

8. EXPERIENCIAS EN EL TRATAMIENTO TÉRMICO DE ACEROS PARA ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS EN DUREZA ROCKWELL C

Resumen Los laboratorios que siguen la norma ISO/IEC 17025 deben asegurar la validez de los resultados cuando ejecutan rutinariamente calibraciones y ensayos, en el caso de la dureza Rockwell, varios de los procedimientos de aseguramiento involucran el uso de materiales homogéneos, a excepción de los materiales de referencia certificados, los aceros en estado de suministro comercial presentan una no homogeneidad en la dureza bastante alta y después

H. F. MARTINEZ-REYES¹, B. SETH-ESCOBAR², J. A. VILLEGAS-MESA³, L. C. MURILLO YARCE³, J. S. MARÍN-CHICAIZA³; D. A. OCAMPO³ |
martinezh@misena.edu.co; bases@misena.edu.co; javillegas67@misena.edu.co

¹ Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria ASTIN-SENA, GIDEMP, Cali- Colombia

² Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria ASTIN-SENA, Cali- Colombia

³ Centro Nacional de Asistencia Técnica a la Industria ASTIN-SENA, SIA, Cali- Colombia

Palabras clave: Tratamiento térmico, material de referencia, dureza Rockwell, homogeneidad

del tratamiento térmico comercial, esta persiste. En el presente trabajo se realiza el control de los parámetros de ciclos de tratamiento térmico para tres aceros (AISI 4140, AISI O1 y uno similar al AISI D2), con el fin de obtener una homogeneidad cercana a las estipuladas en la norma ASTM E18-19 para los rangos de dureza de la escala Rockwell C referentes a los bloques patrón. Para confirmar la homogeneidad de los tratamientos térmicos se realizaron mediciones de dureza

HRC en un durómetro previamente verificado y análisis metalográficos, encontrando que la variación de temperaturas del tratamiento térmico influye en la homogeneidad de la dureza.

EXPERIENCIAS EN EL TRATAMIENTO TÉRMICO DE ACEROS PARA ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS EN DUREZA ROCKWELL C

1. Introducción

Los laboratorios que se rigen por la norma ISO/IEC 17025 [1] deben asegurar la validez de los resultados de acuerdo con el numeral 7.7; en el caso del ensayo de dureza Rockwell C, se pueden usar entre otros los siguientes procedimientos: utilizar materiales homogéneos en dureza, con el fin de realizar gráficos de control; repetir el ensayo en el tiempo utilizando la misma muestra, método y equipo; el uso habitual de materiales de referencia certificados y la repetición de los ensayos para ítems retenidos entre otros. Si se piensa en la realización de comparaciones Inter laboratorios o el uso de los resultados para la elaboración de gráficos de control, estudios de precisión intermedia, etc., la homogeneidad del material entre otras [2] juega un papel importante en la explicación de la dispersión de las mediciones obtenidas por el laboratorio. El desarrollo de materiales homogéneos para su uso en estos propósitos es campo de investigación de institutos nacionales de metrología como NIST [3], fabricantes de materiales de referencia [4] y la academia [5]; en

nuestro caso el interés se centra en la evaluación de materiales disponibles comercialmente para su posterior modificación por tratamiento térmico y evaluación de la homogeneidad de la dureza a partir de técnicas estadísticas, con el fin de sustituir algunos de los procedimientos de aseguramiento de la validez de los resultados con el uso de materiales disponibles localmente y dejar solo los materiales de referencia certificados que no se producen en el país para las verificaciones del durómetro de acuerdo con el numeral A1.4.1 de la norma ASTM E18-19 [6].

2. Procedimiento experimental

Se estudió la norma NIST1991. Microstructure, Composition, and Hardness, of Rockwell C Hardness Blocks, para analizar que aceros se utilizan para fabricar materiales de referencia [3]. Adicionalmente se tuvo en cuenta la templabilidad de los aceros, y de estos se seleccionaron tres referencias de aceros disponibles comercialmente para realizar los experimentos.

Los aceros seleccionados se sometieron a un corte, mecanizado y rectificado, con el fin de caracterizar mediante un análisis de composición química por Espectrometría de Emisión Atómica por Descarga Electroluminiscente (siglas en inglés GD-OES) en un espectrómetro Horiba GD Profiler 2. Las muestras se sometieron a un ciclo de tratamiento térmico, en el cual se utilizó un horno tipo mufla para el calentamiento y un baño de sales para el enfriamiento. Se rectificó de nuevo la superficie de la muestra, y se midió su rugosidad con un Rugosímetro Marsurf GD120 utilizando un palpador de 2 μm de diámetro. Para la toma de huellas de dureza Rockwell C, se utilizó un durómetro United Tru- Blue II. Los análisis metalográficos de cada una de las muestras tratadas térmicamente se realizaron utilizando equipos de preparación de muestras marca Buehler, un microscopio metalográfico Olympus PME3 y el Metals Handbook [8] para la

EXPERIENCIAS EN EL TRATAMIENTO TÉRMICO DE ACEROS PARA ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS EN DUREZA ROCKWELL C

identificación de la microestructura. Lo anterior, se hizo con el objetivo de evaluar la modificación en los parámetros de interés debido al tratamiento y su desviación respecto a la norma ASTM E18-19 referente a bloques patrón (ver tabla 1).

Inicialmente los aceros 1 y 2 se sometieron a un proceso de corte en una sierra mecánica con abundante líquido refrigerante y posterior se mecanizaron en torno convencional GH1440A girando a 385 rpm con un avance de 20 μm para obtener 2 muestras

por cada material con un diámetro aproximado de 50,8 mm y 8,6 mm de espesor. El acero 3 se sometió a un proceso de corte en sierra mecánica para extraer una muestra de aproximadamente 53,7 mm de largo por 42,76 mm de ancho por 9,82 mm de espesor; finalmente todas las muestras se rectificaron utilizando una rectificadora marca ELB SCHLIFF hasta dejar caras paralelas, con abundante refrigerante, una piedra girando a 3600 rpm y con un avance de 20 μm . Posteriormente, se realizó un análisis de composición química.

Cada una de las muestras se sometió a dos ciclos diferentes de tratamiento térmico, de acuerdo con las figuras 1 al 5. Una vez finalizado, se le realizó nuevamente un proceso de rectificado con abundante refrigerante por ambas caras para eliminar cualquier capa de decarburización que se haya formado. A continuación, se midió la rugosidad, obteniendo un valor promedio que oscila para los tres aceros entre $R_a = 0,7208 \mu\text{m}$ y $R_a = 0,9760 \mu\text{m}$.

Con el fin de determinar la homogeneidad de cada uno de los materiales producto del tratamiento térmico se limpió la superficie de cada muestra con alcohol etílico y sobre una de las caras se realizó una cuadrícula de aproximadamente 3 mm de lado (ver figura 1) posteriormente se tomaron huellas de dureza Rockwell C en un sitio aproximado al centro de cada cuadrícula, para ello se utilizó un durómetro y la norma ASTM E18-19.

Tabla 1. Máxima no uniformidad de los bloques estandarizados.

