**Original Research Article** 

# EFECTOS DE TRATAMIENTOS A BAJA TEMPERATURA SOBRE LA MICROESTRUCTURA Y PROPIEDADES DE UN ACERO DE HERRAMIENTAS PARA TRABAJO EN FRÍO

L. Aranguren<sup>a</sup>, G. López<sup>\*b</sup>, Y. Figueroa<sup>c</sup>

<sup>a,b</sup> Departamento de Mecánica. Esc. de Ingeniería y Cs. Aplicadas. Núcleo de Anzoátegui. Universidad de Oriente. Puerto La Cruz-Venezuela. <sup>c</sup> Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas (IIBCA-UDO). Núcleo de Sucre. Universidad de Oriente. Cumaná-Venezuela.

\*Autor de correspondencia, e-mail: glorys.v.lopez@gmail.com, Tlf: 0414-8144429 / 0281-2814712

Recibido: Octubre 2016. Aprobado: Octubre 2017. Publicado: Diciembre 2017.

### RESUMEN

En el presente estudio se evaluó el efecto de la aplicación de tratamientos a baja temperatura (sub-cero y criogénica) sobre la microestructura, dureza, tenacidad y resistencia al desgaste de un acero de herramientas para trabajo en frío, AISI D2. Muestras cilíndricas (Φ20mm x 3mm), fueron tratadas mediante bonificado convencional (temple al aire más revenido a 250°C) y no convencional (temple al aire más tratamiento sub-cero (-60°C) y criogénico (-196°C) con posterior etapas de revenido y doble revenido a 250°C). Se realizaron ensayos metalográficos mediante microscopía óptica (MO) cuantificando por análisis de imágenes la proporción de austenita retenida, carburos, y martensita, luego de los tratamientos. Se llevaron a cabo ensayos físicos y mecánicos de dureza Vickers (HV/100kg), impacto (Charpy con entalla en V) y tribológico de desgaste por microabrasión (Valintest), este último para evaluar la resistencia al desgaste. Se determinó que la aplicación de tratamientos a baja temperatura luego del temple ocasionó disminución de la tenacidad, pocos cambios en la dureza de temple y una drástica disminución del contenido de austenita retenida. Con el tratamiento a temperatura criogénica y posterior revenido se logró mayor disminución de austenita retenida que con el tratamiento sub-cero y mayores incrementos en resistencia al desgaste (aproximadamente 50%). Los comportamientos observados se relacionaron con una reducción de la austenita retenida durante el tratamiento criogénico y con la precipitación de carburos finos posiblemente del tipo η.

Palabras clave: acero AISI D2, tratamiento sub cero y criogénico, microestructura y propiedades.

# EFFECTS OF LOW TEMPERATURE TREATMENTS ON MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF A COLD WORK TOOL STEEL

# ABSTRACT

In the present study the effect of the application of low temperature treatments (sub-zero and cryogenic) on microstructure, hardness, toughness and wear resistance of a cold working tool steel AISI D2, was evaluated. Cylindrical samples ( $\Phi$ 20mm x 3 mm) were heat treated by conventional and unconventional air cooling plus tempering. Tempering at 250 ° C for the conventional treatment and for the unconventional one, sub-zero (-60 °C) and cryogenic (-196 °C) temperatures were applied after air cooling, followed by simple and double steps of tempering at 250 °C. Metallographic tests were conducted using optical microscopy (OM) and the proportion of retained austenite, carbides and martensite after treatments were quantified by image analysis. Vickers hardness (HV/100kg), impact (Charpy V-notch) tests were carried out to evaluate physical and mechanical properties, while tribological microabrasion test (Valintest) was used to assess the wear resistance. It was determined that the application of treatments at low temperature after quenching caused decrease in toughness, little changes in hardness, but a drastic reduction in retained austenite. Treatments which included cryogenic temperature reported grater retained austenite reduction than the sub-zero treatment and a marked improvement in wear resistance (approximately 50%). The observed behaviors were associated with a reduction of retained austenite during cryogenic treatment and possible precipitation of fine  $\eta$  carbides.

