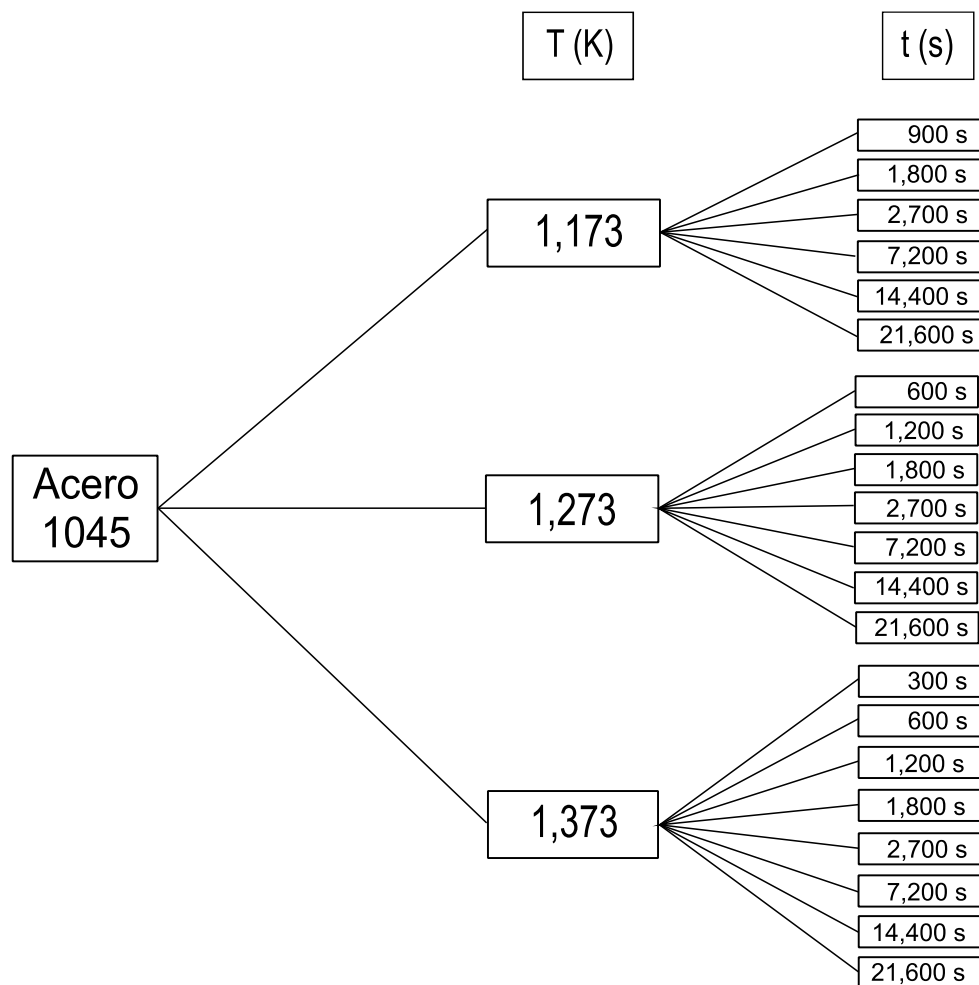


Figura 16.- Diagrama de árbol de las condiciones experimentales sometidas a las probetas con horno de atmósfera controlada, los experimentos se replicaron por duplicado.

A continuación, en la Figura 17, se muestran la rampa de calentamiento de 6 probetas para 6 experimentos, se calentaron los especímenes durante 1 hora y 30 minutos hasta los 1,173K en vacío, posteriormente se mantuvieron con un flujo de aire con 21% de oxígeno en los tiempos que se mencionan en la Figura 16, finalmente se enfriaron con una atmósfera al vacío.

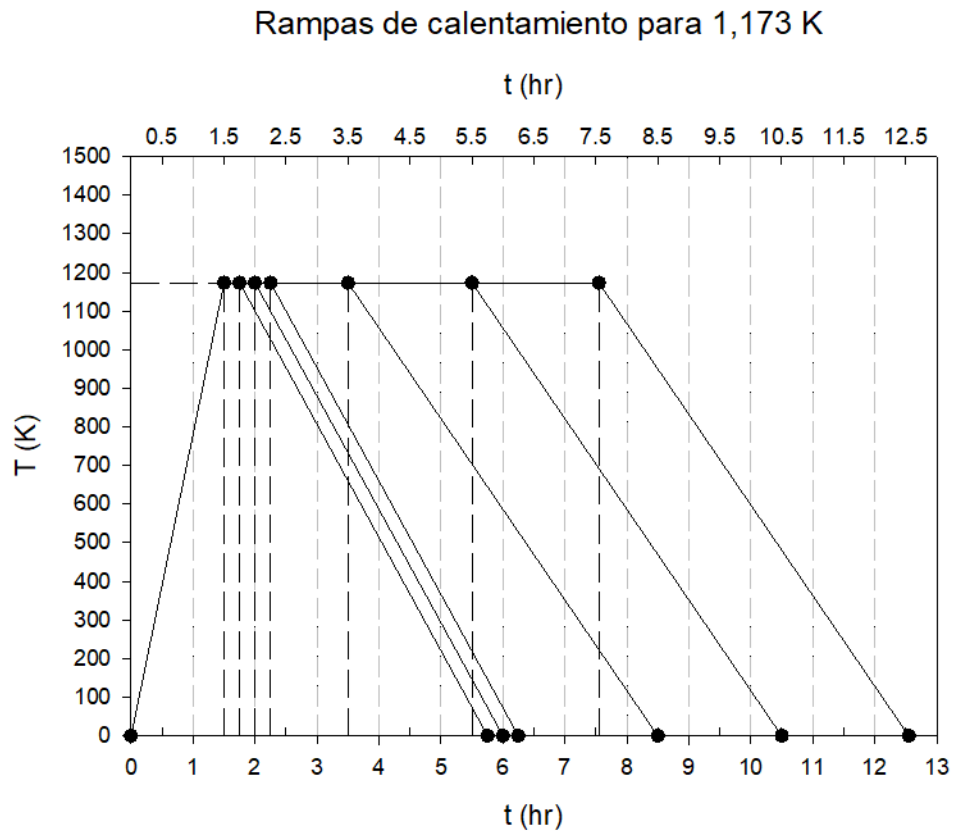


Figura 17.- Seis tiempos de permanencia de probetas metálicas experimentales a temperatura isotérmica de 1,173K.

En la Figura 18 se muestra las rampas de calentamiento de 7 probetas para 7 experimentos los especímenes permanecieron durante 1 hora y 40 minutos hasta los 1,273K, en vacío, posteriormente se mantuvieron con un flujo de aire con 21% de oxígeno en los tiempos que se mencionan en la Figura 16, finalmente se enfriaron en el interior del horno con una atmósfera al vacío.

Rampas de calentamiento para 1,273 K

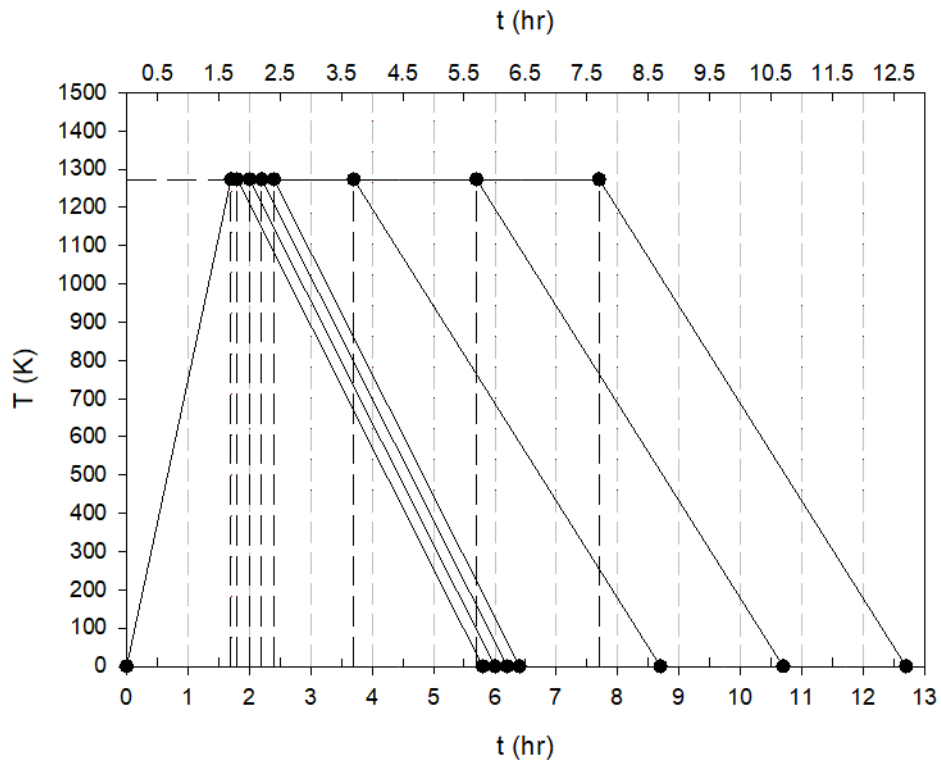


Figura 18.- Siete tiempos de permanencia de probetas metálicas experimentales a temperatura isotérmica de 1,273K.

Para la temperatura de 1,373K Figura 19, se realizaron 8 experimentos por separado, los especímenes permanecieron durante 1 hora y 50 minutos bajo condiciones de vacío, posteriormente fueron expuestas a un flujo de aire con 21% de oxígeno en tiempos que se establecen en la Figura 16 para, finalmente, se enfriaron en el interior del horno hasta temperatura ambiente en atmósfera de vacío.

Rampas de calentamiento para 1,373 K

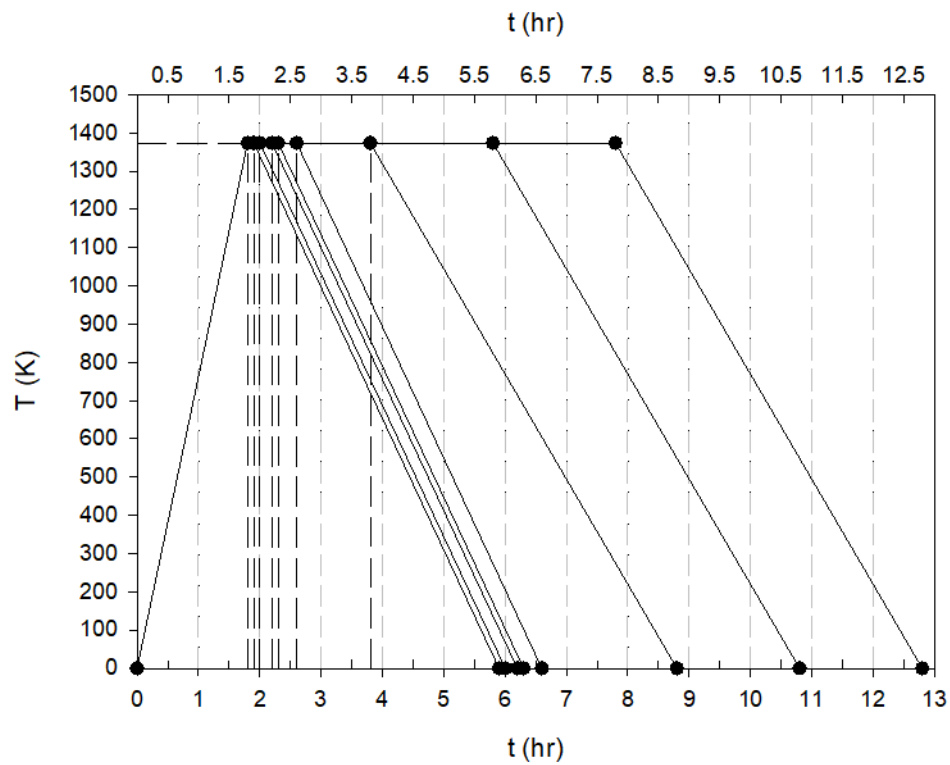


Figura 19 Ocho tiempos de permanencia de probetas metálicas experimentales a temperatura isotérmica de 1,373K.

4.1. Preparación de Reactivo Químico

Nital 2.- Es uno de los reactivos más comunes para revelar la microestructura del acero, su forma de preparación consta de una solución de ácido nítrico al 2% en volumen en alcohol etílico y para su preparación se recomienda el uso de pipetas, tal y como se muestra en la, Figura 20.

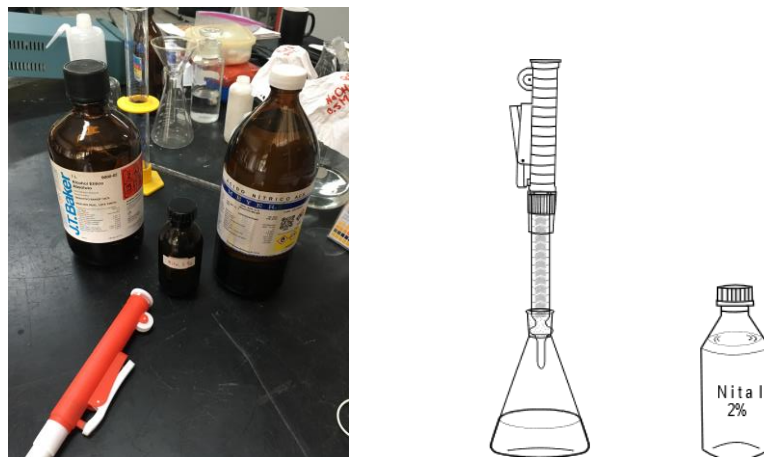


Figura 20.- Preparación de Nital al 2%

4.2. Corte del Espécimen

El corte de los especímenes se realizó de forma transversal, es decir por la mitad, tal como se aprecia en la Figura 21, se recomienda utilizar una cortadora con disco de carburo de silicio e inyección de refrigerante para evitar el calentamiento y transformación microestructural de las probetas. En la Figura 21 se aprecia la cortadora de la marca Struers que se encuentra en las instalaciones del posgrado en Ciencias en Metalurgia.



Figura 21.- Cortadora y espécimen montado en frío.

4.3. Montaje de los Especímenes en Frío y Caliente

Una vez que las muestras metálicas fueron expuestas a las temperaturas experimentales en presencia de flujos de aire, para su descarburación, los especímenes de acero AISI-SAE 1045 se montaron en resina en frío, con la finalidad de mantener encapsulada la capa de óxido que creció durante el tratamiento térmico. Para poner la resina en frío, los especímenes se colocaron en un molde al cual se le vació el acrílico y el catalizador mezclado (ver Figura 22). Posteriormente, se hizo un corte a la mitad del espécimen, una mitad fue destinada para el análisis de la capa de óxido y la otra mitad se desmontó de la resina para eliminar la capa de óxido y hacer una segunda preparación. Para la segunda preparación de probetas, se utilizó una montadora marca Struers con baquelita, la cual es una resina termoendurecible. Se aplicó presión y temperatura para lograr la consistencia de la (Figura 22-c).

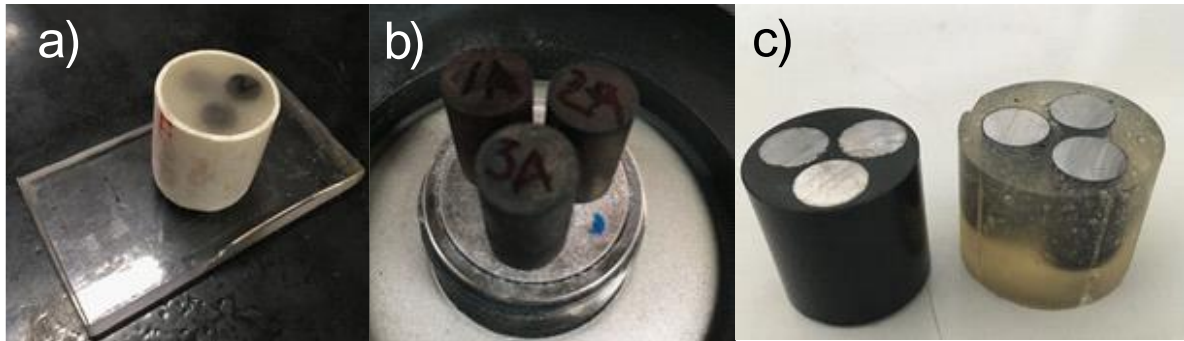


Figura 22.- a) Montaje de los especímenes en frío, b) montaje en caliente, c) montaje en baquelita y montaje en acrílico.