Dureza	Dureza nominal estandarizada de bloques patrón	Rango máximo de la no uniformidad (HR units)
HRC	>20-<60	1.0
HRC	>60-<70	0.5

Tomado de la norma ASTM E18-19 [6]

**EXPERIENCIAS EN EL
TRATAMIENTO TÉRMICO DE
ACEROS PARA ASEGURAMIENTO
DE LA VALIDEZ DE LOS
RESULTADOS EN DUREZA
ROCKWELL C**

1er Ciclo de tratamiento térmico AISI 01

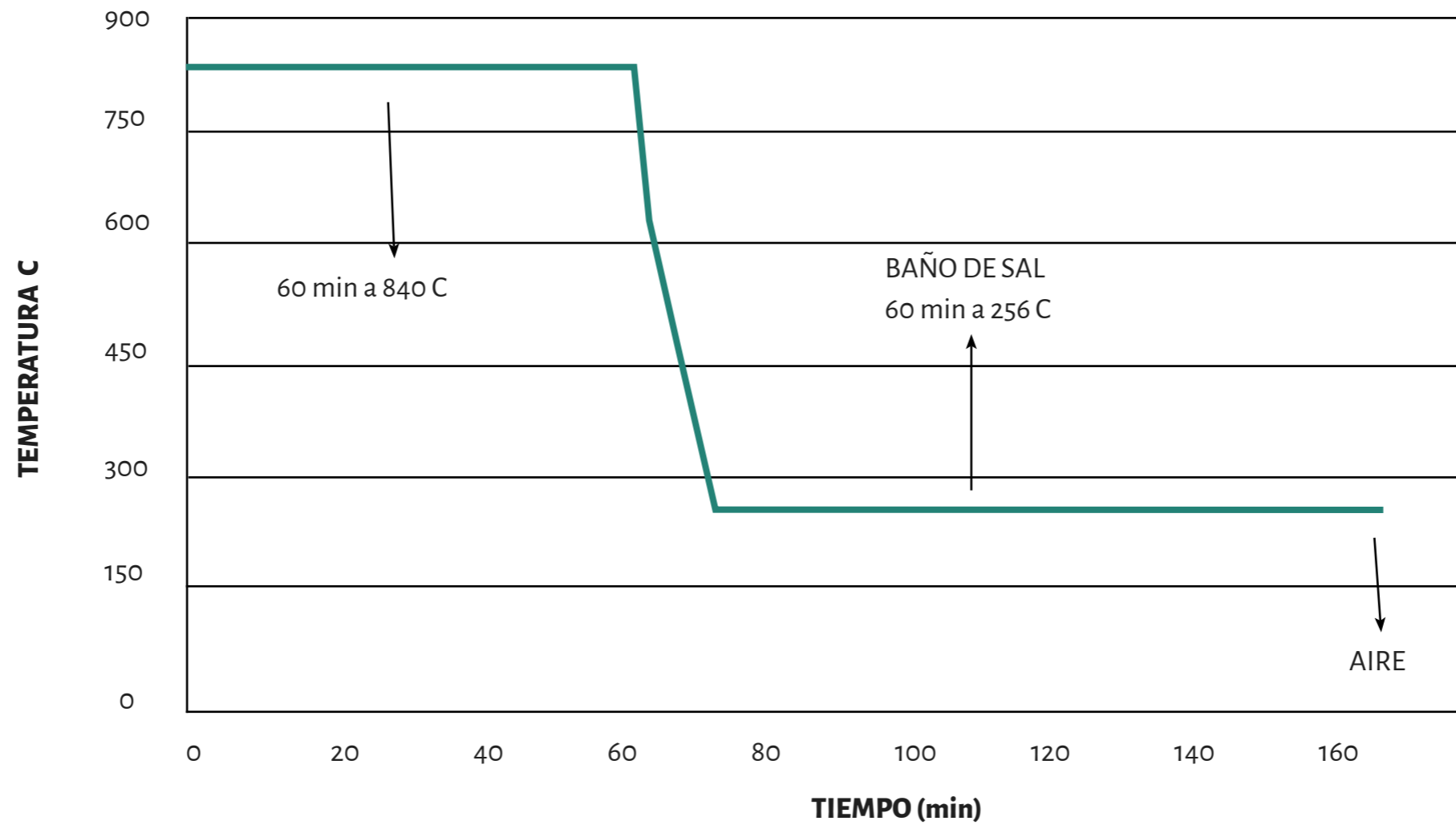


Figura 1. Primer ciclo de tratamiento térmico para el acero AISI O1.

**EXPERIENCIAS EN EL
TRATAMIENTO TÉRMICO DE
ACEROS PARA ASEGURAMIENTO
DE LA VALIDEZ DE LOS
RESULTADOS EN DUREZA
ROCKWELL C**

1er Ciclo de tratamiento térmico AISI 4140

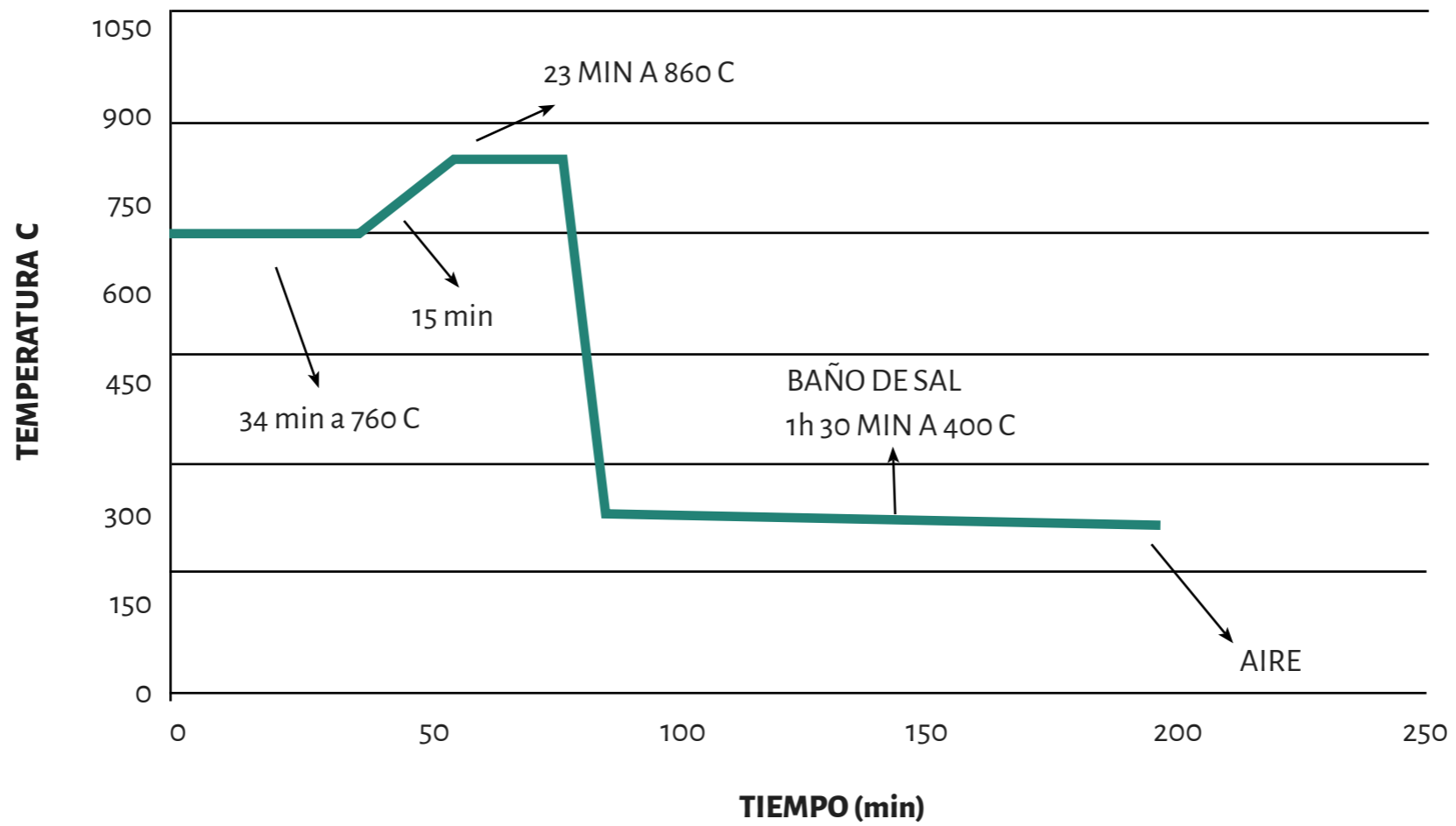


Figura 2. Primer ciclo de tratamiento térmico para el acero AISI 4140.