Keywords: tool steels AISI D2, sub-zero and cryogenic treatment, microstructure and properties.

# INTRODUCCIÓN

El uso de tratamientos térmicos para mejorar las propiedades mecánicas de componentes mecánicos es un arte ancestral extendido hasta nuestros días. Muchos de procesos desarrollados aplican tratamientos a los temperaturas mayores que la temperatura ambiente. El primer intento de realizar tratamientos sub-cero fue llevado a cabo a inicios del siglo 20 y el uso de tratamientos criogénicos para similares propósitos ha sido empleado desde finales de los años sesenta [1]. En la actualidad, la desconfianza inicial que se le tenía a este tipo de tratamiento ha sido erradicada y en distintas publicaciones [2-3] han sido reportados resultados de pruebas en diferentes materiales, investigaciones sobre cambios microestructurales e hipótesis sobre los mecanismos de incremento de resistencia en los materiales tratados mediante estos tratamientos. En el caso de los aceros para herramientas, es conocido que aun siendo tratados térmicamente bajo condiciones controladas, en el mejor de los casos, la presencia de austenita retenida oscila entre un 10 y 20%, la cual además de no ser estable a temperatura ambiente, al coexistir con la fase martensita genera esfuerzos en la estructura cristalina debido a que ambas poseen estructuras cristalinas distintas. Muchos autores [2-5], han reportado que un tratamiento criogénico eliminaría estos esfuerzos al convertir la mayoría de la austenita retenida en martensita y además promovería la precipitación de pequeños carburos en los aceros para herramientas. Meng [2], reportó que los finos carburos actúan como zonas duras con bajo coeficiente de fricción en el acero de composición 12,2%Cr-0,84%Mo-0,43%V-1,44%C, tratado temperatura criogénica, incrementando а notablemente la resistencia al desgaste de dicho material. Aun cuando, existen reportes que indican mejoras en propiedades mecánicas y tribológicas en aceros tratados a temperaturas sub-cero y criogénica, todavía existen aspectos sobre los cuales se discute, en especial con respecto a los parámetros de tratamiento, las condiciones previas al tratamiento, los beneficios que resultan de la aplicación de los mismos y los mecanismos internos que producen tales mejoras.

El propósito del presente estudio fue determinar si la aplicación de un tratamiento a baja temperatura, como extensión del ciclo térmico clásico, mejoraría substancialmente la vida útil de las herramientas, al obtenerse algún tipo de mejora en sus propiedades. Para tal efecto, se llevaron a cabo pruebas para corroborar la idoneidad de los tratamientos a baja temperatura como medio para mejorar las propiedades mecánicas y ante el desgaste de un acero de herramienta para trabajo en frío AISI D2, que es uno de los aceros más utilizado en la industria de conformado, específicamente en la fabricación de herramientas para mecanizado y conformado en frío de metales y aleaciones.

# MATERIALES Y MÉTODOS

#### Material

Muestras cilíndricas de acero AISI D2 (Φ20mm x 3mm) cuya composición química se indica en la Tabla 1, fueron extraídas de una barra cilíndrica, de 20 mm diámetro y 2050 mm de largo, obtenida de una distribuidora de acero local.

 Tabla 1. Composición química del acero D2.

	1 1				
Elemento	Composición (% en peso)				
	Rango Nominal	Análisis			
С	1,40 - 1,60	1,51			
Cr	11,0 - 13,0	11,08			
Mn	0,30 - 0,60	0,23			
Si	0,30 - 0,50	0,39			
Мо	0,70 - 1,20	0,72			
S	0 - 0,04	0,004			
Р	0 - 0,04	0,024			
V	1,10 máx.	0,92			

El material suministrado fue originalmente forjado, recocido a dureza de 256 HV y la condición superficial de acabado fue de mecanizado. De la barra original fueron extraídas 42 probetas a las cuales se les perforó un agujero 74 de 1/8 plg con un taladro vertical, esto con la finalidad de hacer arreglos que permitieran una buena sujeción en el tratamiento simultaneo de varias piezas. Adicionalmente, otras secciones de la barra se destinaron a la fabricación de 18 probetas Charpy, las cuales fueron mecanizadas en una fresadora, utilizando refrigeración y la entalla se realizó con una brochadora. De las probetas obtenidas, se separaron muestras representativas de la condición original, y el resto fueron destinadas para realizarles ciclos de tratamientos térmicos previamente diseñados. En la figura 1 se puede observar la geometría y apariencia de las probetas utilizadas en este estudio.