4.4. Desbaste de Acero

El desbaste de las probetas montadas en baquelita se hizo con lijas de carburo de silicio, realizando un giro de 90 grados cada vez que se cambió la malla de la lija. El proceso consistió en poner la lija en una superficie plana, limpia y con una corriente de agua, para evitar que el material sólido que haya sido desprendido del espécimen sea arrastrado por el fluido y no raye la superficie metálica. Se hizo desbaste grosero con lijas de los números: 80, 180 y 240, con el objetivo de mantener una superficie plana, el desbaste intermedio con las lijas: 320, y 400, y 600 y el desbaste final con las lijas: 800, 1000, 1200, 1500 y 2000 para dar un acabado fino.

4.5. Pulido de los Especímenes

Este procedimiento de pulido se llevó a cabo con un equipo DAP-U Struers, un disco con paño y alúmina de 3 micrómetros. Primeramente, se humedeció el paño con agua, después se le añadió alúmina de 3 micrómetros y se le aplicó una presión moderada al espécimen en contra del paño y en dirección contraria al giro del disco, hasta obtener una superficie tipo espejo y sin ninguna rayadura (ver Figura 23).

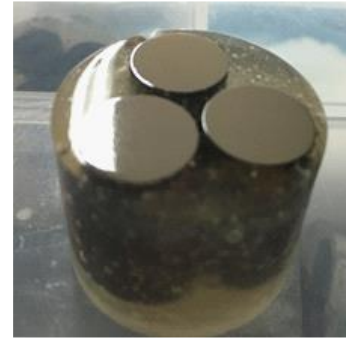
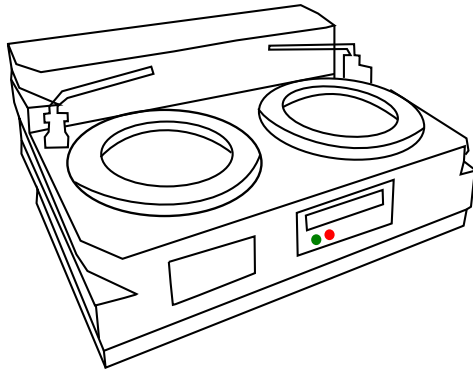


Figura 23.- Pulidora Struers y espécimen pulido a espejo necesario para el ataque químico.

4.6. Condiciones de Ataque Químico

El ataque químico se realizó con la solución nital al 2% sobre las superficies metálicas expuestas del montaje de baquelita (ver Figura 24). La exposición del ataque químico al acero AISI-SAE 1045 debe ser de 20 segundos, con una agitación suave con el nital al 2%, para revelar la microestructura presente, sin quemar la superficie.

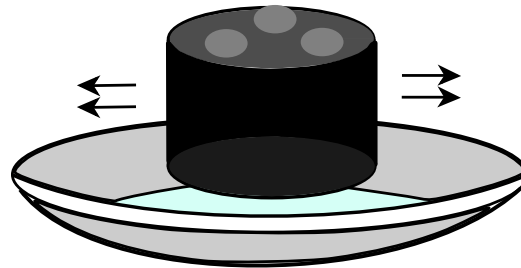


Figura 24.- Ataque con nital al 2%.

Después del tiempo de ataque la probeta de baquelita debe ser expuesta a un chorro directo de agua, seguido de un baño alcohol en la tapa donde están expuestas las caras metálicas bajo estudio y un secado con aire y algodón.

4.7. Análisis Metalográfico

Con la estructura revelada en el ataque químico, se realizó una inspección con un microscopio óptico y una cámara de 5 Megapíxeles (*Axiocam ERc 5s*) ambos de la marca Carl Zeiss. Las muestras atacadas se observaron a 5X, como se muestra en el apartado Anexos (7.4).

4.8. Nueva Metodología para la Medición de la Descarburación Total con Herramientas de Análisis de Imágenes

Para llevar a cabo esta metodología fue necesario documentarse sobre la norma ASTM E 1077 que se encuentra en el apartado Anexos (7.2), para poder comprender cómo se ejecuta la medición, y ver las posibilidades que hay para mejorar apegándose a la norma.

Se usó el software (Fiji) [33], que permitió analizar de forma minuciosa las micrografías de descarburación, hasta obtener una imagen binaria (blanco y negro). Para complementar la metodología se elaboró un algoritmo en java para agilizar la medición de la zona descarburada, esta metodología nos proporcionó 2,500 mediciones aproximadamente por micrografía. Para este trabajo se consideró 4 micrografías por espécimen, tomadas en diferentes zonas representativas del fenómeno, esto tuvo como resultado un total de 10,000 mediciones aproximadamente. A continuación, se presenta la descripción para la medición.

4.8.1. Creación de Máscara (create mask)

Primero se abrió la micrografía en el software Fiji, Figura 25.

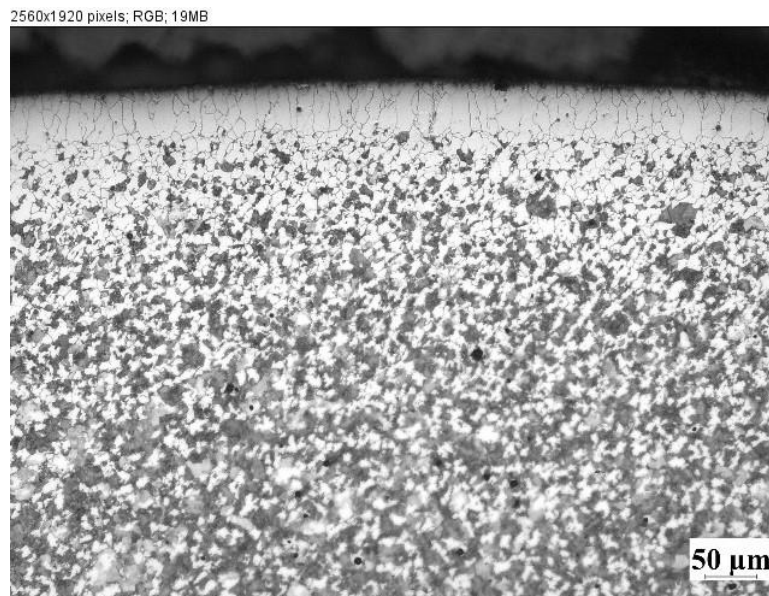


Figura 25. Micrografía acero AISI-SAE 1045 1,173K, 7, 200 s., 10x.

Fue de vital importancia ajustar el brillo y contraste de las micrografías para facilitar los detalles que se encuentran en la imagen, esto se realizó utilizando la opción **Imagen (Image)** en donde cuenta con el complemento de ajuste automático de brillo y contraste.

Utilizamos la herramienta **Segmented line (Línea Segmentada)**, que es un complemento de la herramienta **Straight (recta)**, que sirve para seleccionar la zona descarburada. Posee un complemento de tolerancia que permite agrandar la zona como se muestra en la Figura 26.

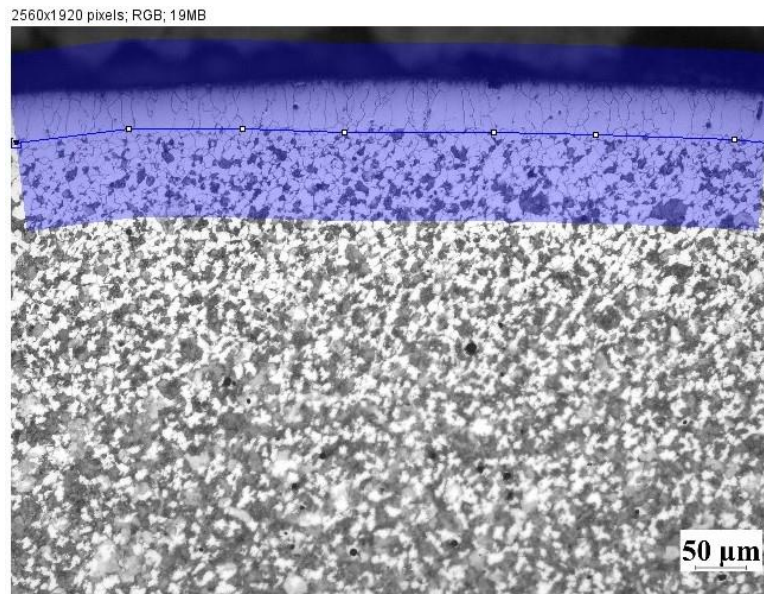


Figura 26.- Detección de zona descarburada con herramienta segmented line.

Con la opción **Straigten (Enderezar)** se hizo un recorte de la zona de interés, ver Figura 27. La cual es un complemento de la opción **Edit (Editar)**, su función primordial como su nombre lo dice es enderezar la imagen de micrografías que se tomaron de especímenes de secciones circulares.

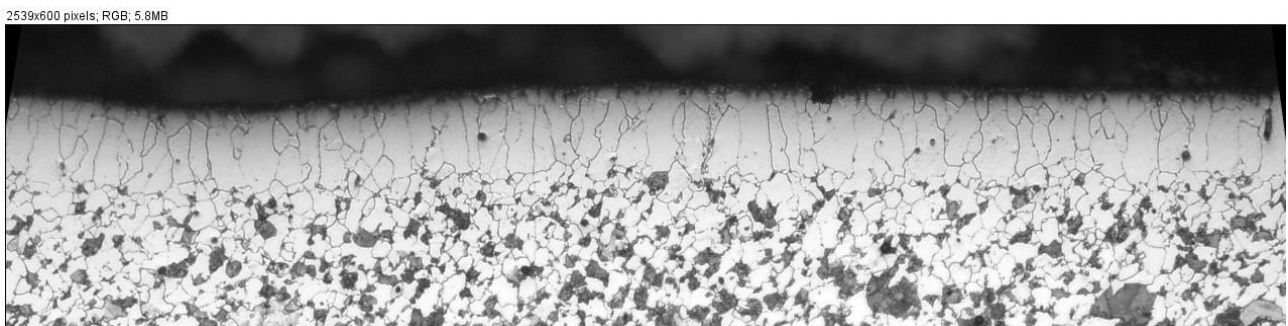


Figura 27.- Zona descarburada enderezada.

Seguido de lo anterior, se le aplicó a la imagen, un filtro (**Filters>>Median**) Figura 28; para sacarla de foco y así facilitar la función de la opción de segmentación (**Segmentation>>Statiscal Region Merging**), Figura 29.

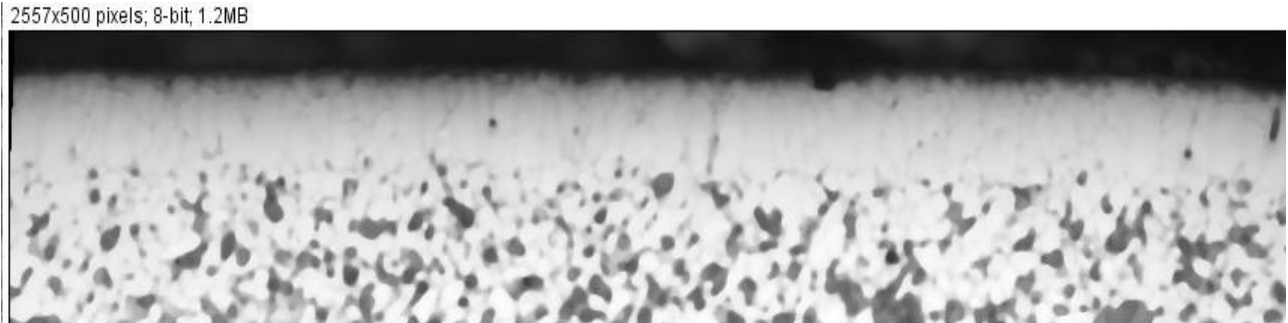


Figura 28.- Micrografía con filtro.

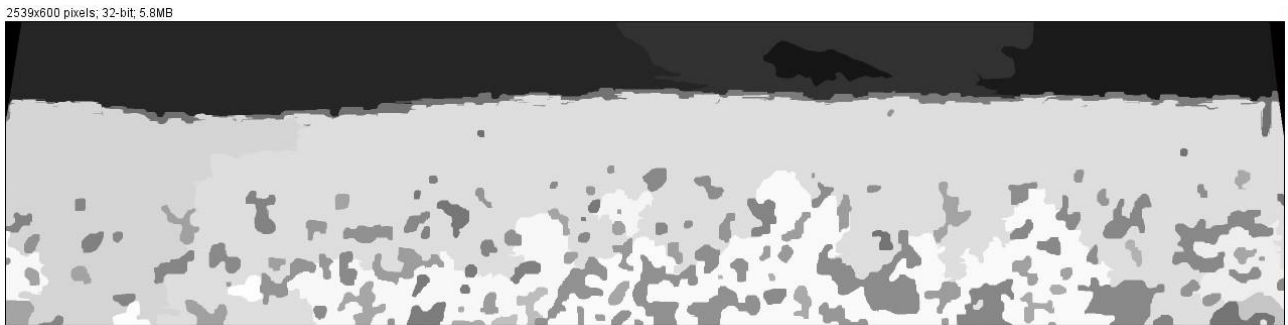


Figura 29.- Zona descarbura segmentada.

Luego se seleccionó la zona que representa la descarbicación, con una herramienta de trazado **Wand tracing tool**, ver Figura 30.

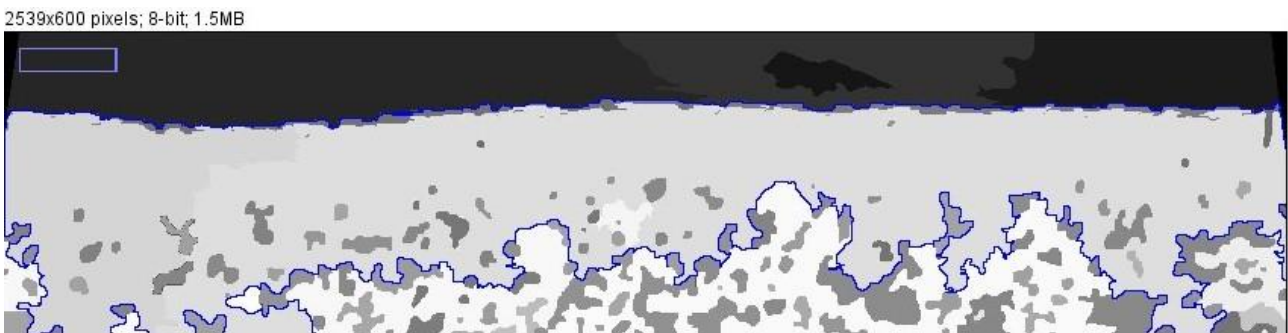


Figura 30.- Selección de la zona segmentada.

Enseguida se utiliza la secuencia **Edit>>Selection>>Create Mask** ver Figura 31.

2539x600 pixels; 8-bit (inverting LUT); 1.5MB

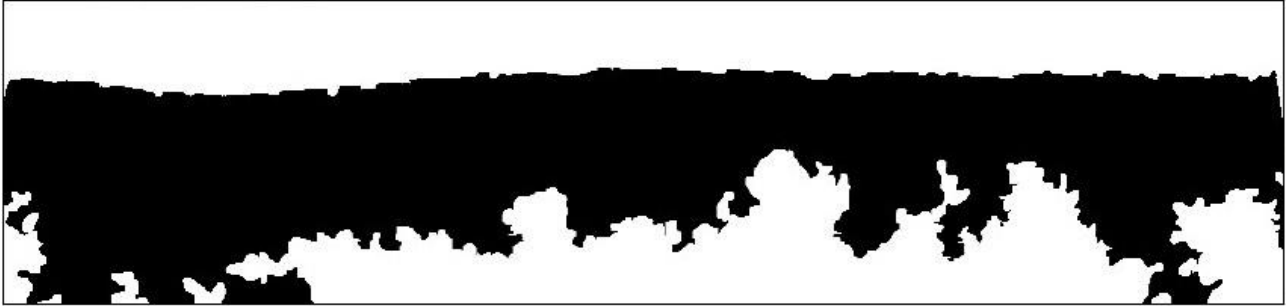


Figura 31.- Máscara de la zona segmentada.

A continuación, sin haber cerrado la imagen anterior, se utilizó la opción **Create selection** (Crear selección) que se encuentra en la opción de **Edit** (editar), **Selection** (Selección) para conseguir una imagen como la Figura 32 en donde se puede apreciar un contorno azul sobre la zona oscura.

2539x600 pixels; 8-bit (inverting LUT); 1.5MB

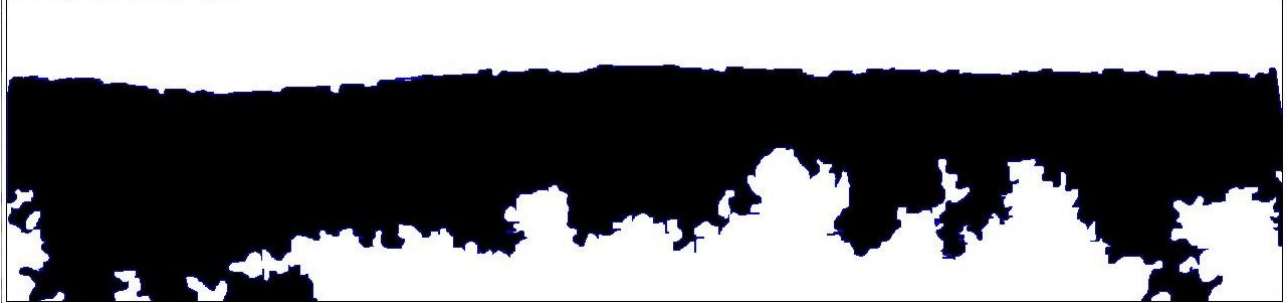


Figura 32.- Selección de la zona segmentada.