**EXPERIENCIAS EN EL
TRATAMIENTO TÉRMICO DE
ACEROS PARA ASEGURAMIENTO
DE LA VALIDEZ DE LOS
RESULTADOS EN DUREZA
ROCKWELL C**

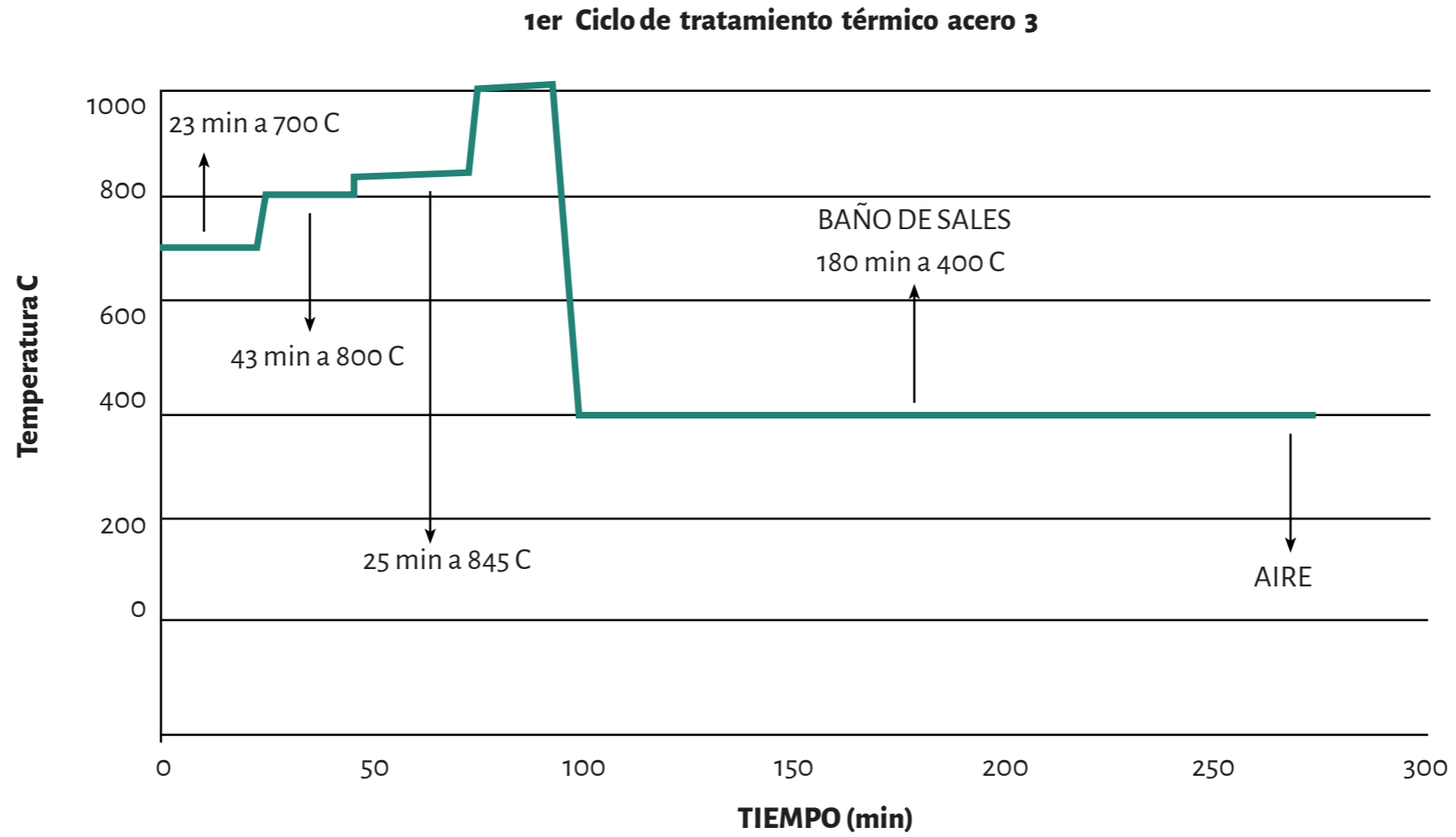


Figura 3. Primer ciclo de tratamiento térmico para el acero 3.

**EXPERIENCIAS EN EL
TRATAMIENTO TÉRMICO DE
ACEROS PARA ASEGURAMIENTO
DE LA VALIDEZ DE LOS
RESULTADOS EN DUREZA
ROCKWELL C**

2do Tratamiento térmico AISI 4140 y AISI 01

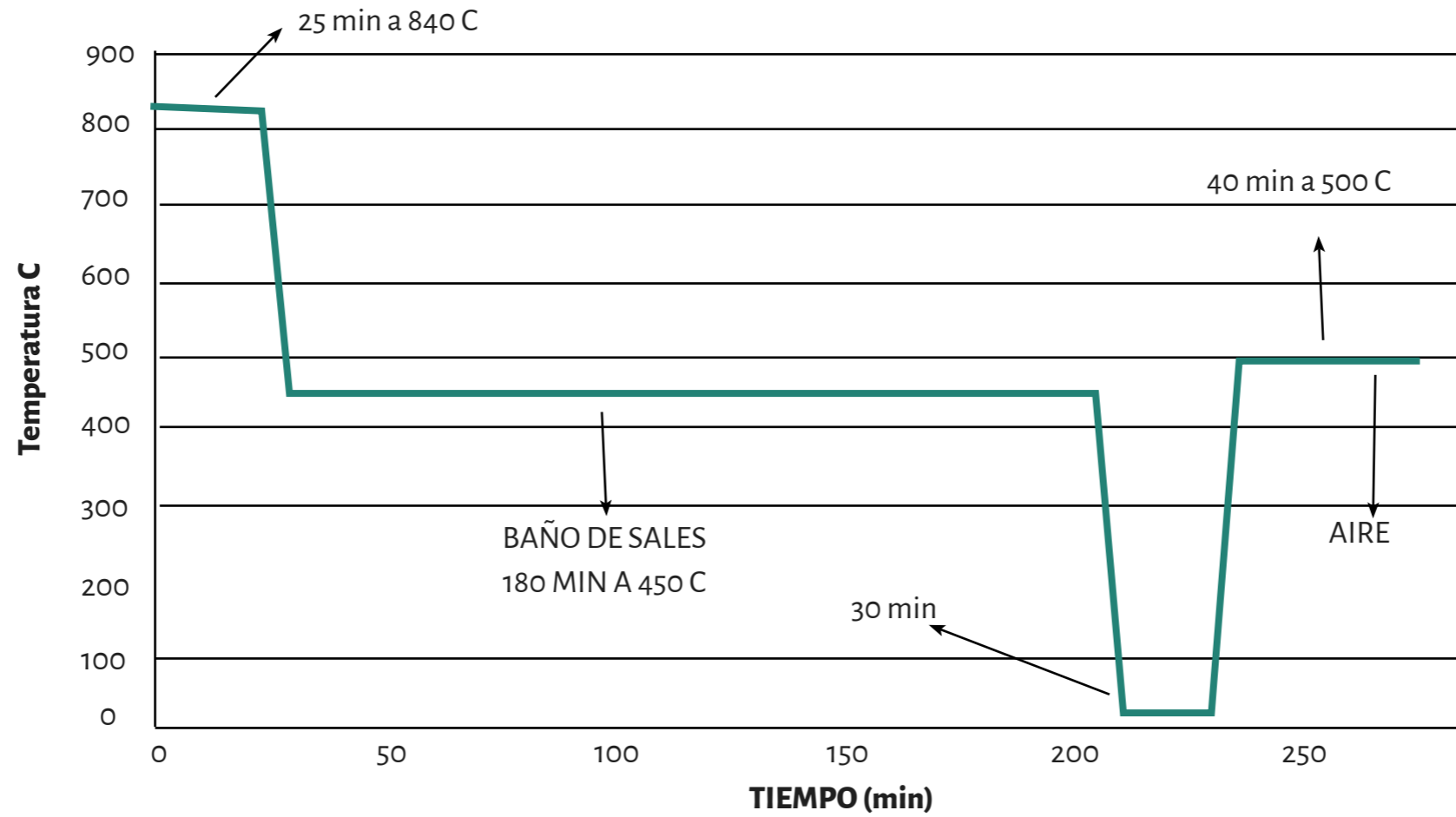


Figura 4. Segundo ciclo de tratamiento térmico para los aceros AISI 01 y AISI 4140.