#### Tratamiento térmico del material

Todas las probetas, excepto las testigos de la condición de suministro, fueron templadas en aire, austenizando hasta 980°C y enfriando en aire quieto dichas probetas. Un grupo de éstas, fue destinado a un bonificado convencional sometiéndolo a revenido a 250°C después del temple. Otros dos grupos de probetas fueron sometidos a bonificado no convencional, donde se adicionó al temple en aire, una etapa de mantenimiento a baja temperatura con posterior enfriamiento en aire antes de revenir a 250°C. En uno de estos dos grupos esta etapa de baja temperatura consistió de un tratamiento sub-cero en el que las probetas templadas fueron sumergidas en un medio refrigerante contenido en un recipiente cerrado donde la temperatura se mantuvo en un rango comprendido entre -58 y -62 °C. En el grupo restante se hizo un tratamiento criogénico sumergiendo las muestras durante 1 hora en nitrógeno líquido, alcanzándose una temperatura de -196°C. Se aseguró en lo posible 3 probetas testigos de cada condición de tratamiento. En la Tabla 2 se indica el tipo de tratamiento realizado, el código de cada condición alcanzada y su correspondiente descripción.

Tabla 2. Nomenclatura, descri	pción e ilustración d	le las etapas de	e tratamientos	diseñados p	oara el acero	D2.

	Tipo de Tratamiento	Código de Condición	Descripción	
Convencional	Temple en aire desde temperatura	D2T <sub>980</sub>	Temple en Aire desde 980 °C	
	de austenización de 980°C más	$D2T_{980}R_{250}$	Temple en Aire más Revenido a 250°C	
	°C	$D2T_{980}R_{250}R_{250}$	Temple en Aire más doble Revenido a 250°C	
No convencional	Temple en aire desde temperatura	D2T <sub>980</sub> Sub-60	Temple en Aire y enfriamiento sub-zero a -60°C	
	enfriamiento sub-cero (-60°C)	$D2T_{980}Sub_{-60}R_{250}$	Temple en Aire, enfriamiento sub-zero y revenido a 250 °C	
	revenido.	$D2T_{980}Sub_{-60}R_{250}R_{250}$	Temple en Aire, enfriamiento sub-zero y doble revenido a 250 °C	
	Temple en aire desde temperatura de austenización de 980°C más	D2T <sub>980</sub> Crio-196	Temple en Aire y enfriamiento criogénico a -196 °C	
	enfriamiento criogénico (-196°C) seguido de revenido y doble	D2T <sub>980</sub> Crio <sub>-196</sub> R <sub>250</sub>	Temple en Aire, enfriamiento criogénico y revenido a 250 °C	
	revenido	D2T <sub>980</sub> Crio <sub>-196</sub> R <sub>250</sub> R <sub>250</sub>	Temple en Aire, enfriamiento criogénico y doble revenido a 250 °C	

La figura 2, exhibe parte del equipamiento y arreglos utilizados para templar simultáneamente todos los grupos de probetas (figuras 2(a) y 2 (b)) y realizar los tratamientos a temperaturas sub cero (figura 2 (c)) y criogénica (figura 2 (d)).