Hecho el procedimiento anterior se usó la imagen enderezada Figura 27, y se pulsó el comando CTRL+SHIFT+E, en la imagen. Esta acción permite observar que la zona concuerde con lo que es convincente, Figura 33.

2539x600 pixels; RGB; 5.8MB

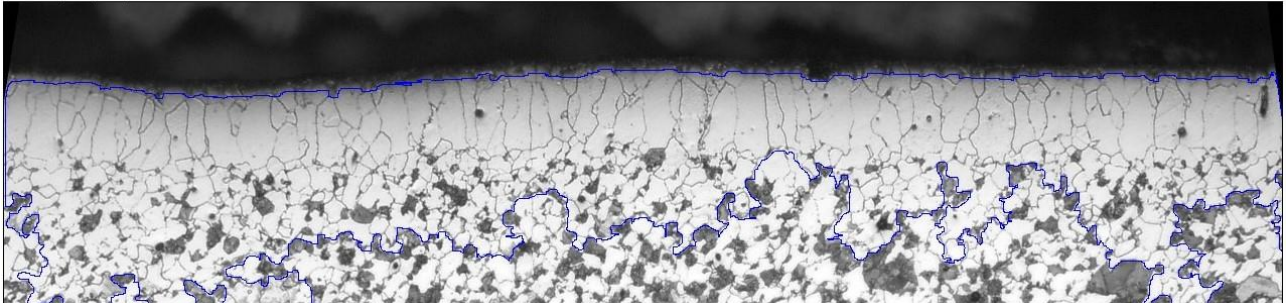


Figura 33.- Traslape de la selección de zona segmentada en la micrografía original.

Como se puede apreciar en la Figura 33, la zona superior de la descarburación (orilla), no quedó seleccionada debido a que se encuentra en una zona muy oscura, y por consiguiente se dificulta su detección, por ello muy importante, el proceso anterior.

Para solucionar el problema se utilizó la herramienta **elliptical selection** (selección elíptica), se activó la casilla de habilitar **Enable selection brush** (pincel de selección) y en **size** (número), se determinó que el más convincente en este caso fue 50. Como se ve en la Figura 34, se presionó el botón izquierdo del mouse por dentro de la zona descarburada, sin soltar para no interrumpir la acción.

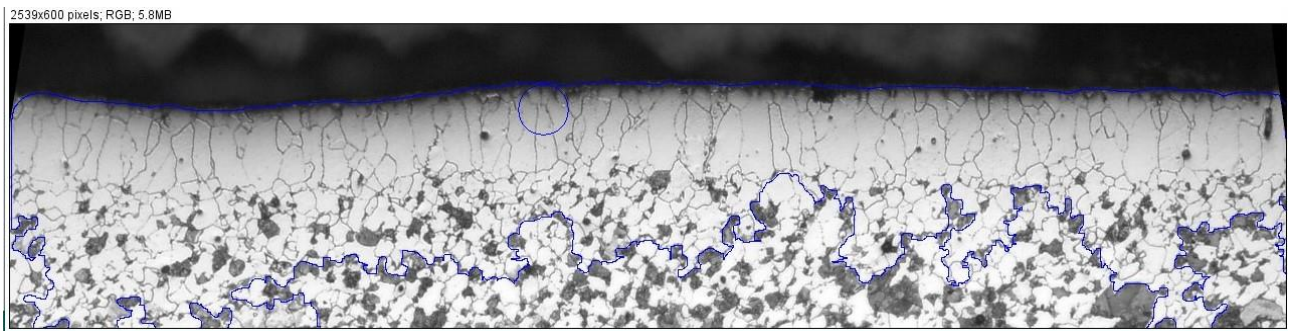


Figura 34.- Ajuste de la zona descarburada, herramienta selección elíptica.

Habiendo hecho las correcciones necesarias, se utilizó la opción de **Edit** (Editar), seguido de la opción **Selection** (Selección) y se finalizó con **Create Mask** (Crear Máscara), Figura 35.



Figura 35.- Mascara final, sistema binario.

Se guardó la máscara final como imagen para su análisis final, para terminar la metodología, se utilizó la imagen máscara final Figura 35, se delimitó con la herramienta **Rectangle** (rectángulo) se accionó el botón izquierdo del mouse, y sin soltar hasta cubrir toda la zona descarburada (zona oscura), cómo se puede ver en la Figura 36.

2539x600 pixels; 8-bit (inverting LUT); 1.5MB

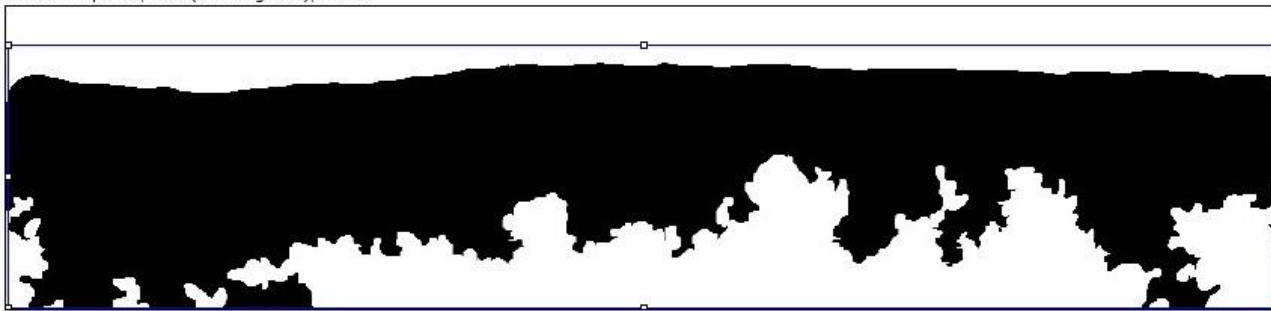


Figura 36.- Selección de la zona descarburada (obscura).

Para finalizar este proceso de medición se usó la herramienta **plugins** (complementos) seguido de la opción macros, seleccionamos la opción **Run** (ejecutar) y permitió buscar el plugin creado. Se seleccionó el plugin, y con esta operación final se ejecutó en automático, arrojó una tabla con todas las mediciones hechas Figura 37 y una gráfica con el comportamiento de los datos Figura 38.

File	Edit	Font	Results
	Label	Position	Thickness
2520	Reslice of Mask	2520	78.841
2521	Reslice of Mask	2521	75.652
2522	Reslice of Mask	2522	75.362
2523	Reslice of Mask	2523	75.072
2524	Reslice of Mask	2524	75.652
2525	Reslice of Mask	2525	78.261
2526	Reslice of Mask	2526	77.971
2527	Reslice of Mask	2527	77.971
2528	Reslice of Mask	2528	85.797
2529	Reslice of Mask	2529	88.986
2530	Reslice of Mask	2530	88.696
2531	Reslice of Mask	2531	90.145
2532	Reslice of Mask	2532	88.696
2533	Mean	1266.500	95.694
2534	SD	731.070	20.034
2535	Min	1	52.174
2536	Max	2532	132.464

Figura 37.- Tabla de resultados de las mediciones hechas por el plugin.

En la opción de **File** (archivo) nos permitió guardar nuestras mediciones en formato .xls.

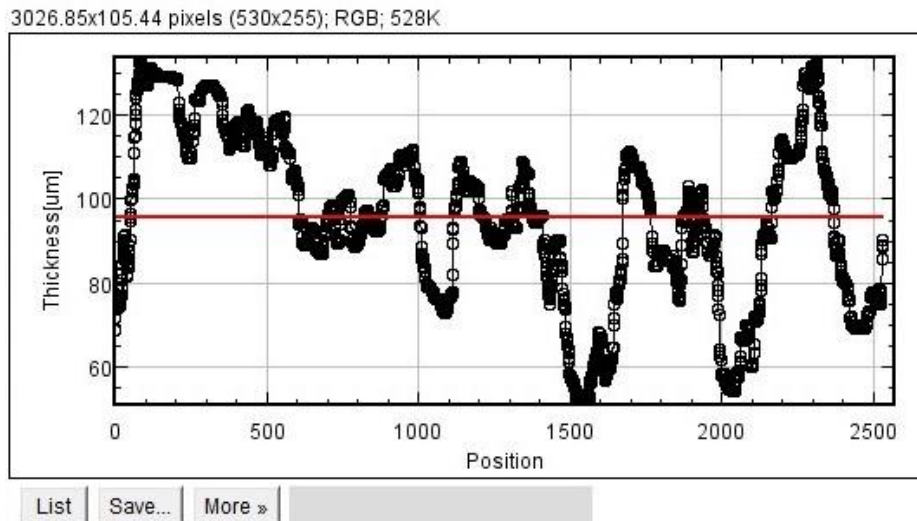


Figura 38.- Gráfica del comportamiento de las mediciones realizadas.

En cuanto a la medición de la capa de óxido (Cascarilla) se utilizó la misma metodología antes mencionada.

4.9. Separación de Zona Descarburada Total en Completa y Parcial

Para fines más rigurosos donde el sector industrial requiere análisis más sofisticados por parte de los laboratorios de calidad, en donde esta metodología está pensada y apegada a la norma ASTM E 1077, se realizó un proceso para poder analizar las zonas por separado como se muestra a continuación.

De la Figura 35 máscara final en binario, se creó una copia de la imagen y se guardó, a continuación, se abrió la copia de la imagen en Fiji, se delimitó toda el área que representa la descarburación con la herramienta **Rectangle** (rectángulo), con la opción **Cut** (cortar) que se encuentra en **Edit** (Editar), se eliminó toda la zona dejando una interfaz vacía como se muestra en Figura 39.

2539x600 pixels; 8-bit; 1.5MB



Figura 39.- Interfaz sin información.

Ahora bien, se abrió la imagen de la Figura 35 mascara final en binario, mediante la herramienta **Rectangle** (rectángulo) se selecciona la zona descarburada parcial como se ve en la Figura 40. Se utilizó la herramienta **Cut** (cortar), Figura 41.

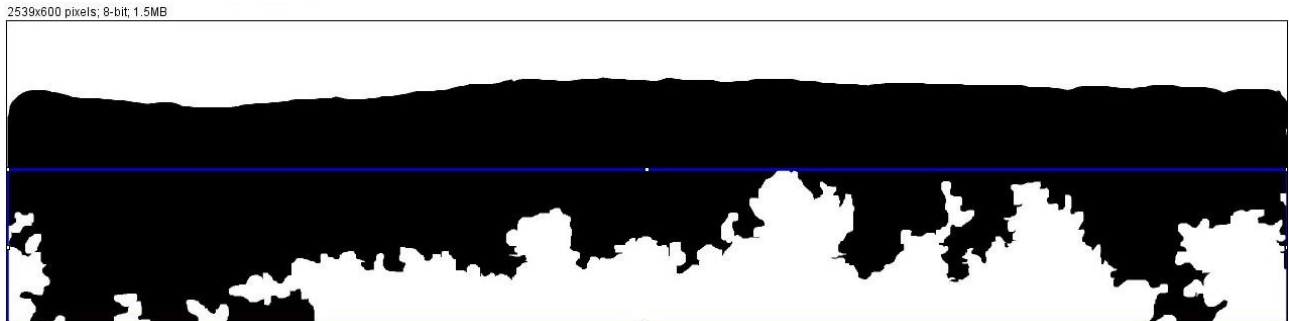


Figura 40.- Selección de la zona descarburada parcial.

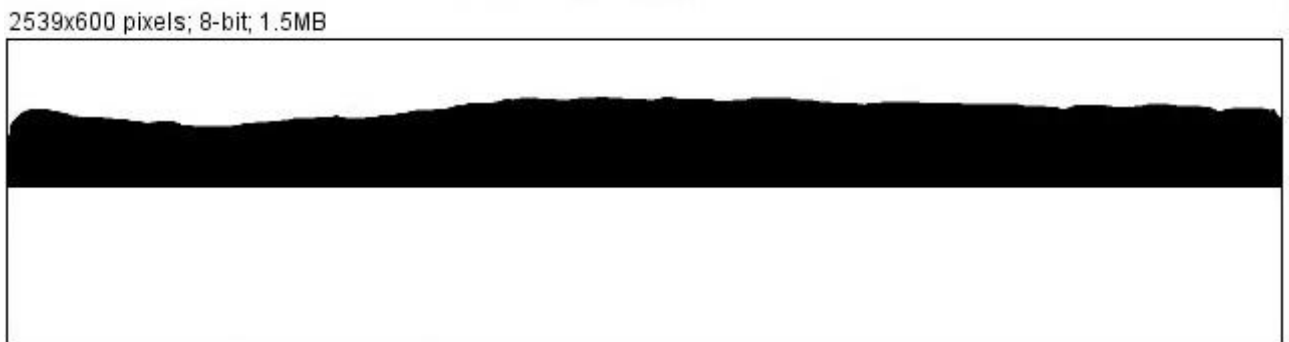


Figura 41.- Zona descarburada completa.

Para continuar se hizo uso de la interfaz en blanco (sin información), seguido de la opción **Edit** (Editar), **Paste** (pegar) la zona descarburada parcial antes cortada, para quedar como la Figura 42. Teniendo las dos zonas separadas se guardaron en sus respectivas ubicaciones listas para ser analizadas.

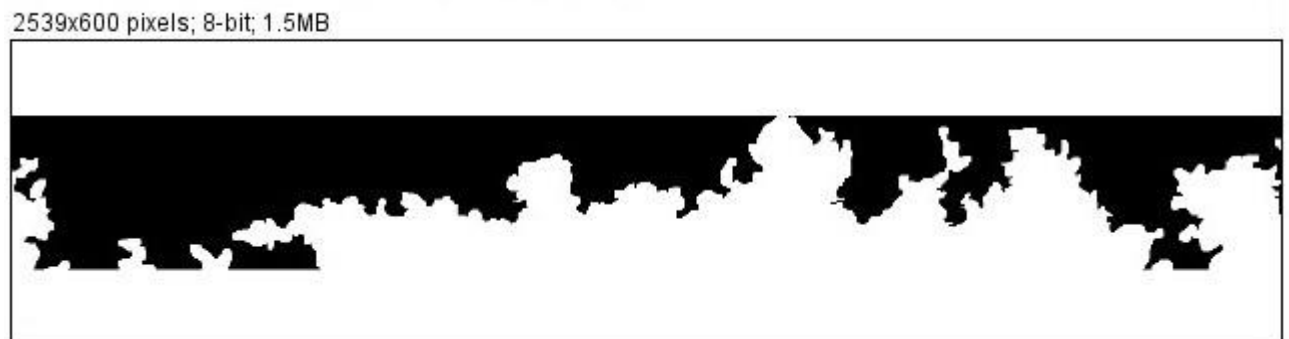


Figura 42.- Zona descarburada parcial.

Finalmente, se utiliza la herramienta **rectangle** (rectángulo) para seleccionar y delimitar las zonas a medir, se ejecuta el algoritmo anteriormente mencionado, se guardan las mediciones para su posterior análisis.

CAPÍTULO IV
ANÁLISIS Y RESULTADOS

5. Análisis y Resultados

Como parte de esta investigación se trabajó sobre una nueva metodología para la medición de la zona descarburada, mediante métodos microscópicos de la norma ASTM E 1077, la cual permite hacer hasta 2,500 mediciones por micrografía y 10,000 mediciones por experimento, contrario a las pruebas tradicionales donde usan un máximo de 10 mediciones.

De los 21 experimentos realizados, se obtuvieron un total de 84 micrografías tomadas a 5x, a las cuales se les aplicó la nueva metodología para la medición de la descarburización, obteniendo 210,000 mediciones aproximadamente en total. Así mismo se realizó su reproducibilidad obteniendo la misma cantidad de micrografías y alrededor de la misma cantidad de mediciones. Entre ambas experimentaciones se obtuvieron cerca de 420,000 mediciones. La base del éxito de esta metodología está relacionada con el número de mediciones en la zona descarburada, a temperaturas por arriba 1,273K, se presenta un frente irregular; contrario a la forma de la zona descarburada obtenida a temperaturas de 1,173K donde se presenta un frente plano, sin dificultades para su caracterización macroscópica.