**EXPERIENCIAS EN EL
TRATAMIENTO TÉRMICO DE
ACEROS PARA ASEGURAMIENTO
DE LA VALIDEZ DE LOS
RESULTADOS EN DUREZA
ROCKWELL C**

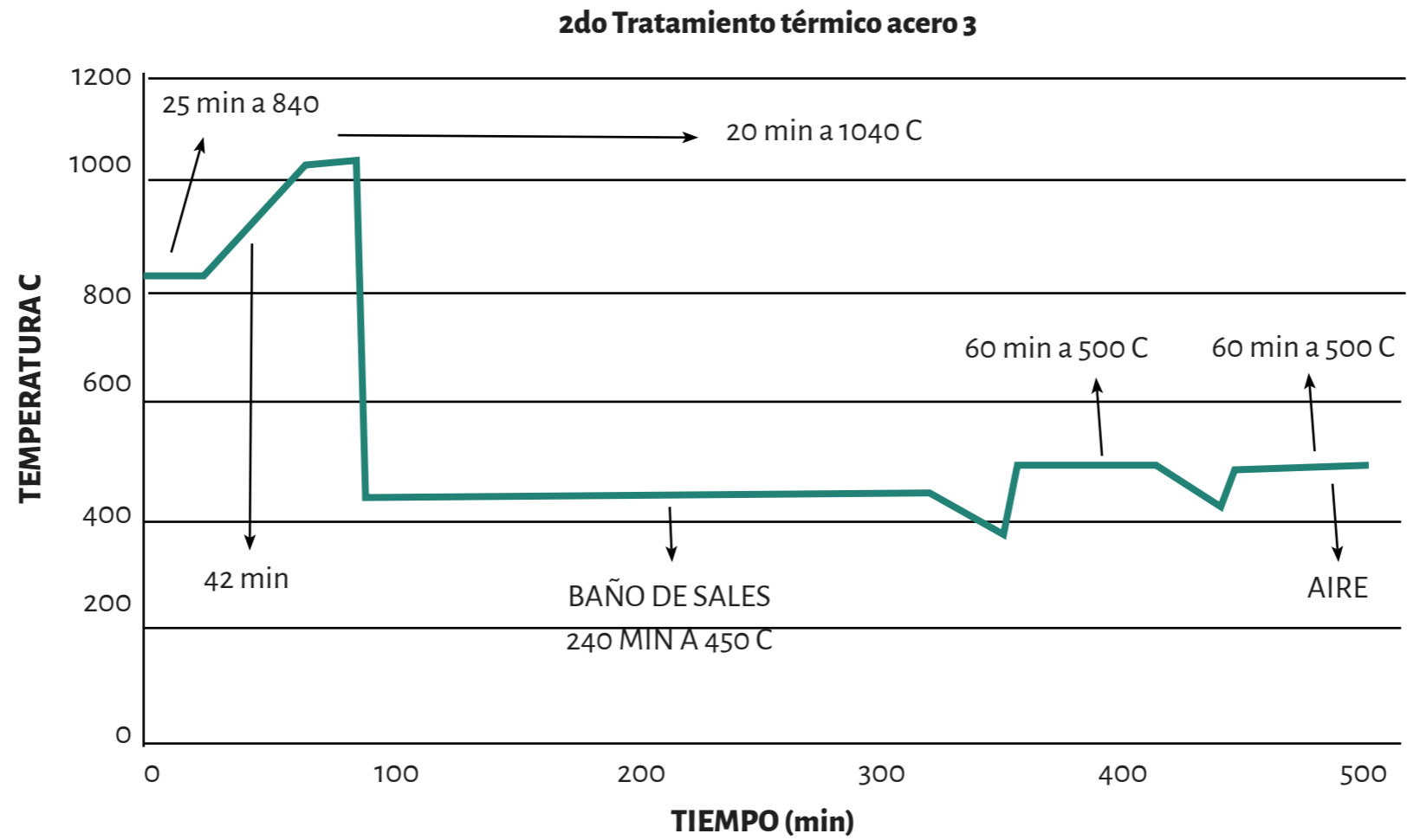


Figura 5. Segundo ciclo de tratamiento térmico para el acero 3.

EXPERIENCIAS EN EL TRATAMIENTO TÉRMICO DE ACEROS PARA ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS EN DUREZA ROCKWELL C

La muestra se dividió en cuatro cuadrantes para realizar un análisis estadístico indagando si las medias de los cuatro cuadrantes eran iguales (ver figura 6) por medio de un análisis ANOVA y un diagrama de cajas y bigotes. Posteriormente, el rango obtenido de restar el valor máximo y el valor mínimo de dureza Rockwell C encontrado en cada muestra tratada térmicamente se comparó directamente con el rango estipulado en la tabla A4.2 de la norma ASTM E18-19 (ver tabla 1) para determinar el grado de cumplimiento del requisito. Gráficamente se realizó un mapa de contorno para cada material a partir de los valores de dureza obtenidos y la posición relativa al centro de cada huella de dureza.

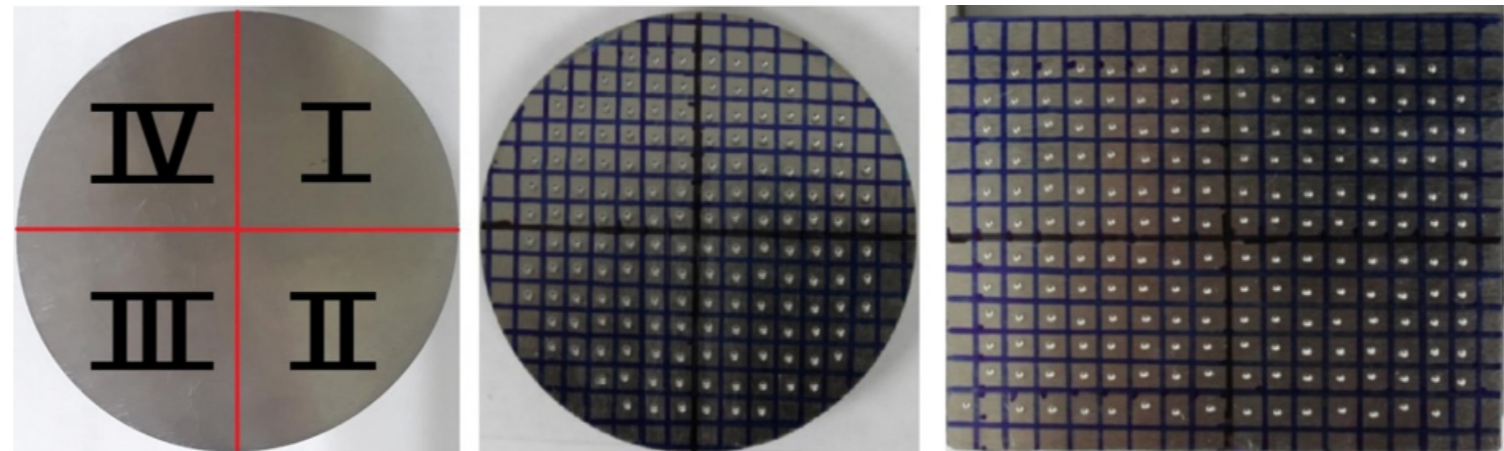


Figura 6. Subdivisión en cuadrantes y patrón de cuadrícula realizado en las muestras.