Fig. 2. Equipamiento y arreglo utilizado para los tratamientos a alta y baja temperatura. Arreglos para: (a) templar simultáneamente dos grupos de probetas. (b) enfriamiento al aire desde temperatura de austenización, (c) tratamiento a baja temperatura, (d) tratamiento criogénico

Para la ejecución del tratamiento sub-cero, se colocó etanol y las muestras en el recipiente de prueba, el cual posteriormente se cerró y se le suministró  $CO_2$  (g) a través de una boquilla conectada a una manguera cuyo extremo opuesto estaba conectado a una bombona de  $CO_2$  (g), tal y como se ilustra en la figura 2(c). El control de la temperatura se realizó mediante el uso de un Termopar FLUKE 51 J/K. Cuando se observaba que la temperatura disminuía a -58 °C, se suministraba  $CO_2$  (g), hasta alcanzar -62 °C. Las probetas se mantuvieron en ese rango de temperaturas por 20 minutos, finalizado este tiempo, fueron revenidas a la temperatura de 250 °C que fue una temperatura seleccionada a partir de una serie de pruebas preliminares descritas en otro documento [6].. El tratamiento criogénico fue realizado en las instalaciones

de una empresa proveedora de gases industriales y consistió en sumergir en nitrógeno líquido las piezas previamente templadas; este refrigerante estaba contenido en un termo criogénico modelo MVE Xc 20 Millenium 2000, de 20 litros de capacidad, utilizado en inseminación artificial, posee unas cestas metálicas cilíndricas que se denominan porta pajuelas en las cuales se ubicaron las piezas. La figura 2 (d) muestra el termo utilizado, el proceso de llenado y la porta pajuelas. Al igual que en el caso anterior, posteriormente se realizó revenido a 250°C.

# Metalografía cuantitativa

A los testigos de cada etapa de tratamiento se les realizó análisis microestructural, a través de un microscopio óptico de plataforma invertida marca Zeiss, modelo

Axiovert 40 MAT. Las imágenes de las microestructuras fueron analizadas mediante el programa Buehler® OmniMET adaptado al microscopio. La preparación de las probetas se hizo de acuerdo a la norma ASTM E3-01 [7]. Para el ataque químico de las muestras se utilizaron dos reactivos por separado: Beraha'sCds v Nital al 2 % de concentración. El Beraha's se preparó con 200 ml de agua destilada, 48 gr de tiosulfato de sodio pentahidratado  $(Na_2S_2O_3.5H_2O)$ , 5 gr de cloruro de cadmio  $(CdCl_2)$  y 6 gr de ácido cítrico. Este reactivo está indicado para promover la coloración diferencial de las fases, facilitando la observación de carburos y la determinación mediante metalografía cuantitativa de los porcentajes de austenita retenida. Con este reactivo la fase martensita se reconoce por presentar una coloración rojiza, mientras que la austenita se observa de color blanco. El Nital fue preparado con 98 ml de etanol y 2 ml de ácido nítrico. condición se realizó la Para cada evaluación microestructural por triplicado, donde se promediaron las características de los microconstituyentes (porcentajes de fases, número y tamaño de carburos) obtenidos en 3 campos seleccionados al azar en cada muestra, a un aumento de 1000X.

#### Ensayos físicos y mecánicos

Se realizaron ensayos de dureza Vickers y de impacto. Para la dureza se utilizó un penetrador piramidal de diamante, bajo una carga de 100 kg en un durómetro universal marca INNOVATEST, modelo 700 M y la dureza Vickers se obtuvo midiendo las dos diagonales de la huella, según lo establecido en la norma ASTM E384-10 [8]. El ensayo de impacto se practicó solo en las muestras bonificadas representativas de los tratamientos convencional y no convencional, en probetas con entalla en V de 45°, fabricadas de acuerdo a la norma ASTM E23-56T [9] y utilizando una máquina de ensayo Charpy, marca Tinius Olsen.

#### Ensayo tribológico

Se hizo caracterización tribológica mediante una prueba de desgaste microabrasivo, basada en el ensayo conocido como Calota Esférica o Calotest. El método se fundamenta en la medida del diámetro del casquete esférico (huella) creado por una bola que gira a velocidad controlada sobre la muestra de prueba, para luego determinar el volumen desgastado (Vd) durante el ensayo. Esta es una técnica de abrasión de tres cuerpos donde se utilizó pasta de diamante de 1 µm como abrasivo en pruebas de distintos tiempos de duración (2, 5, 10 y 15 minutos) manteniendo constante el diámetro de bola (25,4 mm) y velocidad de giro del eje (85 rpm). Las pruebas y la determinación del volumen desgastado (Vd) se llevaron a cabo de acuerdo al apartado 8.2 (pruebas tipo A) de la norma I.S EN 1071-6:2007 [10]. El equipo utilizado, denominado Valintest, fue diseñado y construido en el Departamento de Mecánica de la UDO. Todos los ensayos se realizaron a temperatura ambiente haciendo pruebas por triplicado.

# RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En la figura 3, se puede observar la microestructura del acero D2 en la condición de recibido y luego de cumplidas las etapas de temple y revenido del tratamiento convencional.

La microestructura mostrada en la figura 3(a), está constituida por carburos primarios (algunos facetados y de aristas vivas indicados con la letra C) y carburos secundarios (redondeados y de menor tamaño por reducción de forja, señalados con las siglas CS) en una matriz ferrítica (F), obtenida a través de un tratamiento de recocido que fue la condición del acero D2 suministrado.



Fig. 3. Fases presentes en el acero D2 en su condición original de suministro y luego de cumplida cada etapa del tratamiento tradicional de temple y revenido a250°C. (a) Condición original, (b) D2T<sub>980</sub>, (c) D2T<sub>980</sub>R<sub>250</sub>, (d) D2T<sub>980</sub>R<sub>250</sub>R<sub>250</sub>. Reactivos de ataque:nital al 2% en (a), (c) y (d), y Beraha's CdS en (b). Mag.1000X.

Luego de cumplida la etapa de temple a 980°C (D2T<sub>980</sub>), la matriz consiste ahora de martensita fresca (MF) más carburos, con zonas de austenita retenida (A), reconocibles por ser zonas en bajo relieve, de color crema y sin límites definidos (figura 3(b)). Con el tratamiento convencional de temple más revenido a 250°C (D2T<sub>980</sub>R<sub>250</sub>) y temple más doble revenido a 250°C el acero exhibió  $(D2T_{980}R_{250}R_{250}),$ los mismos microconstituyentes que la muestra templada con la diferencia de que la martensita es revenida (MR) y se encuentran porcentajes distintos de las fases presentes (figura 3(c) y (d)). Las demás condiciones logradas con los tratamientos no convencionales, que incluyeron etapas a temperaturas sub-cero de -60 °C (D2T<sub>980</sub>Sub-60, D2T<sub>980</sub>Sub-60R<sub>250</sub> y D2T<sub>980</sub>Sub-60R<sub>250</sub>R<sub>250</sub>) y criogénica de -196 °C (D2T<sub>980</sub>Crio<sub>-196</sub>, D2T<sub>980</sub>Crio<sub>-196</sub>R<sub>250</sub> y D2T<sub>980</sub>Crio<sub>-</sub>

<sub>196</sub>R<sub>250</sub>R<sub>250</sub>) con uno y dos revenidos a 250°C, igualmente presentaron porcentajes distintos de ferrita (F), austenita (A), carburos primarios y secundarios (C y CS ), y martensita (MR), en cada etapa de los tratamientos realizados, lo cual ocasionó cambios en las propiedades mecánicas tal como se indica en la Tabla 3. Cabe destacar, que para efectos de esta investigación, la denominación (M), incluye tanto la martensita fresca formada durante el temple (MF), como la martensita revenida (MR) y los productos de la transformación de la austenita retenida (A). Esta agrupación se debe a la dificultad presentada para diferenciar estos microconstituyentes mediante microscopía óptica; por lo tanto, su contenido se estimó por diferencia contra 100 luego de evaluar el porcentaje de austenita retenida (A) y de carburos (C) de tamaño medio mayor a 0,5 µm.

Como puede verse en la Tabla 3 y en la figura 4, con respecto a la condición templada, el contenido de

austenita retenida disminuyó al aplicar revenidos en los tratamientos convencionales y no convencionales.