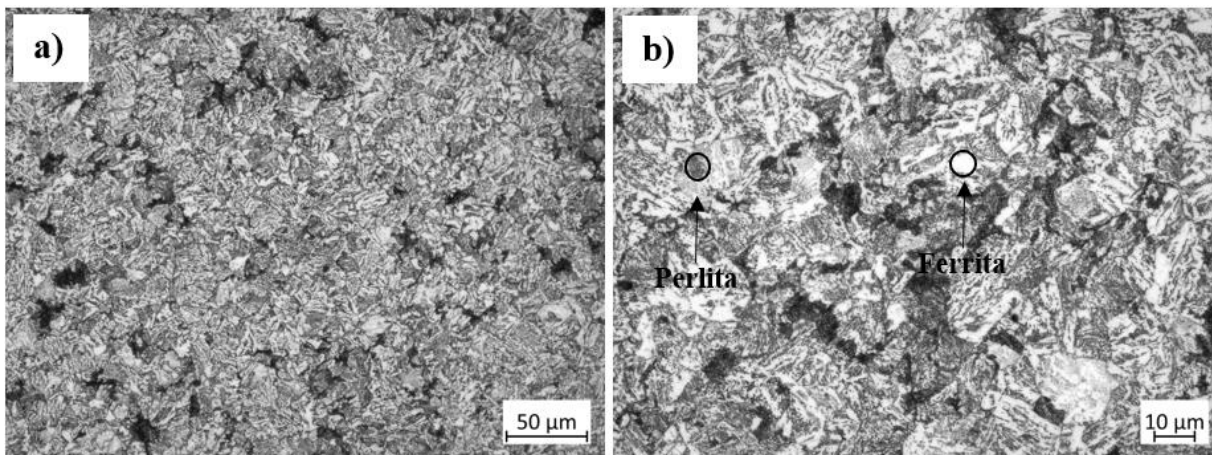


Figura 43.- Micrografía, Acero base AISI-SAE 1045, Ataque con Nital al 2%, a) 20x y b) 50x.

En la Figura 43 a), se puede apreciar una micrografía del acero AISI-SAE 1045 atacada con nital al 2% durante 20 segundos a 20x, para revelar su microestructura. En el inciso b), se presenta la microestructura atacada químicamente y aumentada a 50x, se aprecian los granos blancos la ferrita, y en las zonas oscuras de perlita; la perlita se caracteriza por tener intercaladas láminas de cementita y ferrita.

5.1. Descarburación

Analizando las micrografías obtenidas de la experimentación, se pudo apreciar que la descarburación presenta un patrón de crecimiento tipo frente plano, para la experimentación de 1,173K, durante los tiempos de 900, 1,800, 2,700, 7,200, 14,400 y 21,600 segundos, se genera una capa descarburada muy marcada del rango de 77 a 240 micrómetros, obteniendo un grano descarburado columnar (ver figuras 54-55 del apartado Anexos (7.4.1)), seguido de un crecimiento de grano que se aprecia a partir del tiempo 14,400 segundos de permanencia dentro del horno de atmósfera controlada.

Para la experimentación de 1,273K, durante los tiempos de 600, 1,200, 1,800, 2,700, 7,200, 14,400 y 21,600 segundos, se aprecia una descarburación muy irregular, con un tamaño de grano en aumento a partir de los 7,200 segundos de tiempo de permanencia, junto con un patrón de descarburación hacia el centro del espécimen (ver Figuras 56-57 del apartado Anexos (7.4.2)).

Para la experimentación de 1,373K (ver Figuras 58-59 del apartado Anexos (7.4.3)), la descarburación es irregular, la descarburación parcial es difícil de apreciar a los 300 y 600 segundos. A los 600 segundos se puede ver un crecimiento de grano y a los 1,800 segundos una zona de descarburación parcial visible. A los 7,200 segundos la descarburación parcial es cuantificable solo con la ayuda del software, ya que se presenta un patrón de difusión del carbono desde el bulk de la pieza a la superficie y un crecimiento del tamaño de grano severo para los casos de 14,400 y 21,600 segundos (ver Figuras 59.g h)).

A continuación, se presentan las Figuras 44 y 45 los valores de descarburación de un acero AISI-SAE 1045, oxidado a altas temperaturas de forma isotérmica y caracterizado metalográficamente a través de la herramienta de análisis de imágenes para estimar la difusión inercial de carbono en la estructura cristalina del acero en fase austenítica.

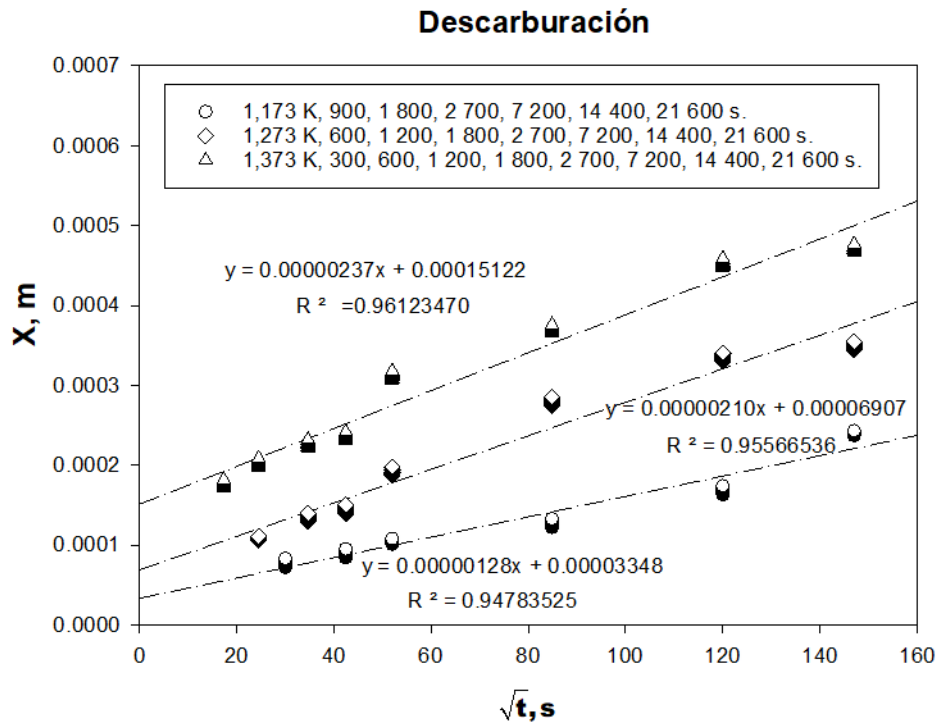


Figura 44.- Regresión lineal aplicando método de mínimos cuadrados, coeficiente de determinación (R^2), a los resultados obtenidos para la descarburación.

Como se observa en la Figura 44, los coeficientes de determinación cuadráticos se ajustan a una función lineal, con valores de entre 0.9478 y 0.9612, esto indica que cuanto más se acerque a 1, la dispersión de las mediciones de descarburación obtenidas se ajusta al modelo presentado por Einstein en 1905, es decir la distancia descarburada es directamente proporcional al valor $\sqrt{(Dt)}$.

En la Tabla 2, se presentan los valores promedio para 10,000 mediciones experimentales de distancia descarburada, para las probetas metálicas que fueron calentadas a temperaturas de austenización de 1,173K, 1,273K y 1,373K y diferentes tiempos de exposición. Se puede apreciar fácilmente que el crecimiento de la descarburación es afectado por la temperatura de tratamiento térmico y el tiempo de proceso.

Tabla 2. Valores promedio de cada experimento; para descarburación.

Temperatura (K)	Raíz, t (s)	Media (m)	Temperatura (K)	Raíz, t (s)	Media (m)	Temperatura (K)	Raíz, t (s)	Media (m)
1173	30.00	0.000077	1273	24.49	0.000109	1373	17.32	0.000177
1173	42.43	0.000090	1273	34.64	0.000135	1373	24.49	0.000204
1173	51.96	0.000105	1273	42.43	0.000144	1373	34.64	0.000227
1173	84.85	0.000128	1273	51.96	0.000192	1373	42.43	0.000236
1173	120.00	0.000169	1273	84.85	0.000279	1373	51.96	0.000312
1173	146.97	0.000240	1273	120.00	0.000336	1373	84.85	0.000371
*	*	*	1273	146.97	0.000350	1373	120.00	0.000454
*	*	*	*	*	*	1373	146.97	0.000471

Como se planteó en la metodología experimental, las pruebas de descarburación se realizaron por duplicado para asegurar reproducibilidad de resultados, en la Figura 45 se muestran estos datos.

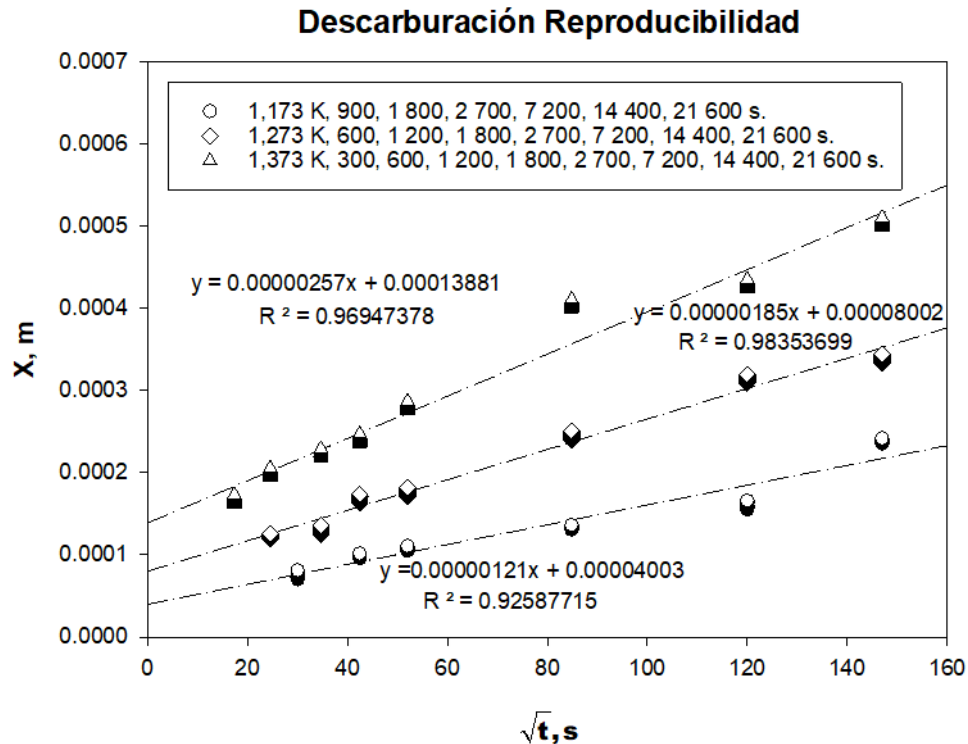


Figura 45.- Regresión lineal aplicando método de mínimos cuadrados, coeficiente de determinación (R^2) a los resultados obtenidos para la descarburación reproducibilidad.

En la Figura 45, se muestra que los coeficientes de determinación cuadráticos que son muy cercanos a 1, es decir de 0.9258 el más bajo y 0.9835 el más alto, con lo cual se confirma que es posible relacionar la distancia descarburada con el valor $\sqrt{(Dt)}$ de forma experimental.

En la Tabla 3, se presentan los valores promedio para 10,000 mediciones experimentales de distancia descarburada para las probetas metálicas de réplica, que fueron calentadas a temperaturas de austenización de 1,173K, 1,273K y 1,373K y diferentes tiempos de exposición.

Tabla 3.- Valores promedio de cada experimento para descarburación reproducibilidad.

Temperatura (K)	Raíz, t (s)	Media (m)	Temperatura (K)	Raíz, t (s)	Media (m)	Temperatura (K)	Raíz, t (s)	Media (m)
1173	30.00	0.000076	1273	24.49	0.000123	1373	17.32	0.000168
1173	42.43	0.000099	1273	34.64	0.000131	1373	24.49	0.000200
1173	51.96	0.000108	1273	42.43	0.000169	1373	34.64	0.000224
1173	84.85	0.000133	1273	51.96	0.000176	1373	42.43	0.000242
1173	120.00	0.000160	1273	84.85	0.000245	1373	51.96	0.000281
1173	146.97	0.000239	1273	120.00	0.000315	1373	84.85	0.000405
*	*	*	1273	146.97	0.000339	1373	120.00	0.000430
*	*	*	*	*	*	1373	146.97	0.000505

En la Tabla 3 se puede apreciar que los datos de distancia descarburada tienen ligeras variaciones, pero con el mismo orden de magnitud mostrado en la Tabla 2.

Con las pendientes calculadas en la Figura 44 y Figura 45 se procede al manejo de los datos tal y como se muestra en la Figura 8, donde la ecuación 3.19 es convertida a Log base 10.

5.2. Difusión (D)

La Tabla 4, presenta las pendientes calculadas de la Figura 44, haciendo notar que los coeficientes de difusión de carbono, D , en matriz de acero AISI-SAE 1045 con fase austenita es del orden de magnitud 1×10^{-13} metros cuadrados por segundo.

Tabla 4.- Valores de Difusión estimados con experimentos de descarburación del carbono en fase austenita de un acero AISI-SAE 1045.

Temperatura (K)	Valor de Difusión (D) ($\frac{m^2}{seg}$)
1,173	$2.844444444 \times 10^{-13}$
1,273	$7.65625000 \times 10^{-13}$

Temperatura (K)	Valor de Difusión (D) ($\frac{m^2}{seg}$)
1,373	$9.75156250 \times 10^{-13}$

De acuerdo a la Tabla 4, el valor de la pendiente aumenta conforme la temperatura de trabajo lo hace, logrando un valor máximo de $D=9.75 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{segundo}$ para la temperatura de 1,373K.

Los resultados de D para los experimentos de reproducibilidad se presentan en la Tabla 5.

Tabla 5.- Valores de Difusión estimados, con experimentos de réplica, para la descarburación del carbono en fase austenita de un acero AISI-SAE 1045.

Temperatura (K)	Valor de Difusión Reproducibilidad (D) ($\frac{m^2}{seg}$)
1,173	$2.54184028 \times 10^{-13}$
1,273	$5.94184028 \times 10^{-13}$
1,373	$11.4668403 \times 10^{-13}$

La Tabla 5, se presentan las pendientes calculadas de la Figura 45 que corresponde a valores de difusión de carbono, D , en matriz de acero AISI-SAE 1045 con fase austenita estimados con experimentos de reproducibilidad. El valor de la pendiente aumenta conforme la temperatura de trabajo lo hace, logrando un valor máximo de $D = 11.46 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{segundo}$ para la temperatura 1,373K.

5.3. Difusión Inicial (D_0), Energía de Activación (Q)

Partiendo del planteamiento gráfico de la Figura 8 y aplicando logaritmos a la ecuación 3.19 se obtiene:

$$\log D = -\frac{Q}{2.3RT} + \log D_0 \quad (5.1)$$

Esta ecuación es de la forma $y = mx + b$, donde la variable dependiente es $\log D$, la variable independiente $1/T$, la intercepción en la ordenada $\log D_0$, y la pendiente será igual a: $Q / (2.3 * R)$.

La Tabla 6 muestra los valores utilizados para recrear el planteamiento gráfico de Arrhenius.

Tabla 6.- Datos necesarios para realizar el gráfico de la ecuación 5.1.

Temperatura (K)	Difusión $D(\frac{m^2}{s})$	1000/T (K)	log $D(\frac{m^2}{s})$
1173	2.84444444E-13	0.85251491	-12.54600254
1273	7.65625000E-13	0.78554595	-12.11598389
1373	9.75156250E-13	0.72833211	-12.01092579

Los datos de la Tabla 6 son utilizados para generar el gráfico de la Figura 46. Los valores de logaritmo de difusión de carbono disminuyen conforme la temperatura de trabajo aumenta, por lo cual el gráfico presenta una pendiente negativa.