EXPERIENCIAS EN EL TRATAMIENTO TÉRMICO DE ACEROS PARA ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS EN DUREZA ROCKWELL C

3. Resultados y discusión

Los análisis de composición química se muestran en las tablas 2 a 4 los cuales se compararon con la literatura [7]. Los aceros corresponden al AISI O1 (acero 1), AISI 4140 (acero 2) y el último por su contenido de C y Cr no corresponde a los rangos establecidos para las designaciones definidas en la clasificación AISI. Sin embargo, se encuentran dentro de la serie D por su alto contenido de carbono y cromo. Por lo tanto, en el resto del presente artículo se referencia como acero 3.

Tabla 2. Resultados del análisis de composición química obtenidos por GD-OES para el acero **AISI O1**

Elementos	C	Si	Mn	Co	Cr	Mo	Ni
%	0.8604	0.2892	1.2694	0.0035	0.5003	0.0078	0.0622
Elementos	V	W	P	S	Nb	Cu	Al
%	0.0762	0.4685	0.0118	0.0054	0.0036	0.0088	0.01576

Tabla 3. Resultados del análisis de composición química obtenidos por GD-OES para el acero **AISI 4140**

Elementos							
%	0.4142	0.2084	0.9387	0.0068	1.0159	0.1784	0.0768
Elementos	V	W	P	S	Nb	Cu	Al
%	0.0072	0.0108	0.0218	0.0222	0.0041	0.0624	0.0004

Tabla 4. Resultados del análisis de composición química obtenidos por GD-OES para el **acero 3**

%	1.0060	0.2755	0.3255	0.0067	10.4380	0.7720	0.2579
Elementos	V	W	P	S	Nb	Cu	Al
Elementos	C	Si	Mn	Co	Cr	Mo	Ni
%	0.8300	0.0975	0.0227	0.0044	0.0001	0.0719	0.0312

EXPERIENCIAS EN EL TRATAMIENTO TÉRMICO DE ACEROS PARA ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS EN DUREZA ROCKWELL C

3.1 Acero AISI O1

Después de evaluar los dos ciclos de tratamientos térmicos aplicados a cada una de las muestras se encontró que el primer ciclo de tratamiento (ver figura 1) presenta el menor valor (1,95) de rango de durezas (ver tabla 5), aunque este valor no es suficiente para cumplir los requisitos de homogeneidad establecidos en la norma ASTM E18-19. Se realizó un patrón de huellas de dureza Rockwell C sobre cada una de las muestras tratadas térmicamente obteniendo un mapa de contorno como se observa en la figura 7. Allí se puede apreciar que la distribución de zonas de mayor y menor dureza está más concentrada en un cuadrante de acuerdo con la escala de colores.

La microestructura del acero AISI O1, primer ciclo de tratamiento térmico (figura 8 y 9), consiste en una matriz principalmente de martensita con carburos segregados en forma de bandas (zonas claras). Vidal y colaboradores [9] lograron la homogeneidad con

aceros de alto y bajo carbono con bajos contenidos de azufre y fósforo obteniendo una microestructura homogénea de martensita revenida para el rango de dureza de 35 HRC a 55 HRC utilizando un tratamiento térmico de temple en aceite y revenido, pero no se especifican los parámetros del ciclo de tratamiento.

Se compararon las medias de los cuatro cuadrantes (ver figura 6) y se encontraron diferencias significativas entre ellos tal como se aprecia en la tabla 6 de anova; ya que el valor p para la razón F es menor a 0,05 y también se puede apreciar el mismo comportamiento en el diagrama de cajas y bigotes (ver figura 10)

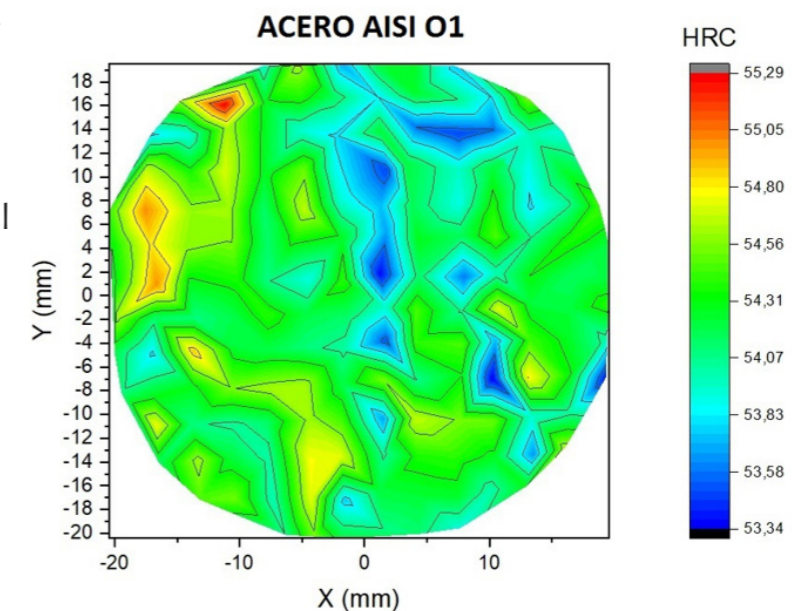


Figura 7. Distribución de durezas HRC en la muestra de acero AISI O1 después del primer ciclo de tratamiento térmico

**EXPERIENCIAS EN EL
TRATAMIENTO TÉRMICO DE
ACEROS PARA ASEGURAMIENTO
DE LA VALIDEZ DE LOS
RESULTADOS EN DUREZA
ROCKWELL C**

Tabla 5. Resultados de la medición del rango de durezas en los dos tratamientos para el acero

Rango de dureza HRC		
Primer tratamiento térmico	Segundo tratamiento térmico	Máximo permitido por la norma ASTME18-19
1.95	3.31	1.0

Tabla 6. Tabla de anova para la comparación de los 4 cuadrantes para el acero AISI O1 del primer

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón - F	Valor - P
Entre grupos	2.69194	3	0.897313	8.52	0.0000
Intra grupos	16.8471	160	0.105295	*	*
Total (Corr)	19.5391	163	*	*	*

**EXPERIENCIAS EN EL
TRATAMIENTO TÉRMICO DE
ACEROS PARA ASEGURAMIENTO
DE LA VALIDEZ DE LOS
RESULTADOS EN DUREZA
ROCKWELL C**

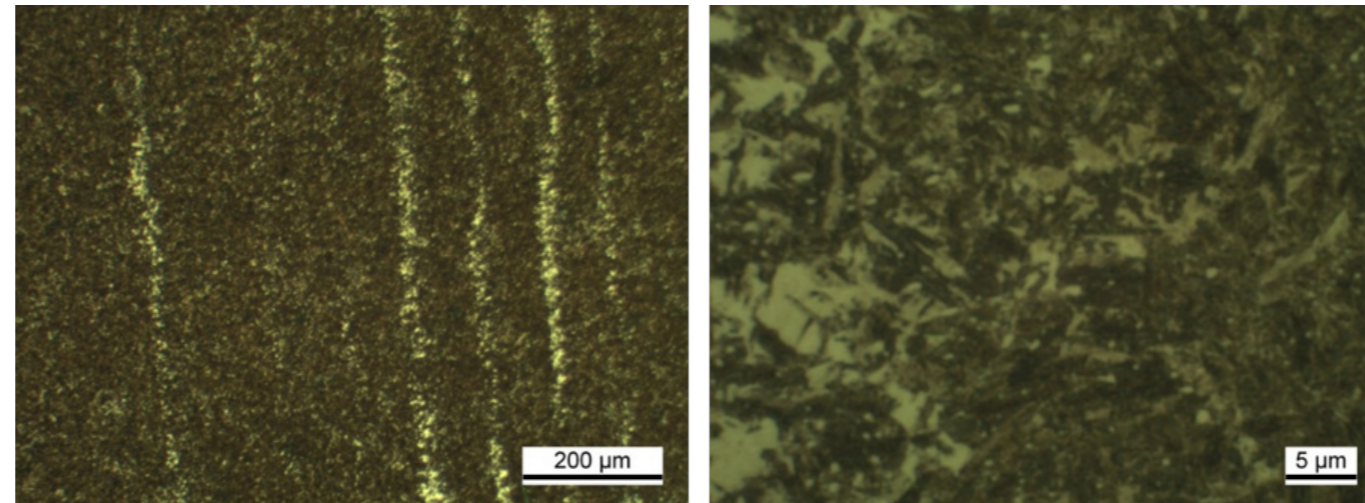


Figura 8 y 9. Micrografía de la muestra acero AISI O1 a diferentes magnitudes. Sección longitudinal. Se observa una microestructura de matriz martensítica con carburos segregados. Nital 2%.