En la Figura 46, se grafican los datos de 1000/T y $\log D$ con una pendiente de línea recta resultante de, $m_1 = 4,368.31811$. Despejando Q de la ecuación (5.2) y recordando que la constante de los gases R es igual a $1.987207 \text{ calorías/mol K}$.

$$m_1 = \frac{Q_1}{2.3R} = -4,368.31811 \quad (5.2)$$

El valor de Q_1 se muestra en la ecuación la ecuación (5.3):

$$Q_1 = -2.3 * R * m_1$$

Sustituyendo se obtiene:

$$Q_1 = (-2.3)(1.987207)(-4,368.31811) = 19,965.7304 \frac{\text{calorias}}{\text{mol}} \quad (5.3)$$

$$Q_1 = 83,536.615 \text{ joules / mol}$$

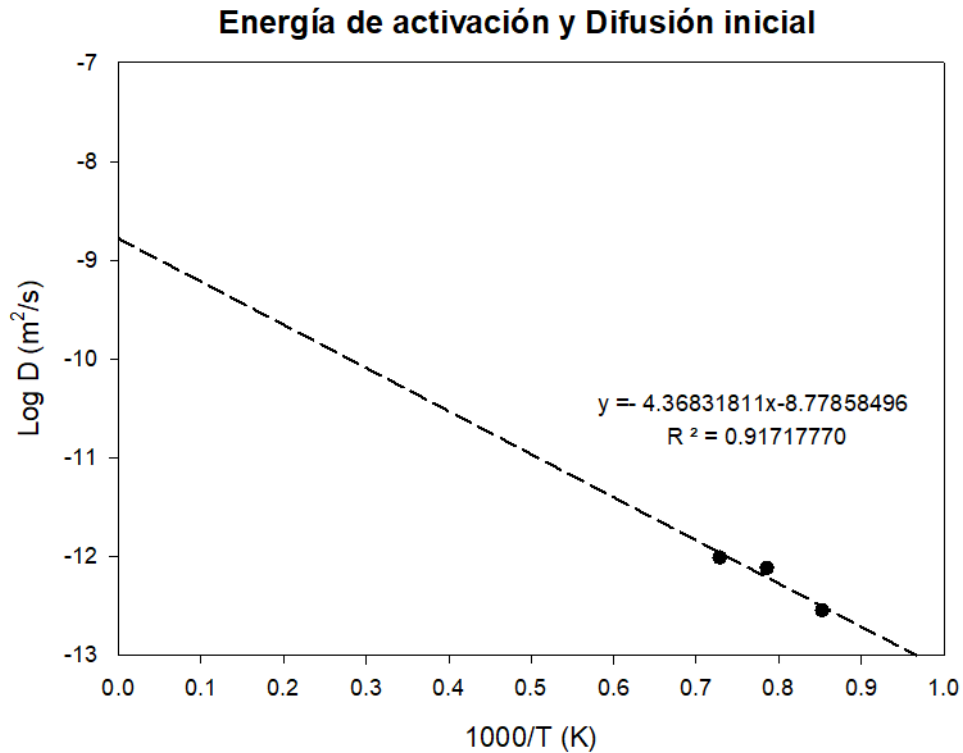


Figura 46.- Planteamiento gráfico para estimar la energía de activación Q y el coeficiente de difusión inicial D_0 de la ecuación de Arrhenius, correspondiente a m_i .

Como se puede ver en la Figura 46, la intercepción a la ordenada al origen presentó un valor de $\log D_0 = -8.77858496$. En consecuencia, el valor del coeficiente de difusión inicial D_0 es:

$$D_0 = 10^b = 10^{-8.77858496} = 1.66500308 \times 10^{-9} \frac{m^2}{seg}$$

La Tabla 7, muestra los valores correspondientes a los datos de distancia descarburada de probetas del duplicado experimental, necesarios para generar el gráfico de Arrhenius y que muestran la reproducibilidad de los datos experimentales obtenidos en este trabajo de tesis.

Tabla 7.- Datos de Difusión con respecto a la temperatura (Reproducibilidad).

Temperatura T (K)	Difusión D ($\frac{m^2}{s}$)	1000/T (K)	log D($\frac{m^2}{s}$)
1173	2.54184028E-13	0.85251491	-12.59485174
1273	5.94184028E-13	0.78554595	-12.22607903
1373	1.14668403E-12	0.72833211	-11.94055624

En la Figura 47 se graficaron los datos de la Tabla 7, la pendiente de la línea recta resultante fue m_2 con un valor de 5,275.51188 (ver Ecuación 5.4):

$$m_2 = \frac{Q}{2.3R} = -5,275.51188 \quad (5.4)$$

El valor de Q_2 se muestra en la ecuación (5.5)

$$Q_2 = -2.3 * R * m_2$$

Sustituyendo se obtiene:

$$Q_2 = (-2.3)(1.987207)(-5,275.51188) = 24,112.1285 \frac{\text{calorias}}{\text{mol}} \quad (5.5)$$

$$Q_2 = 100,885.145 \text{ joules / mol}$$

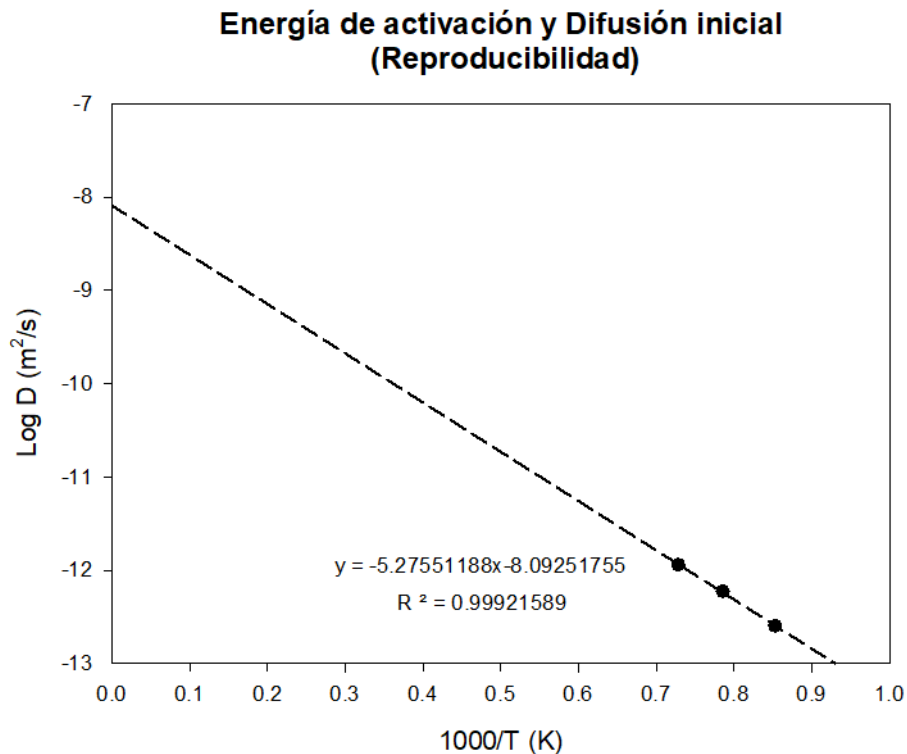


Figura 47.- Planteamiento gráfico para estimar la energía de activación Q y el coeficiente de difusión inicial D_0 , de la ecuación de Arrhenius, correspondiente a m_2 .

La intercepción a la ordenada al origen de la Figura 47 es de -8.09251755 por consiguiente, el valor del coeficiente de difusión inicial D_0 es:

$$D_0 = 10^b = 10^{-8.09251755} = 8.08132272 \times 10^{-9} \frac{m^2}{seg}$$

En la Tabla 8 se presenta una recopilación de valores de energía de activación (Q), difusión inicial (D_0) y el coeficiente de difusión (D) de elemento de aleación carbono en matriz de acero con diferentes fases cristalográficas. Se incluye en la tabla 8, los valores obtenidos de Q , D Y D_0 estimados de manera experimental en este trabajo de tesis por O.D. Prieto-Sánchez y colaboradores.

Tabla 8.- Comparación de resultados calculados Difusión (D), Difusión Inicial (D_0), Energía de Activación (Q) vs Literatura.

Referencias	T (K)	D_0 (m ² /s)	Q (kJ/mol)	Observaciones
α-Fe				
Callister [34].	773-1173	6.2×10^{-7}	80	$D = 2.4 \times 10^{-12} - 1.7 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$
Zhao et al.[14]	1033	0.2×10^{-5}	84	$D = 1.1 \times 10^{-10} \text{ m}^2/\text{s}$
Anderson et al.[4]	1103-1173		92.3	-
γ-Fe				
Callister [34]	1173-1373	2.3×10^{-5}	148	$D = 5.9 \times 10^{-12} - 5.3 \times 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$
Zhao et al.[14]	1123	2.0×10^{-5}	140	$D = 6.1 \times 10^{-12} \text{ m}^2/\text{s}$
O.D. Prieto-Sánchez et al.	1173-1373	Valor de reproducibilidad: 8.08×10^{-9}	83.53-100.88	$D(1173\text{K}) = 2.8444 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ $D(1273\text{K}) = 7.6562 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$ $D(1373\text{K}) = 9.7515 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$

En la Tabla 8 se puede apreciar que los valores de difusión inicial (D_0) obtenidos en esta tesis están en el orden de magnitud de 1×10^{-9} mientras que el resto de los autores estiman un valor promedio en orden de magnitud de 1×10^{-5} . La energía de activación (Q) y el coeficiente de difusión (D) son aproximadas a las que presentan los autores Callister y Zhao. Es muy importante mencionar que este trabajo se hizo con la ayuda de un horno de atmósfera controlada. Es importante mencionar que el resto de los autores enlistados en Tabla 8 no mencionan el número de mediciones realizadas en las metalografías para estimar el valor de zona descarburada. En este trabajo de tesis y gracias a herramientas de procesamiento digital de imágenes, el número de mediciones en cada una de las 4 zonas donde se midió la descarburación completa fue de 2,500 muestras, es decir un total de 10,000 mediciones para cada probeta experimental.

La variación del orden de magnitud del coeficiente de difusión inicial (D_0) encontrado en esta tesis con el resto de los autores, es el resultado de la disminución en el error de muestreo. Los errores de muestreo pueden ser varios y se enumeran a continuación:

1.- El observador y encargado de las mediciones no tenga un ojo entrenado, es decir, no sea metalúrgico.

2.- La metalografía no tenga la nitidez para medir el valor de descarburación total; este valor es muy complicado de medir cuando la matriz del acero tiene porcentajes grandes de ferrita.

3.- Debido a que la zona de medición descarburada no es un frente plano a temperaturas superiores a 1,273 K y que la norma ASTM E 1077, no indica un número determinado de mediciones, los autores de trabajos técnicos-científicos que trabajan con métodos microscópicos a nivel mundial, reportan el uso de diez mediciones como máximo, para caracterizar la profundidad descarburada; lo anterior produce un error de muestreo sesgado.

Es importante mencionar que además de medir la zona descarburada en cada una de las probetas expuestas a temperaturas de oxidación elevadas, se procedió a utilizar las herramientas de procesamiento digital de imágenes para estimar el espesor de cascarilla formada en la superficie. En la Figura 48 se presenta el comportamiento del crecimiento de óxido (cascarilla) durante las condiciones experimentales de oxidación de las probetas AISI-SAE 1045.

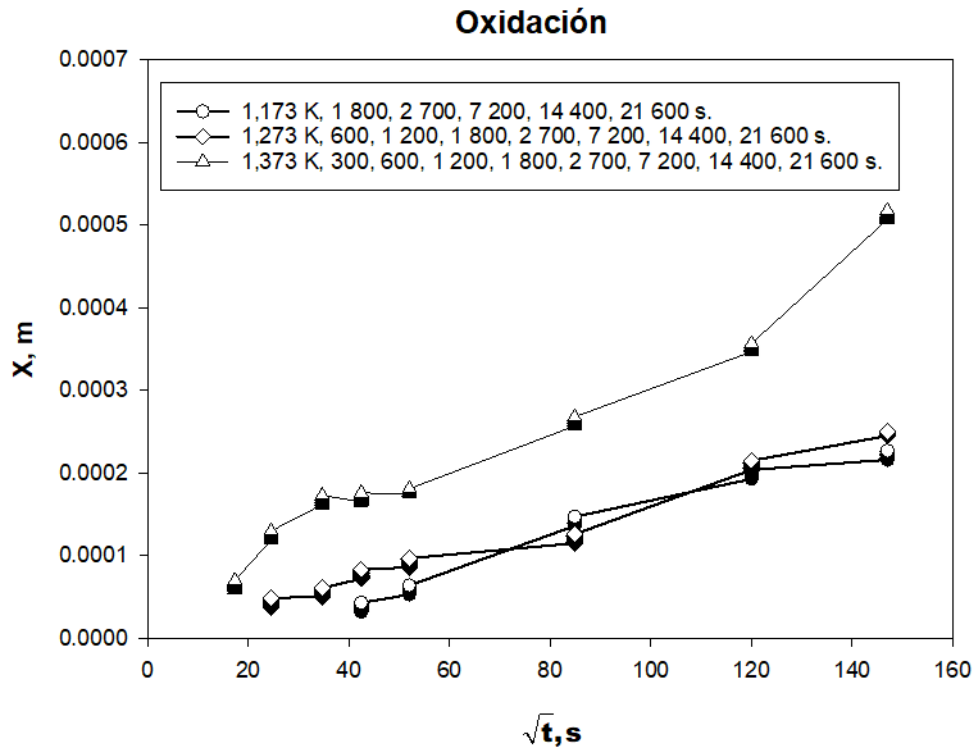


Figura 48.- Crecimiento de Óxido (Cascarilla) bajo las condiciones de Descarburación.

Como se aprecia en la Figura 48, las pendientes del crecimiento de óxido superficial en función del tiempo, presentan un comportamiento lineal, a bajas temperaturas. Cuando la temperatura aumenta a 1,373 K, la primera parte de la curva, es decir, a tiempos de oxidación menores a 2,700 segundos, podemos observar un comportamiento parabólico de la cinética de formación de la cascarilla. Este comportamiento parabólico está relacionado con una alta profundidad de zona descarburada en la superficie metálica, es decir, en algún momento del tiempo esta zona descarburada pasará hacer cascarilla, reduciéndose el diámetro de la probeta. La cascarilla formada en estos primeros instantes del fenómeno de oxidación, menores a 2700 segundos, generará una resistencia a la difusión del oxígeno de la atmósfera oxidante. Motivo por el cual el comportamiento de la pendiente (ver línea y símbolos triangulares, entre el valor de 50 y 120 de las abscisas, se vuelve lineal hasta que una nueva superficie descarburada crece y se genere nuevamente el transporte de masa.

Es importante mencionar que las micrografías de probetas expuesta a temperaturas de oxidación de 1,173 K y hasta los 900 segundos de exposición en el horno con atmósferas de 21% de oxígeno, no se apreció crecimiento de cascarilla en la superficie. Por esta razón, la línea correspondiente al crecimiento de cascarilla a 1,173 K carece de datos en los valores de las abscisas menores a 42.

Este trabajo de tesis demuestra que el uso de nuevas metodologías digitales, permiten generar bases de datos robustas, para disminuir el error de muestreo en fenómenos experimentales con frentes de difusión heterogéneos. El uso correcto de estas herramientas proporcionará una mayor confiabilidad al análisis del gráfico de Arrhenius para el cálculo de la Difusión y Energía de activación del elemento intersticial.

CAPÍTULO V
CONCLUSIONES

6. Conclusiones

La difusión del elemento de aleación carbono intersticial en un acero de estructura cristalina cúbica centrada en las caras (AISI-SAE 1045) aumenta en función de la temperatura de la siguiente forma: a) $D(1,173\text{K}) = 2.8444 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$; b) $D(1,273\text{K}) = 7.6562 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$; $D(1,373\text{K}) = 9.7515 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{s}$.

El frente de descarburación en un acero AISI-SAE 1045 está relacionado con la temperatura. A temperaturas de 1,173K el frente es homogéneo o de tipo pistón, utilizando la analogía del flujo en un ducto.

A partir de la temperatura de 1,273K, el frente de descarburación es irregular, es decir no existe una frontera uniforme o definida sobre la superficie de la probeta, haciendo la medición de profundidad descarburada total más difícil por la presencia de un alto porcentaje de fase ferrita.

Con temperaturas de tratamiento térmico de 1,373K, además de la irregularidad de la frontera o frente descarburado, se observa un crecimiento excesivo en el tamaño de grano, junto con una formación de cascarilla gruesa; alrededor de 5 milímetros para tiempos de exposición de 6 horas

Se observó que los valores de coeficiente de difusión (D), difusión inicial (D_0) y energía de activación (Q) varían en función del número de muestreos y de la selección de la zona de muestreo.

El redondeo en las mediciones de profundidad de la zona descarburada puede incurrir en errores de los resultados, es decir en la estimación de los valores de D , D_0 y Q .

CAPÍTULO VI
ANEXOS

7. Anexos

7.1. Preparación de Muestras Metalográficas

7.1.1. Guía Estándar para la Preparación de Muestras Metalográficas (ASTM E 3)

Como la norma lo indica; la selección de muestras de prueba para el examen metalográfico es extremadamente importante porque, si su interpretación es valiosa, las muestras deben ser representativas del material que se está estudiando. La intención o el propósito del examen metalográfico generalmente determinarán la ubicación de los especímenes a estudiar. Con respecto al propósito del estudio, el examen metalográfico se puede dividir en tres clasificaciones:

Estudios generales o trabajo de rutina: las muestras deben elegirse en lugares con mayor probabilidad de revelar las variaciones máximas dentro del espécimen en estudio.