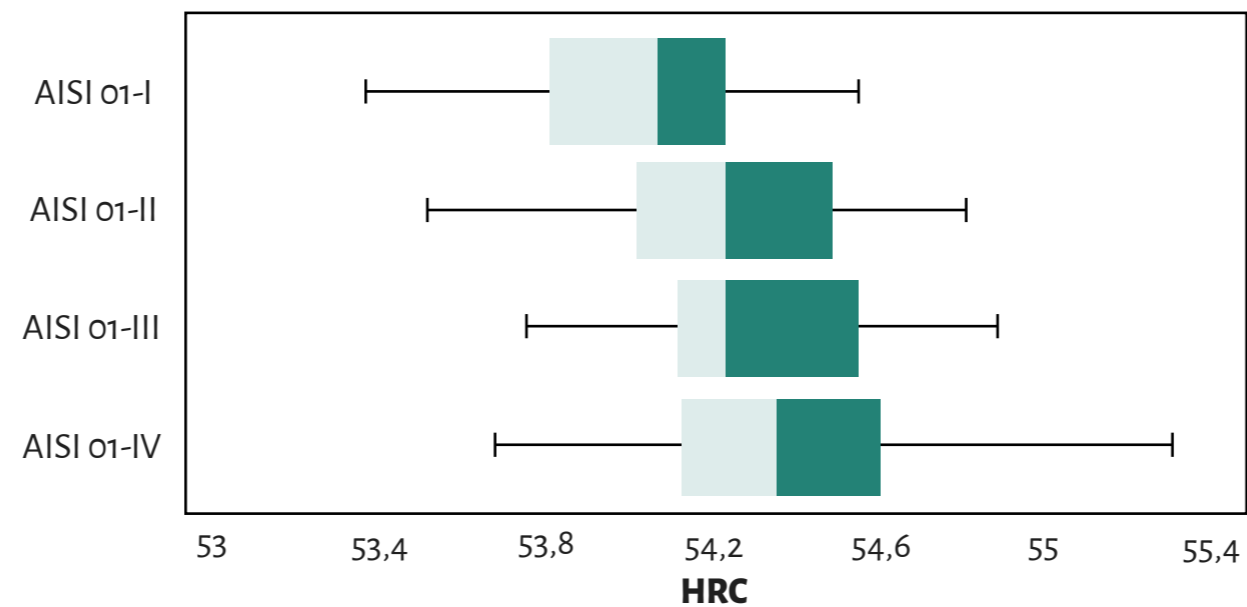


Figura 10. Diagrama de cajas y bigotes para el acero AISI O1 del primer ciclo de tratamiento térmico

EXPERIENCIAS EN EL TRATAMIENTO TÉRMICO DE ACEROS PARA ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS EN DUREZA ROCKWELL C

3.2 Acero AISI 4140

Después de evaluar los dos ciclos de tratamientos térmicos aplicado a cada una de las muestras se encontró que el segundo ciclo de tratamiento (ver figura 4) presenta el menor valor de rango de durezas (ver tabla 7), aunque este valor no es suficiente para cumplir los requisitos de homogeneidad establecidos en la norma ASTM E18-19. Se realizó un patrón de huellas de dureza Rockwell C sobre cada una de las muestras tratadas térmicamente obteniendo un mapa de contorno como se observa en la figura 11. Allí se puede apreciar que la distribución de zonas de mayor y menor dureza es más aleatoria de acuerdo con la escala de colores.

La microestructura del acero AISI 4140, segundo ciclo de tratamiento térmico (figura 12 y 13), consiste en una matriz principalmente de perlita y bainita. A diferencia de Vidal y colaboradores [9] y NIST [3] para estos valores de dureza la microestructura obtenida es martensita revenida. Se compararon las medias de los cuatro cuadrantes (ver figura 6) y se encontraron diferencias significativas entre ellos tal como se aprecia en la tabla 8 de anova; ya que el valor p para la razón F es menor a 0,05 y también se puede apreciar en el diagrama de cajas y bigotes (ver figura 14)

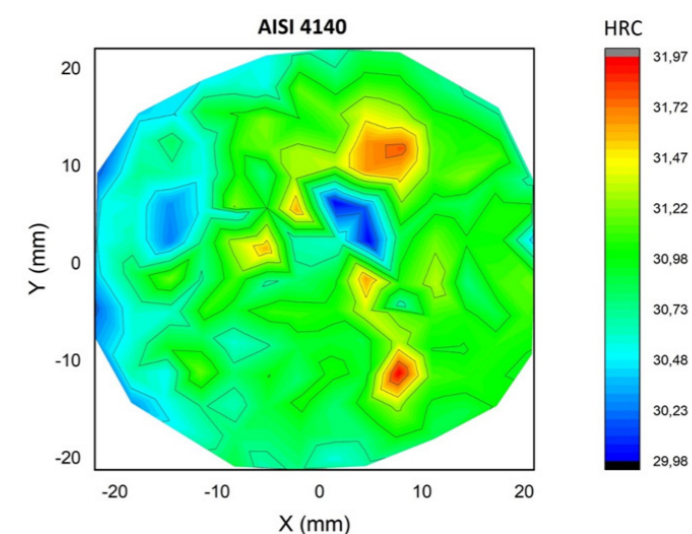


Figura 11. Distribución de durezas HRC en la muestra de acero AISI 4140 después del segundo ciclo de tratamiento térmico.

**EXPERIENCIAS EN EL
TRATAMIENTO TÉRMICO DE
ACEROS PARA ASEGURAMIENTO
DE LA VALIDEZ DE LOS
RESULTADOS EN DUREZA
ROCKWELL C**

Tabla 7. Resultados de medición del rango de durezas en los dos tratamientos para el acero AISI 4140

Rango de dureza HRC		
Primer tratamiento térmico	Segundo tratamiento térmico	Máximo permitido por la norma ASTME18-19
19.98	1.98	1.0

Tabla 8. Tabla de anova para la comparación de los 4 cuadrantes para el acero AISI 4140 del segundo ciclo de tratamiento térmico.

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón - F	Valor - P
Entre grupos	1.99431	3	0.664769	6.51	0.0004
Intra grupos	15.9204	156	0.102054	*	*
Total (Corr)	17.9147	159	*	*	*

EXPERIENCIAS EN EL TRATAMIENTO TÉRMICO DE ACEROS PARA ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS EN DUREZA ROCKWELL C

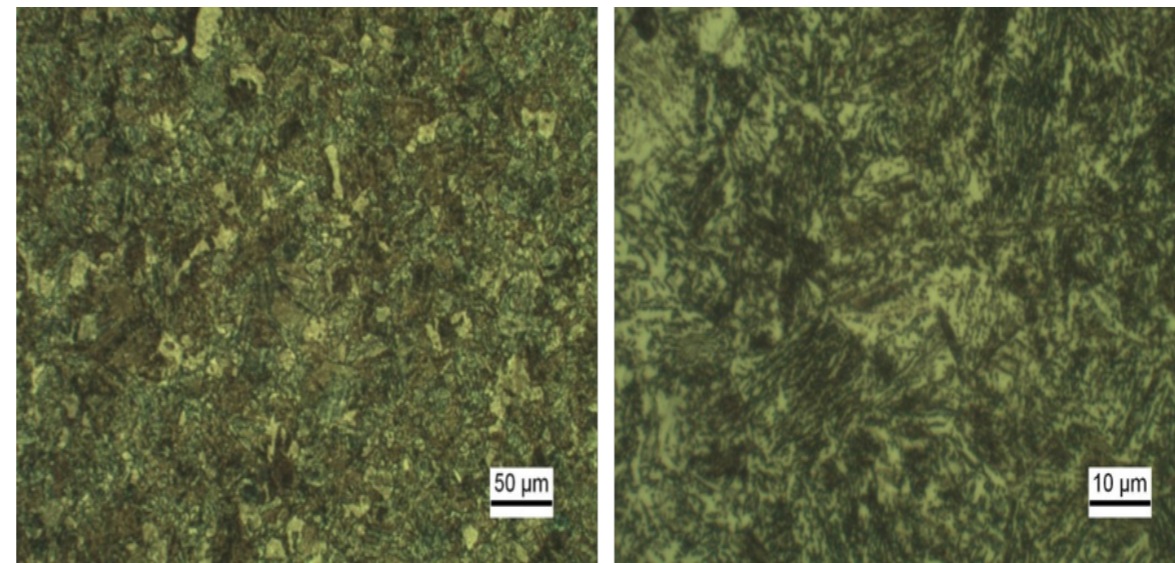


Figura 12 y 13. Micrografía de la muestra acero AISI 4140 a diferentes aumentos. Sección longitudinal. Se observa una microestructura de perlita y bainita. Nital 2%.

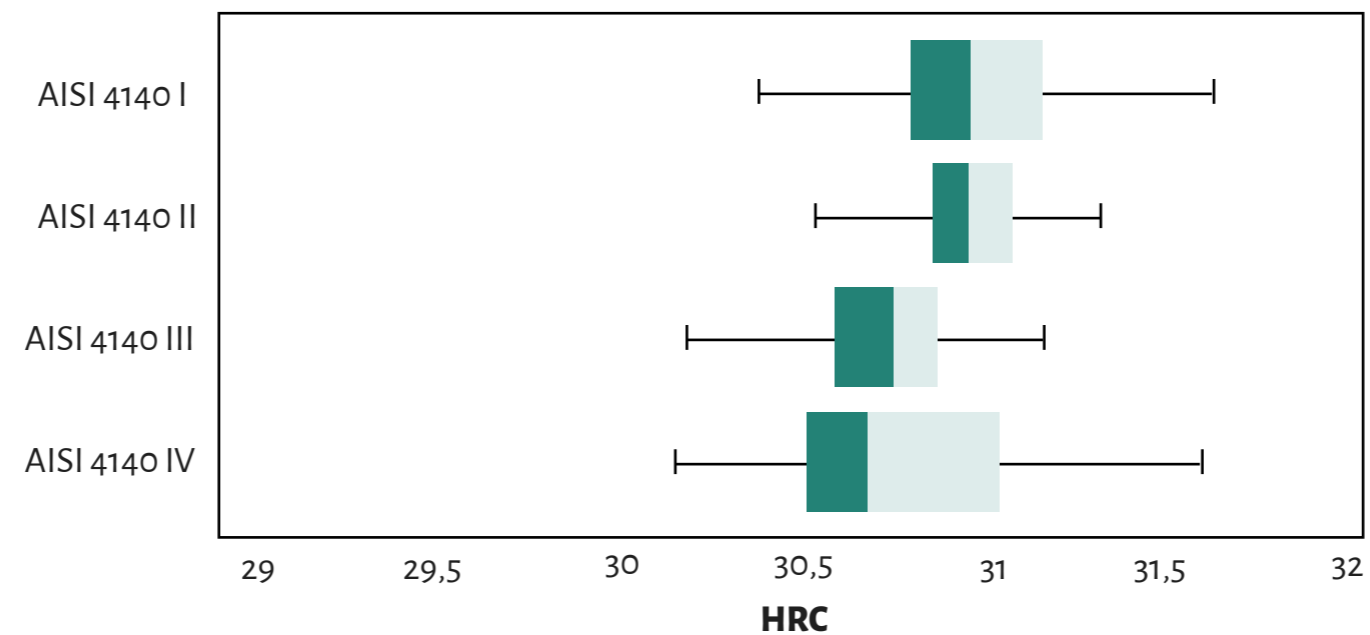


Figura 14. Diagrama de cajas y bigotes para el acero AISI 4140 del segundo ciclo de tratamiento térmico

EXPERIENCIAS EN EL TRATAMIENTO TÉRMICO DE ACEROS PARA ASEGURAMIENTO DE LA VALIDEZ DE LOS RESULTADOS EN DUREZA ROCKWELL C

3.3 Acero 3

Después de evaluar los dos ciclos de tratamientos térmicos aplicado a cada una de las muestras se encontró que el segundo ciclo de tratamiento (ver figura 4) presenta el menor valor de rango de durezas (ver tabla 9), aunque este valor no es suficiente para cumplir los requisitos de homogeneidad establecidos en la norma ASTM E18-19. Se realizó un patrón de huellas de dureza Rockwell C sobre cada una de las muestras tratadas térmicamente obteniendo un mapa de contorno como se observa en la figura 15. Allí se puede apreciar que la distribución de zonas de mayor y menor dureza está sesgada en zonas de

acuerdo con la escala de colores.

La microestructura del acero 3, segundo ciclo de tratamiento térmico (figura 16 y 17), consiste en una matriz martensítica con carburos de diferentes tamaños alineados formando bandas.

Se compararon las medias de los cuatro cuadrantes (ver figura 6) y se encontraron diferencias significativas entre ellos tal como se aprecia en la tabla 10 de anova; ya que el valor p para la razón F es menor a 0,05 y también se puede apreciar en el diagrama de cajas y bigotes (ver figura 18)

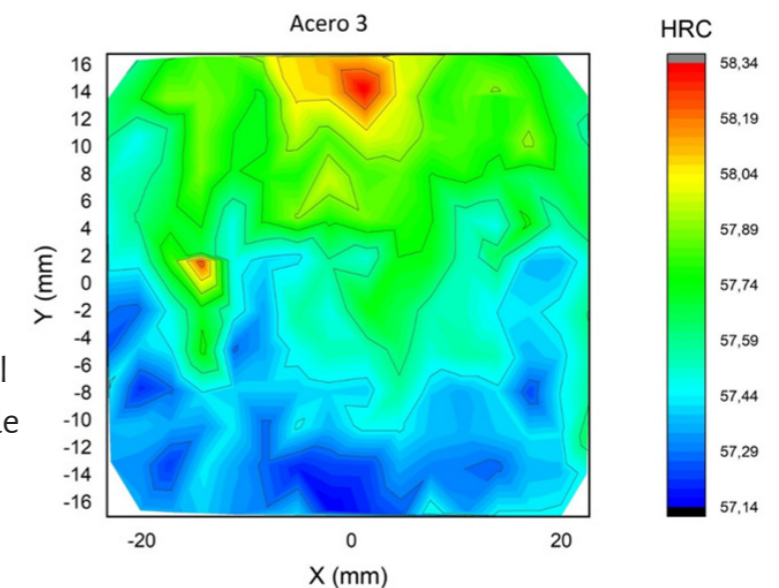


Figura 15. Distribución de durezas HRC en la muestra de acero 3 después del segundo ciclo de tratamiento térmico.

**EXPERIENCIAS EN EL
TRATAMIENTO TÉRMICO DE
ACEROS PARA ASEGURAMIENTO
DE LA VALIDEZ DE LOS
RESULTADOS EN DUREZA
ROCKWELL C**

Tabla 9. Resultados de la medición del rango de durezas en los dos tratamientos para el acero 3

Rango de dureza HRC		
Primer tratamiento térmico	Segundo tratamiento térmico	Máximo permitido por la norma ASTM E18-19
1.59	1.20	1.0

Tabla 10. Tabla de anova para la comparación de los 4 cuadrantes para el acero 3 del segundo ciclo de tratamiento térmico.