Estudio de las fallas: las muestras de prueba deben tomarse lo más cerca posible de la fractura o al inicio de la falla. Antes de tomar las muestras metalográficas, el estudio de la superficie de la fractura debe estar completo o, al menos, debe documentarse la superficie de la fractura.

Estudios de investigación: la naturaleza del estudio determinará la ubicación de la muestra, la orientación, etc. El muestreo generalmente será más extenso que en los exámenes de rutina. Una vez establecida la ubicación de las muestras metalográficas a estudiar, se debe decidir el tipo de sección a examinar. En metales trabajados en caliente o en frío, se deben estudiar las secciones transversales y longitudinales.

Las secciones transversales tomadas perpendiculares al eje principal del material se utilizan a menudo para revelar la siguiente información:

- Variaciones en la estructura del centro a la superficie
- Distribución de impurezas no metálicas en la sección
- Descarburación en la superficie de un material ferroso
- Profundidad de las imperfecciones de la superficie
- Profundidad de corrosión

- Espesor de recubrimientos protectores
- Estructura del revestimiento protector.

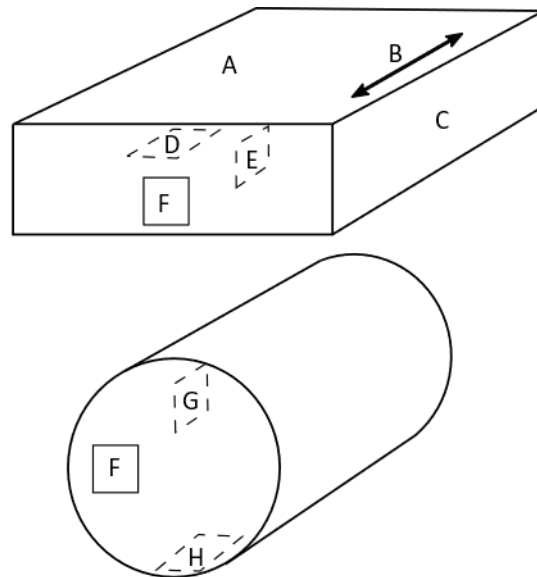
Las secciones longitudinales tomadas paralelas al eje principal del material se utilizan a menudo para revelar la siguiente información:

- Contenido de inclusión del acero
- Grado de deformación plástica, como lo muestra la distorsión del grano
- Presencia o ausencia de bandas en la estructura
- La microestructura lograda con cualquier tratamiento térmico.

Las ubicaciones de las superficies examinadas deben darse siempre en los resultados de los informes y en cualquier micrografía ilustrativa. En Figura 49 se muestra un método adecuado para indicar las ubicaciones de la superficie.

7.1.2. Tamaño de las Muestras Metalográficas.

Por conveniencia, las muestras a pulir para el examen metalográfico generalmente no son más de aproximadamente 12 a 25 mm cuadrados (0.5 a 1.0 pulg.), o aproximadamente 12 a 25 mm de diámetro si el material es cilíndrico. La altura de la muestra no debe ser mayor que la necesaria para un manejo conveniente durante el pulido [35].



Simbolo en el diagrama	Designación Sugerida
A	Superficie laminada
B	Dirección de laminación
C	Borde de laminación
D	Sección plana
E	Sección longitudinal perpendicular a la superficie laminada
F	Sección transversal
G	Sección radial longitudinal
H	Sección tangencial longitudinal

Figura 49.- Método de designación del área para la ubicación de toma de micrografías [35].

7.2. Métodos de Medición de Descarburación.

7.2.1. Métodos de Prueba Estándar para Estimar la Profundidad de la Descarburación de Muestras de Acero (ASTM E 1077).

Estos métodos de prueba cubren procedimientos para estimar la profundidad de la descarburación de aceros independientemente de la composición, la microestructura de la matriz o la forma de la sección. Se pueden utilizar los siguientes procedimientos básicos:

- Métodos de detección.
- Métodos microscópicos.
- Métodos de dureza por microindentación.

- Métodos de análisis químico.

Las pruebas de detección: son pruebas simples, rápidas y de bajo costo diseñadas para separar muestras no descarburadas de aquellas con descarburación apreciable.

Las pruebas microscópicas: requieren una sección transversal pulida metalográficamente para permitir una determinación razonablemente precisa de la profundidad y la naturaleza de la descarburación presente. Se pueden emplear varios métodos para estimar la profundidad de la descarburación. La precisión estadística de cada uno varía con la cantidad de esfuerzo gastado.

Los métodos de dureza de microindentación: se emplean en secciones transversales pulidas y son más adecuados para muestras endurecidas con microestructuras razonablemente uniformes. Este procedimiento se puede utilizar para definir la profundidad a una dureza mínima específica o la profundidad a una dureza uniforme.

Los métodos de análisis químico: proporcionan una medición directa de la concentración de carbono en función de la profundidad. Estos métodos son aplicables a cualquier composición de acero y microestructura, pero están restringidos por la forma de la muestra.

7.2.2. Muestreo

Las muestras deben tomarse en lugares que sean representativos de la muestra. La ubicación y el número de muestras tomadas dependen de la naturaleza del material que se va a probar y se definirá en los acuerdos entre el fabricante y el comprador.



E 1077-01 (2005)

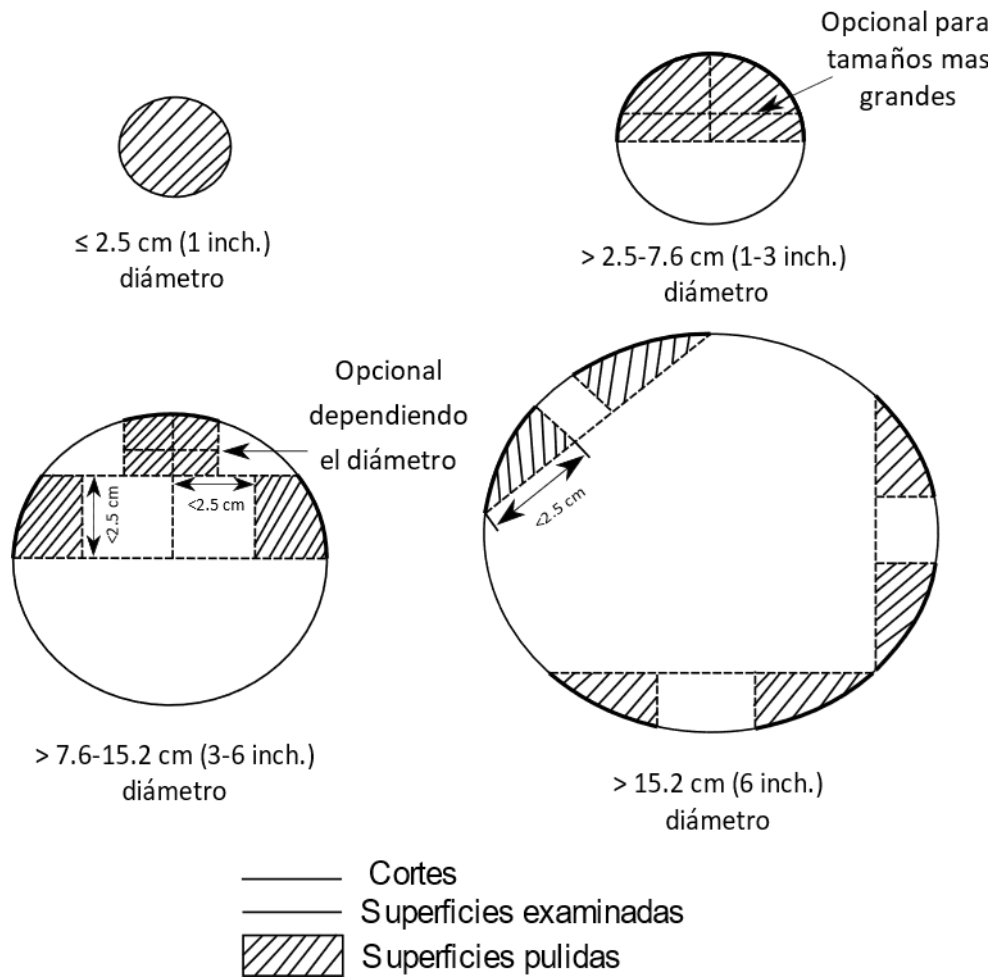


Figura 50.- Esquemas de muestreo típico para barras redondas de diferentes tamaños [36].

Las muestras para los métodos microscópicos, las pruebas de dureza de microindentación y los métodos de detección deben cortarse de la muestra a granel perpendicular al eje longitudinal del producto para que las mediciones se realicen en un plano transversal. Este procedimiento permite determinar la variación de la descarburación alrededor de la periferia de la muestra.



E 1077-01 (2005)

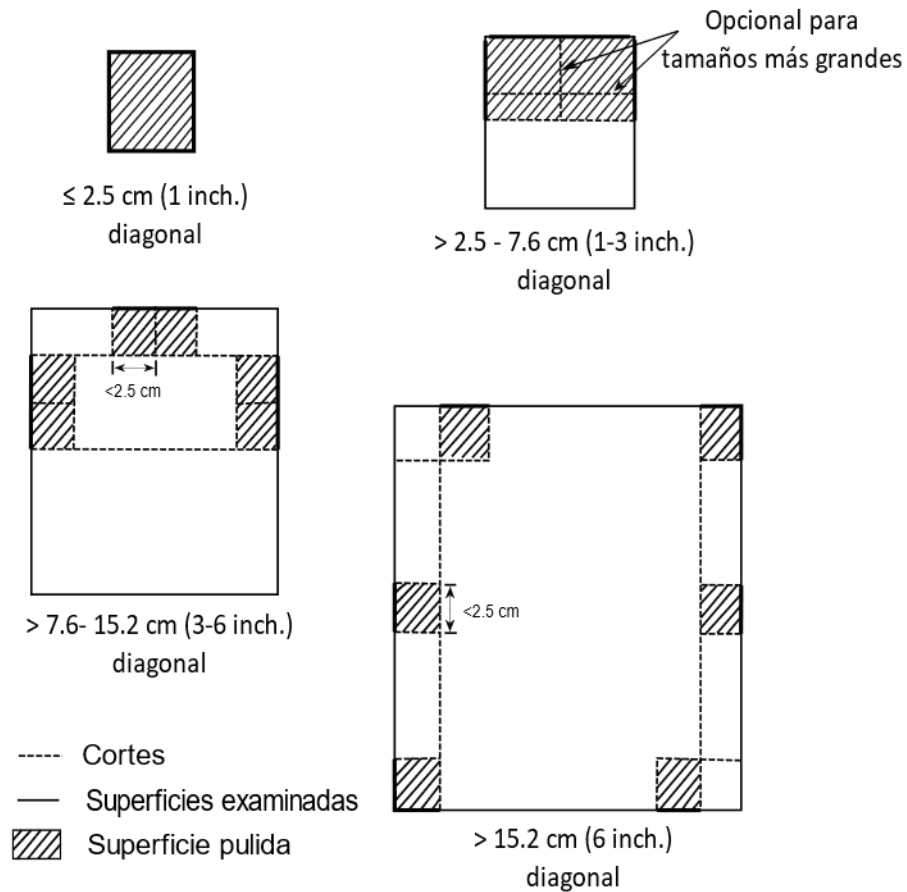


Figura 51.- Esquema de muestreo típico para barras cuadradas de diferentes tamaños [36].

Para muestras de hasta aproximadamente 2,5 cm (1 pulg.) De diámetro, toda la sección transversal se pule y se examina. Para secciones transversales más grandes, se deben preparar una o más muestras para evaluar las variaciones en la descarburación de la superficie. La Figura 50, la Figura 51 y Figura 52 muestran ejemplos de esquemas de muestreo típicos que pueden usarse para secciones más grandes.

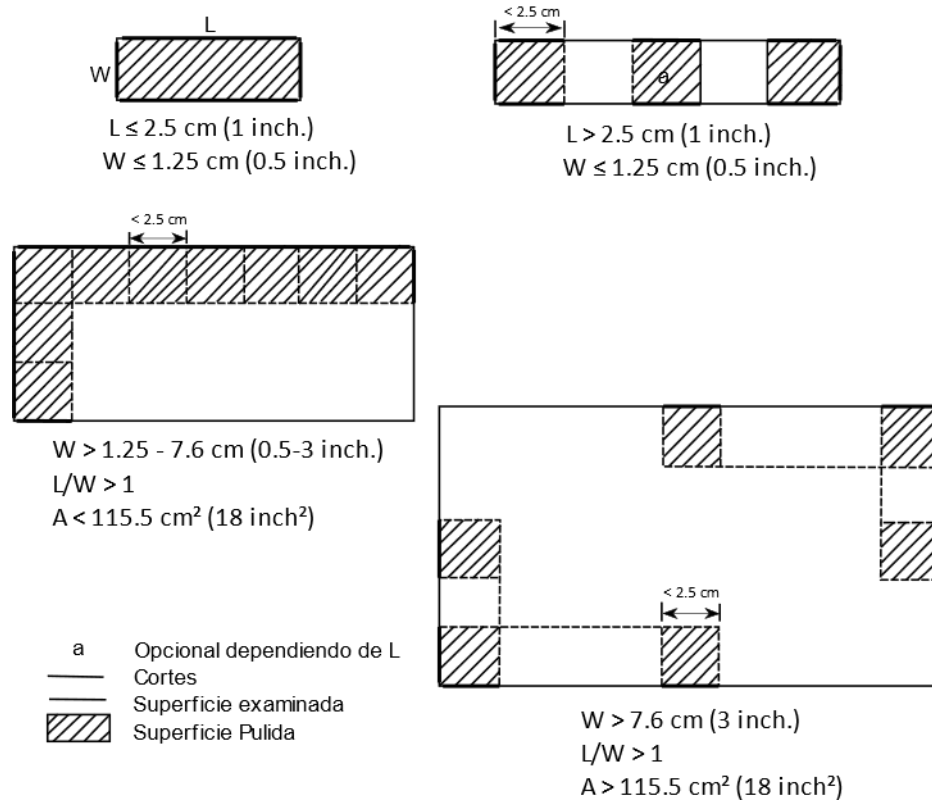


Figura 52.- Esquemas de muestreo típicos para barras planas y rectangulares de diferentes tamaños [36].

Los métodos microscópicos son los más adecuados para medir la profundidad de descarburación de especímenes laminados en caliente, forjados, recocidos o normalizados. La medición de la profundidad de la descarburación se basa en la evaluación de la variación en la microestructura en la superficie debido al cambio en el contenido de carbono. La profundidad de la descarburación completa es más fácil de evaluar debido al excelente contraste entre la capa de ferrita libre, cuando está presente, y la estructura interior. La profundidad de la descarburación parcial se puede evaluar mejor cuando esta zona contiene ferrita y perlita. El pulido de la muestra debe realizarse de manera que no se produzca redondeo de bordes. Deben emplearse paños, cuando las muestras son pequeñas o tienen una forma inconveniente para tales dispositivos, las muestras deben montarse en abrazaderas o en medios de epóxicos. Los materiales epóxicos de montaje por compresión generalmente proporcionan la mejor retención de bordes. El grabado debe realizarse con grabadores estándar como nital o picral, según la experiencia del evaluador con el material que se está probando.

7.2.3. Medición:

La profundidad de la descarburación total o parcial, o ambas, se puede evaluar de varias maneras según la precisión deseada. Las mediciones se pueden realizar utilizando un retículo micrométrico ocular, un micrómetro ocular de tornillo (Filar) o una escala colocada contra una pantalla de proyección de vidrio esmerilado. Las mediciones se pueden hacer en la imagen o en las fotografías. Las mediciones también se pueden hacer utilizando técnicas de análisis de imagen.

El procedimiento de medición más simple y adecuado para muchos propósitos, es seleccionar para medir; aquellas ubicaciones en el espécimen que parecen representar condiciones promedio y peores de descarburación completa y parcial. Para el control de calidad o los estudios de investigación, puede utilizarse la profundidad promedio de la descarburación, ya sea completa, parcial o total, pero con mayor precisión estadística. Para tales casos, la condición de descarburación se puede medir con una mayor definición estadística al realizar varias mediciones alrededor de la periferia de la muestra en ubicaciones seleccionadas al azar. Se pueden calcular la media, la desviación estándar y los límites de confianza del 95% de dichas mediciones. El número de mediciones requeridas depende del tamaño de la muestra y de la precisión deseada.

Descarburación completa: pérdida de contenido de carbono en la superficie de una muestra de acero a un nivel por debajo del límite de solubilidad del carbono en la ferrita, de modo que sólo está presente la ferrita.

Descarburación parcial: pérdida de contenido de carbono en la superficie de una muestra de acero a un nivel menor que el contenido de carbono a granel del interior no afectado pero mayor que el límite de solubilidad de carbono en la temperatura ambiente en ferrita.

Descarburación total: la distancia perpendicular desde la superficie del espécimen hasta esa ubicación en el interior donde se alcanza el contenido de carbono en masa; es decir, la suma de las profundidades de la descarburación completa y parcial [36] Figura 53.