Fuente	Suma de cuadrados	Gl	Cuadrado medio	Razón - F	Valor - P
Entre grupos	6.45429	4	1.61357	57.81	0.0000
Intra grupos	6.41941	230	0.0279105	*	*
Total (Corr)	12.8737	234	*	*	*

**EXPERIENCIAS EN EL
TRATAMIENTO TÉRMICO DE
ACEROS PARA ASEGURAMIENTO
DE LA VALIDEZ DE LOS
RESULTADOS EN DUREZA
ROCKWELL C**

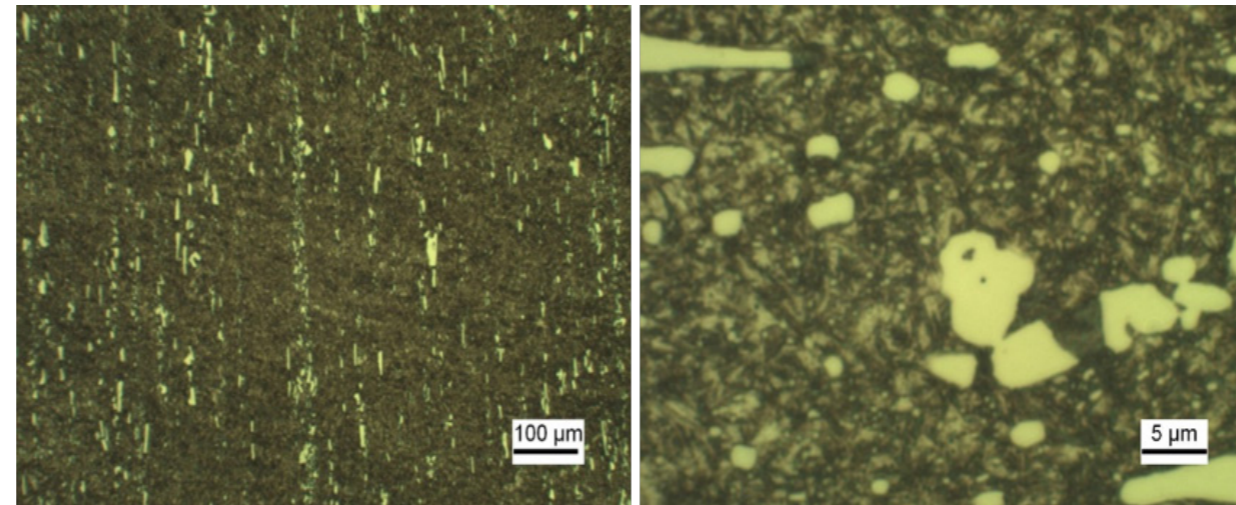


Figura 16 y 17. Micrografía de la muestra acero 3 a diferentes aumentos. Sección longitudinal. Se observa una microestructura de martensita y carburos de diferentes tamaños. Nital 2%.w

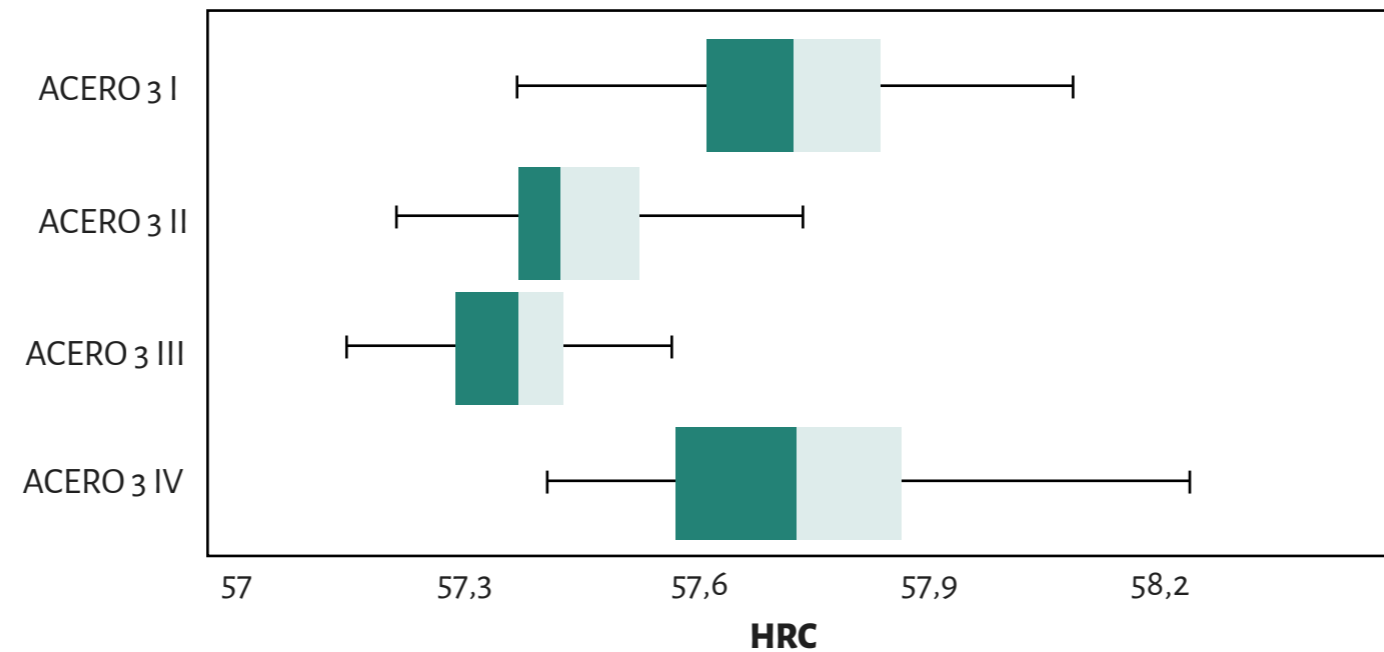


Figura 18. Diagrama de cajas y bigotes para el acero 3 del segundo ciclo de tratamiento térmico.w

4. Conclusiones

Los tiempos y las temperaturas de enfriamiento de las muestras en los tratamientos térmicos en baños de sales, determinan el porcentaje obtenido de una microestructura como la bainita o la martensita.

Los cuales pueden ser afectados por deficiencias del sistema de control del horno y por el aseguramiento metrológico de las termocuplas.

Los carburos agrupados en forma de bandas para el acero AISI 01 y las diferencias del tamaño de los carburos pueden afectar el valor de dureza. A comparación del acero 3 que presenta un bandeado menor, donde la distribución de los carburos es más homogénea y se logran valores de dureza con menor dispersión.

El tiempo transcurrido para que la muestra pase de la temperatura de austenización a la temperatura del baño de sales, determina la formación de microestructuras que no son deseables para obtener una dureza homogénea.

La experiencia obtenida con los tres aceros propuestos y los respectivos ciclos de tratamiento

térmico no permiten asegurar la validez de los resultados para dureza Rockwell C; debido a que las diferencias en el rango no cumplen con el máximo permitido definido en la norma ASTM E18:19.

5. Referencias

- [1] ISO2017. ISO 17025 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. (Suiza:Ginebra).
- [2] Mitutoyo2005. La importancia de los patrones de dureza. Mundo Mitutoyo Mexico. 154, 9-10.
- [3] NIST1991. Microstructure, Composition, and Hardness, of Rockwell C Hardness Blocks. (USA:Bouldel, Colorado).
- [4] Tandean Tan, V. 2009. Heat Treatment Optimization in the Manufacture of Wilson Rockwell Steel Hardness Test Blocks. (USA: Cambridge).
- [5] Aleksandrov Fabijanić T., Franz M. and Alar, Ž. Influential factors on hardness uniformity of

Vickers hardness blocks for high hardness range 2016 Measurement, 78, 358-365.

[6] ASTM E18-19, 2019 Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials. (USA: West Conshohocken, PA).

[7] Verlag Stahlschlüssel Wegst GMBH 2016. Stahlschlüssel key to Steel. (Marbach: Verlag Stahlschlüssel Wegst GMBH).

[8] ASM International1985. Metallography and Microstructures. (Ohio: ASM International).

[9] Vidal A, Caminha L and Machado R The manufacture of rockwell hardness standard blocks in Brazil 2000 XVI IMEKO World Congress Vienna, AUSTRIA September 25-28.