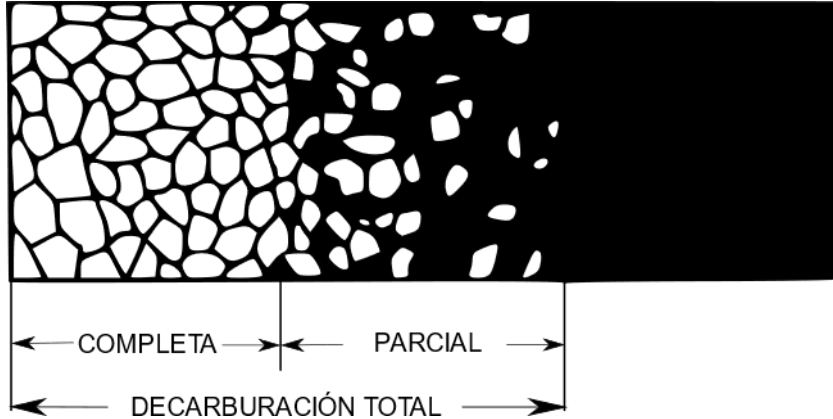


Figura 53.- Decarburación Completa y Parcial [37].

7.3. Estadística como Parte del Análisis Experimental

Los métodos estadísticos se diseñan para contribuir al proceso de realizar juicios científicos frente a la incertidumbre y a la variación, y se utilizan para analizar datos de procesos; el objetivo es tener una mejor orientación respecto de cuáles cambios se deben realizar en el proceso para mejorar su calidad [3].

7.3.1. Tipos de Error

Los científicos experimentales distinguen tres tipos de error, Errores groseros o accidentales, aleatorios y sistemáticos. Los errores groseros se identifican fácilmente, son errores tan importantes que no existe otra alternativa real que abandonar el experimento y empezar de nuevo, como por ejemplo la avería de un equipo. Los errores aleatorios provocan que los resultados individuales difieran uno del otro de manera que caigan a ambos lados del valor medio. Este tipo de error afecta a la precisión, o reproducibilidad de un experimento. Los errores sistemáticos provocan que los resultados sean erróneos algunos resultados positivos u otros negativos, sin llegar al resultado esperado [38].

7.3.2. Muestreo Aleatorio

El muestreo aleatorio consiste en tomar una muestra de tal modo que todas las muestras de la población tienen la misma posibilidad de ser incluidos. Una de las hipótesis del ANOVA es que la variación incontrolada es aleatoria, no obstante, en aquellas mediciones tomadas durante un periodo, la variación en un factor controlado como la presión, la temperatura, el deterioro del aparato etc., pueden producir una tendencia en los resultados. Como consecuencia, los errores debidos a la variación incontrolada no son aleatorios durante mucho tiempo, ya que los errores sucesivos están correlacionados. Esto puede conducir a un error sistemático en los resultados. Afortunadamente este problema se supera utilizando una técnica de aleatorización [38].

7.3.3. Regresión Lineal

La regresión lineal simple trata el caso de una sola variable regresora, en la que la relación entre x y y es lineal. En realidad, en la mayoría de aplicaciones de regresión, la ecuación lineal, (7.1), es una aproximación que representa de manera más simplificada algo desconocido y mucho más complicado.

$$y = \beta_0 + \beta_1 x \quad (7.1)$$

La mayoría de las veces los modelos que son simplificaciones de estructuras más complicadas y desconocidas son de naturaleza lineal, es decir, lineales en los parámetros β_0 y β_1 . Estas estructuras lineales son sencillas y de naturaleza empírica, por lo que se denominan modelos empíricos. Un análisis de la relación entre x , y requiere el planteamiento de un modelo estadístico. La base para el uso de un modelo estadístico se relaciona con la manera en que la variable aleatoria y cambia con x y el componente aleatorio. A continuación, se presenta el modelo estadístico para la regresión lineal simple. La respuesta y se relaciona con la variable independiente x a través de la ecuación (7.2).

$$y = \beta_0 + \beta_1 x + \varepsilon \quad (7.2)$$

En la cual β_0 y β_1 son parámetros desconocidos de la intersección y la pendiente, respectivamente y \mathcal{E} error [3].

7.3.4. Método de Mínimos Cuadrados

Fisher en su libro Estadística para química analítica, la estadística antes de Fisher, describe que el método de mínimos cuadrados sirve para ajustar sobre un conjunto de observaciones una trayectoria que minimiza el error cuadrático, este método fue dado a conocer por Adrien-Marie Legendre (1752-1833) en 1805, en su libro Nuevos Métodos para la determinación de las órbitas de los cometas. Pero un joven matemático alemán, llamado Carl Friedrich Gauss (1777-1855) afirmó haber sido el primero en utilizarlo para predecir la órbita del asteroide Ceres, descubierto el primer día del siglo XIX, el 1 de enero de 1801 [39].

7.3.5. Coeficiente de Determinación R^2

El coeficiente de determinación R^2 es una medida de la calidad del ajuste y queda representado por la ecuación (7.3).

$$R^2 = 1 - \frac{SCE}{STCC} \quad (7.3)$$

Donde STCC es la suma total de los cuadrados corregida y SCE es la variación debida al error, o la variación no explicada. Advierta que, si el ajuste es perfecto, todos los residuales son cero, y así $R^2=1.0$. pero si la SCE es tan sólo un poco menor que la STCC, $R^2 \approx 0$. En otras palabras, resulta claro que $0 \leq R^2 \leq 1$, y el límite superior se logra cuando el ajuste a los datos es perfecto, es decir, cuando los residuales son cero. Pero ¿Cuál es el valor aceptable de R^2 ? es una pregunta muy difícil de contestar. Un químico encargado de establecer una calibración lineal de una pieza de equipo de alta precisión seguramente esperaría obtener un valor muy alto de R^2 (quizá superior a 0.99); mientras que un científico del comportamiento, que trabaja con datos en los que influye la variabilidad de la conducta humana, quizá se sentiría afortunado si obtuviera un valor de R^2 de hasta 0.70 [3].

7.4. Micrografías Descarburación Condiciones Originales (Acero AISI-SAE 1045)

7.4.1. Descarburación a 1,173K

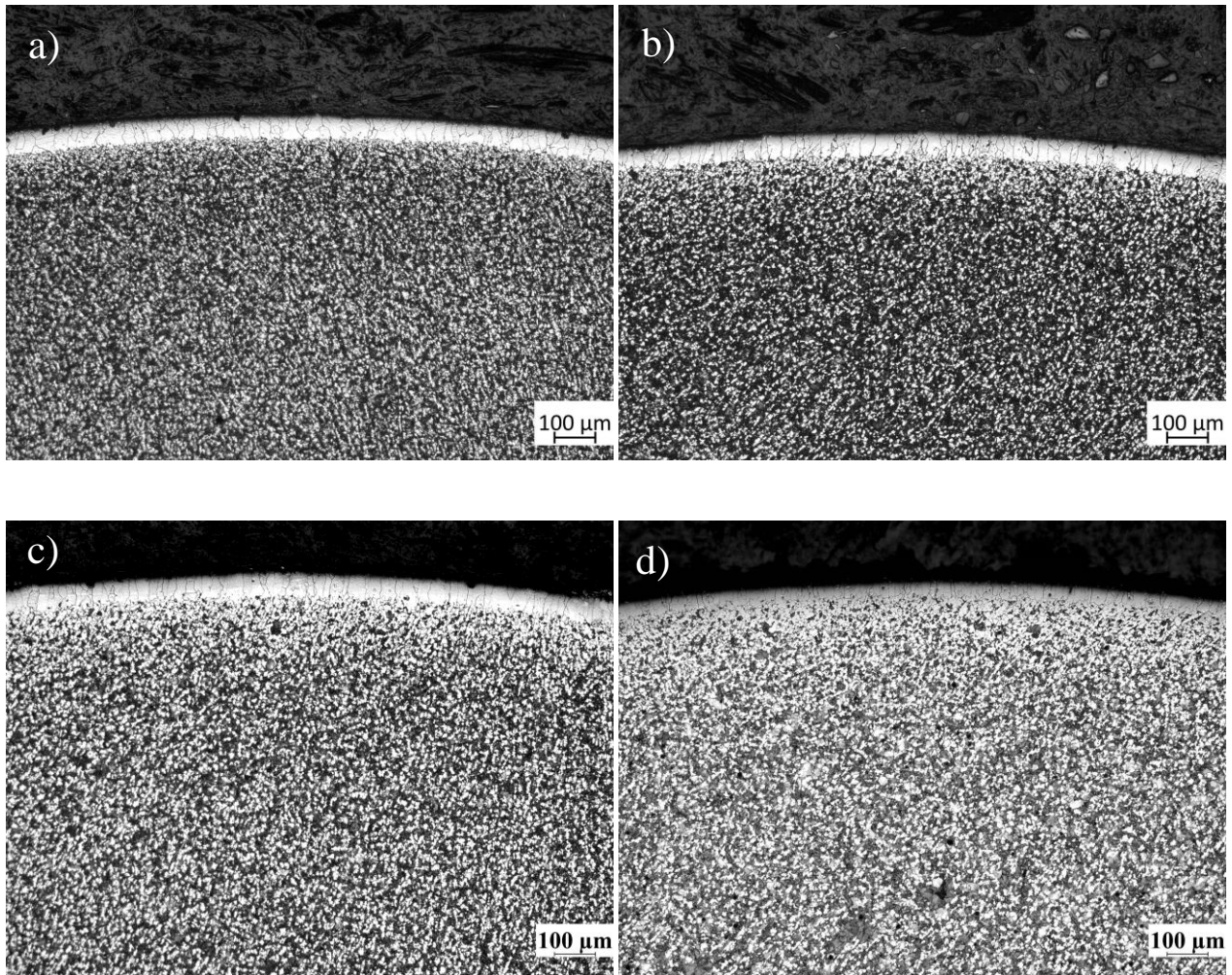


Figura 54.- Micrografías Descarburación, ASTM E 1077, Tiempos de permanencia en el horno de atmósfera controlada: a) 900 s., b) 1,800 s., c) 2,700 s., d) 7,200 s., 1,173K, Tratamiento isotérmico, Ataque Nital 2%, 5x.

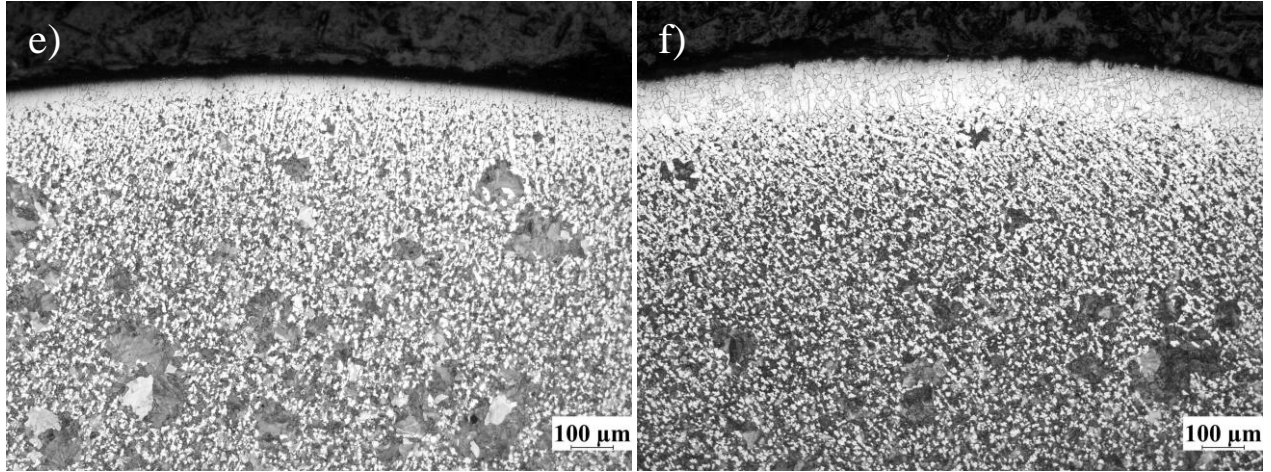


Figura 55.- Micrografías Descarburación, ASTM E 1077, Tiempos de permanencia en el horno de atmósfera controlada: e) 14, 400 s., f) 21, 600 s., 1,173K, Tratamiento isotérmico, Ataque Nital 2%, 5x.

7.4.2. Descarburación a 1,273K.

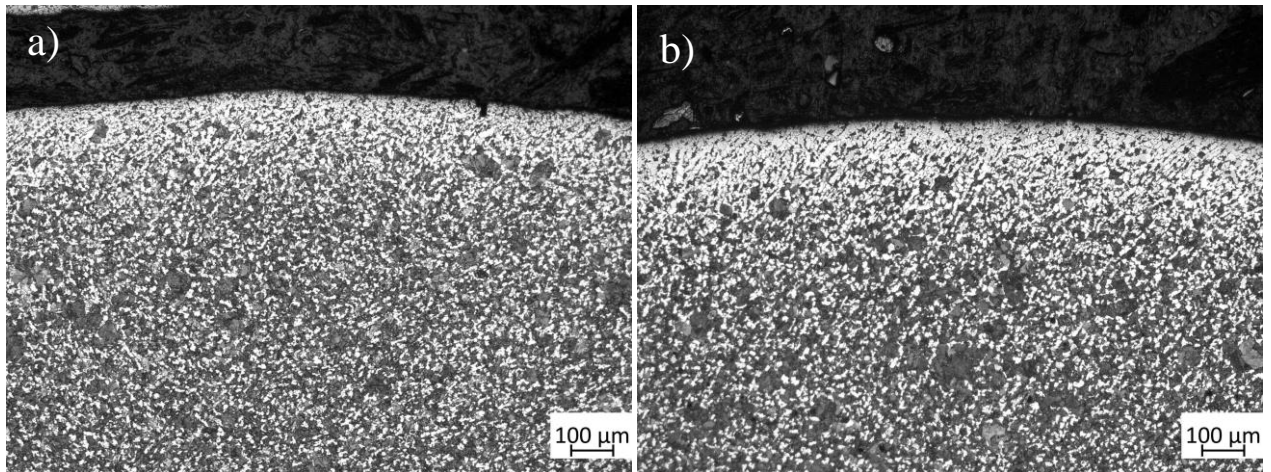


Figura 56.- Micrografías Descarburación, ASTM E 1077, Tiempos de permanencia en el horno de atmósfera controlada: a) 600 s., b) 1,200 s., 1,273K, Tratamiento isotérmico, Ataque Nital 2%, 5x.

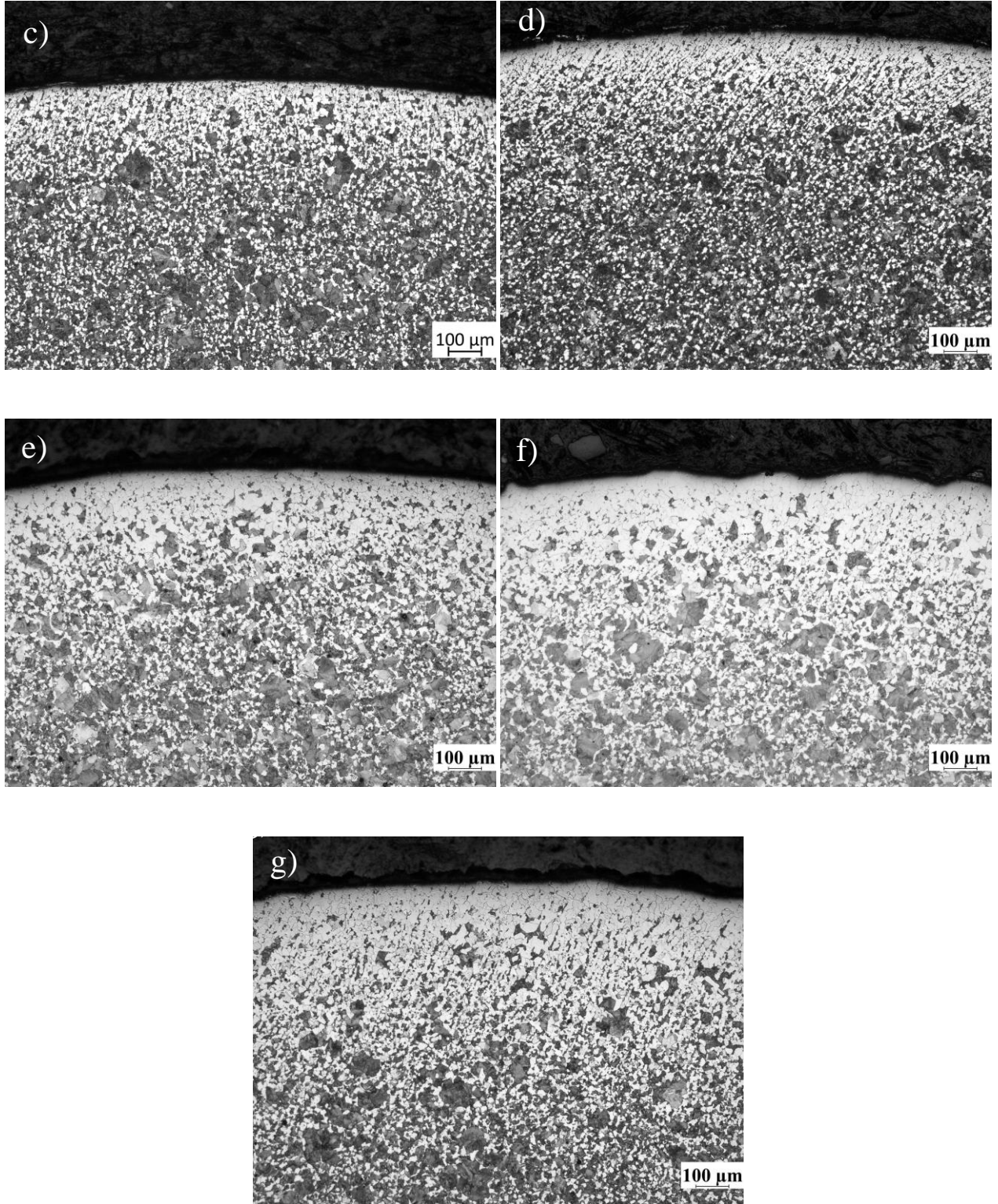


Figura 57.- Micrografías Descarburación, ASTM E 1077, Tiempos de permanencia en el horno de atmósfera controlada: c) 1, 800 s., d) 2,700 s., e) 7, 200 s., f) 14, 400 s., g) 21, 600 s., 1,273K, Tratamiento isotérmico, Ataque Nital 2%, 5x.

7.4.3. Descarburación a 1,373K.

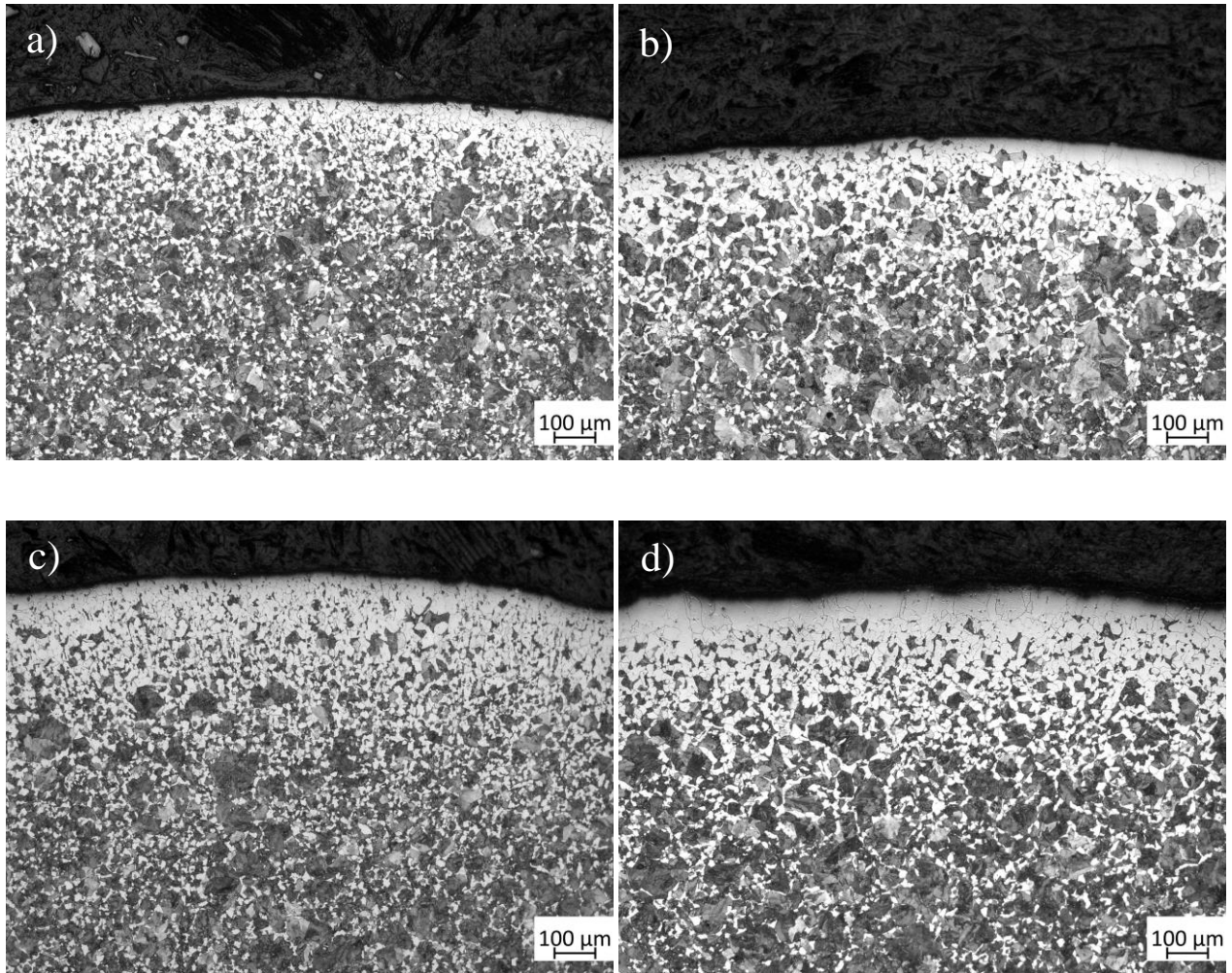


Figura 58.- Micrografías Descarburación, ASTM E 1077, Tiempos de permanencia en el horno de atmósfera controlada: a) 300 s., b) 600 s., c) 1,200 s., d) 1,800 s., 1,373K, Tratamiento isotérmico, Ataque Nital 2%, 5x.

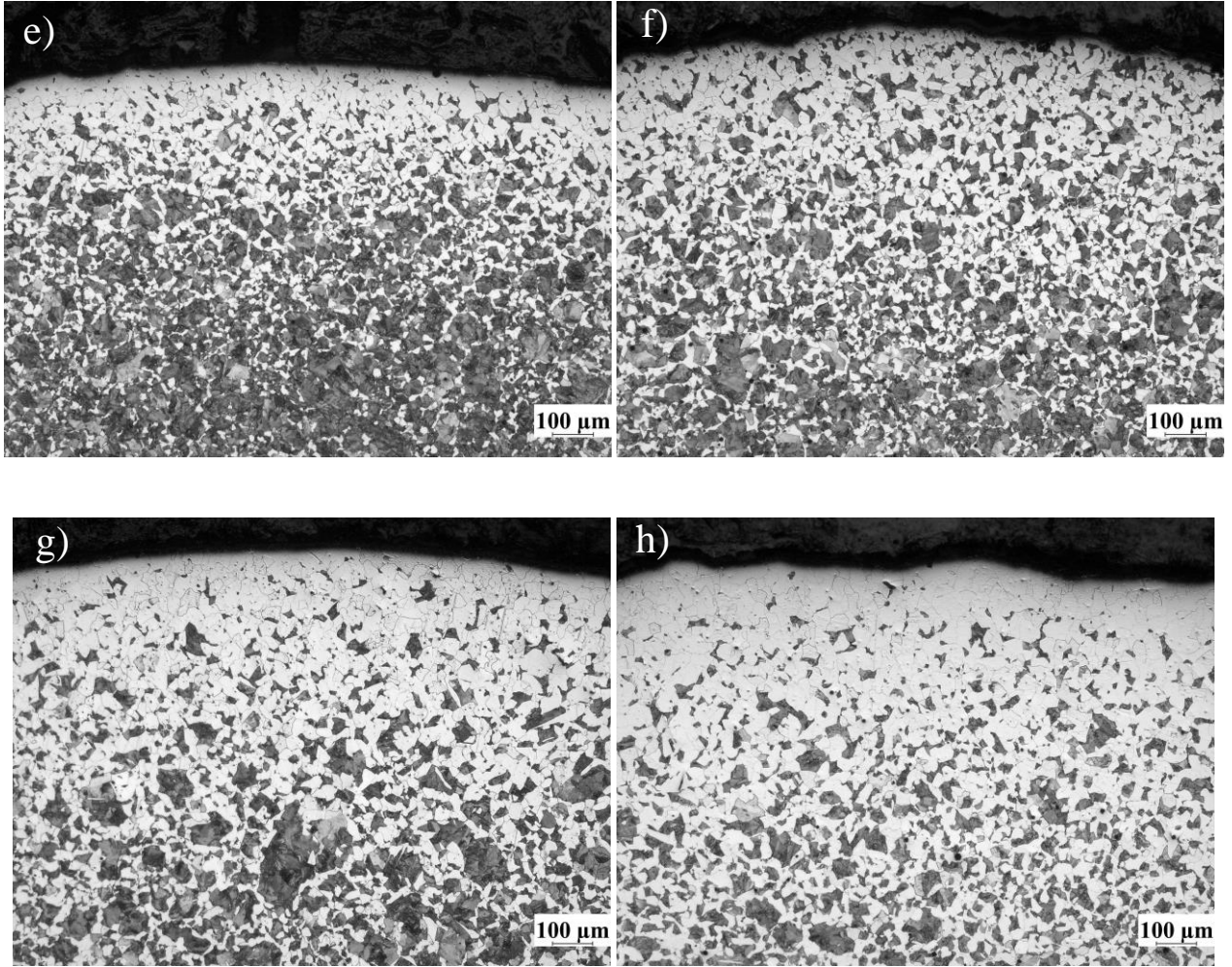


Figura 59.- Micrografías Descarburación, ASTM E 1077, Tiempos de permanencia en el horno de atmósfera controlada: e) 2,700 s., f) 7,200 s., g) 14,400 s., h) 21,600 s., 1,373K, Tratamiento isotérmico, Ataque Nital 2%, 5x.

CAPÍTULO VII
REFERENCIAS

Referencias

- [1] World Steel Association, “Steel statistical yearbook 2019 concise version,” Bélgica, 2019. [Online]. Available: <https://www.worldsteel.org/steel-by-topic/statistics/steel-statistical-yearbook.html>.
- [2] S. K. Dubey and P. Srinivasan, “Development of three dimensional transient numerical heat conduction model with growth of oxide scale for steel billet reheat simulation,” *Int. J. Therm. Sci.*, vol. 84, pp. 214–227, 2014, doi: 10.1016/j.ijthermalsci.2014.05.022.
- [3] R. E. Walpole, R. H. Myers, S. L. Myers, and K. Ye, *Probabilidad y estadística para ingeniería y ciencias*, 9°. México, 2012.
- [4] N. Anderson et al., “The activation energy of the decarburization of 1095 steel,” no. 8, 2011.
- [5] T. Gómez-Acebo and F. Castro, “Análisis termodinámico de la descarburacion de aceros,” *Cerámica y Vidr. Análisis termodinámico*, vol. 39, pp. 285–288, 2000.
- [6] D. R. Askeland, *Ciencia e ingeniería de los materiales*, 3°. Missouri, 1998.
- [7] M. Nomura, H. Morimoto, and M. Toyama, “Calculation of ferrite decarburizing depth, considering chemical composition of steel and heating condition,” *ISIJ Int.*, vol. 40, p. 5, 2000, doi: 10.2355/isijinternational.40.619.
- [8] H. Suárez Soler, “Caracterización de la capa descarburizada de un acero sometido a tratamiento térmico,” *Rev. Clepsidra*, no. 9, p. 6, 2009, doi: 10.26564/19001355.210.
- [9] M. Zorc, A. Nagode, M. Bizjak, and B. Zorc, “Decarburization of the carbon steel C45 during annealing in air,” *Mater. Geoenvironment*, p. 11, 2019, doi: 10.2478/rmzmag-2019-0005.
- [10] V. P. Il’ina, “Effect of surface decarburization on the susceptibility of high-strength steel 38Kh5MSFA to brittle fracture,” *Met. Sci. Heat Treat.*, vol. 41, p. 2, 1999, doi: 10.1007/BF02466265.
- [11] Y. Prawoto, M. A. Mat Yajid, and K. J. Lee, “Microstructural consideration on quantitative analysis of thermal treatment: application to decarburization of steel,” *J. King Saud Univ. - Eng. Sci.*, vol. 25, p. 7, 2013, doi: 10.1016/j.jksues.2012.05.001.
- [12] M. Stasiak and A. Öchsner, “Numerical simulation of carburization and decarburization profiles in steels,” *Defect Diffus. Forum*, vol. 258–260, p. 7, 2006, doi: 10.4028/www.scientific.net/ddf.258-260.366.

- [13] J. A. de Castro and M. F. de Campos, “Modeling decarburization of heat treatment of electrical steels,” p. 8, 2007.
- [14] F. Zhao, C. L. Zhang, and Y. Z. Liu, “Ferrite decarburization of high silicon spring steel in three temperature ranges,” *Met. Mater.*, vol. 61, p. 8, 2016.
- [15] C. L. Alarcon-Robledo and J. Estévez-Fernandez, “Modelo de einstein para el movimiento browniano,” *Researchgate*, p. 5, 2016.
- [16] M. P. Groover, *Fundamentals of modern manufacturing (materials, processes and systems)*, 3°. Estados Unidos, 2007.
- [17] A. Hidalgo del angel, “Influencia de la deformación en carburización de aceros al carbono,” Universidad Nacional Autónoma de México, 2009.
- [18] P. Molera, *Tratamientos térmicos de los metales*, 1°. , vol. 53, no. 9. Barceloma, España, 1991.
- [19] J. F. Gomez, “Evaluacion del sistema de control de la atmosfera en un proceso de carburizacion empleando dos metodos para determinar el potencial de carbono,” Universidad Nacional Autonoma de México, 1989.
- [20] P. Prasannan, “Carburization of steels-an overview,” *Indian J. Eng. Mater. Sci.*, vol. 1, pp. 221–228, 1994.
- [21] J. A. Barreiro, *Tratamientos termicos de los aceros*, 9°. Madrid, 1997.
- [22] H. Mehrer, *Diffusion in solids*. Berlin, 2007.
- [23] A. Porter and K. Easterling, *Phase transformations in metals and alloys*, 2°. , vol. 3, no. 2. Londres, 1992.
- [24] S. A. Bradford, *Corrosion control*, 1°. , vol. 62, no. 12. New York, 1993.
- [25] N. Birks, G. H. Meier, and F. S. Pettit, *Introduction to the high temperature oxidation of metals*, 2°. New York, 2006.
- [26] M. H. Davies, M. T. Simnad, and C. E. Birchenall, “On the mechanism and kinetics of the scaling of iron,” *J. Met.*, pp. 889–896, 1951, doi: 10.1007/bf03397397.
- [27] R. A. Rapp, “The high temperature oxidation of metals forming cation-diffusing scales,” *Metall. Trans. A*, vol. 15, pp. 765–782, 1984, doi: 10.1007/BF02667322.
- [28] C. Wagner and K. Gruenewald, “Phys. Chem.,” *Contrib. to theory tarnishing Process.* 3, tech. rep., foreign Technol. div wright-patterson afb oh, 1966.

- [29] A. Martínez, J. G. Chacon, C. Gaona, F. M. Almeraya, and J. G. Gonzalez, Oxidación en alta temperatura. .
- [30] B. Shivajirao, “The origins of digital image processing & application areas in digital image processing medical images,” IOSR J. Eng., vol. 1, no. 1, pp. 66–71, 2011, doi: 10.9790/3021-0116671.
- [31] A. Martinez Nistal, Manual de telepatología (Bases teoricas, digitalización y análisis de imágenes). España, 2001.
- [32] A. Domínguez Torres, “Procesamiento digital de imágenes,” Perfiles Educativos, no. 72, pp. 1–11, 1996.
- [33] R. Wayne, “Fiji, ImageJ, Image processing and Analysis in Java.” Maryland, EE.UU.
- [34] W. Callister and D. Rethwisch, Materials science and engineering an introduction, 8°. Estados Unidos, 2010.
- [35] ASTM, Standard guide for preparation of metallographic specimens. Estados Unidos, 2007, pp. 1–12.
- [36] ASTM, Standard test methods for estimating the depth of decarburization of steel specimens. Estados Unidos, 2005, pp. 1–10.
- [37] Indian Standard, Methods of measuring decarburized. New Delhi, 2003, pp. 1–10.
- [38] J. N. Miller and J. C. Miller, Estadística y quimiometría para química analítica, 4°. Madrid, 2002.
- [39] C. M. Madrid, La inferencia estadística, 1°. Madrid, 2014.