Tipo de Tratamiento Térmico	Condición	Porcentaje de fases (%)				Dureza	Tenacidad al impacto
Ĩ		F	М	A	С	(HV)	(J)
Recocido	D2 Original	87,1	0	0	13	256	21
	D2T <sub>980</sub>		30,0	57,5	13	737	
Bonificado convencional.	$D2T_{980}R_{250}$	0	60,4	31,7	7,9	588	4
	$D2T_{980}R_{250}R_{250}$	0	61,9	29,7	8,4	635	4,7
	D2T980Sub-60	0	70,8	20,9	8,3	642	
Bonificado con etapa sub-cero	D2T980Sub-60R250	0	72,4	18,0	9,6	657	4,3
	$D2T_{980}Sub_{-60}R_{250}R_{250}$	0	76,0	15,7	8,3	607	4,2
	D2T <sub>980</sub> Crio-196	0	77,9	14,2	7,9	615	
Bonificado con etapa criogénica	D2T980Crio-196R250	0	75,1	11,6	13,3	633	4,3
	D2T <sub>980</sub> Crio <sub>-196</sub> R <sub>250</sub> R <sub>250</sub>	0	77,9	10,9	11,2	631	4,3

Tabla 3. Fases presentes y propiedades mecánicas en las distintas condiciones de tratamiento del acero D2



Fig. 4. Tipo de tratamiento, propiedades mecánicas y su relación con el contenido de microconstituyentes en el acero D2.

Los porcentajes de fases, particularmente de la austenita retenida, se pueden relacionar directamente con el cambio de propiedades mecánicas obtenido en las distintas condiciones de tratamiento, lo cual puede verificarse a partir de los valores de porcentaje de fases, dureza y tenacidad reportados en la tabla anterior, donde se indica que con el temple en aire se obtuvo la mayor cantidad de austenita retenida (57,5%) y el mayor valor de dureza

(737 HV), estando este último valor totalmente acorde con el tratamiento realizado

#### Tratamiento convencional

Con el tratamiento convencional, la aplicación del primer revenido logró disminuir la dureza de temple en 20,2%, y con el segundo se registró un incremento de ésta de 8%, reportándose también una mejora en la tenacidad de 17,5% con respecto al primer revenido. Las variaciones observadas en la dureza y tenacidad se pueden relacionar directamente con el menor contenido de austenita retenida que posterior al primer y segundo revenido alcanzó valores de 31,7 y 29,7% respectivamente. Esta disminución de dureza durante el revenido en los tratamientos convencionales ha sido ampliamente documentada [11-12], y se explica porque el carbono es rechazado fuera de la estructura martensítica y precipita formando carburos  $\varepsilon$  de hierro (Fe<sub>2</sub>C) y cementita (Fe<sub>3</sub>C) [12]. Esta precipitación es ocasionada por procesos difusivos lentos que ocurren durante el revenido a temperaturas por debajo de Ac1 reduciendo el contenido de carbono tanto de la martensita como de la austenita retenida en el temple, y este proceso permite reducir parcialmente la austenita retenida [11], lo cual conduce a reducción de la dureza de temple y mejora de la tenacidad, tal como se ha observado en este estudio en las condiciones con uno y dos revenidos a 250°C.

#### Tratamiento no convencional

En el tratamiento no convencional, las etapas sub-cero y criogénicas respectivamente ocasionaron reducciones drásticas de 63,6% y 74,7% del contenido de austenita retenida con respecto al tratamiento convencional. Sin embargo, el tratamiento criogénico ocasionó mayor reducción que el sub-cero al lograrse respectivamente contenidos de 20,9% y 14,2% de esta fase. Tales cambios ocasionaron modificaciones menores (12,8% y 16,6%) en las durezas de temple, alcanzando éstas valores de 642 y

615 HV, respectivamente con la exposición a -60°C y -196°C. En este caso, la explicación de tal comportamiento se fundamenta en los productos de la transformación de la austenita retenida, la cual sufre una reducción adicional; y este proceso, ha sido considerado por algunos autores [1, 11, 15] como una extensión del temple, donde se completa la transformación de austenita inestable en martensita fresca, lo cual ha sido verificado mediante difracción de rayos X [4,11], y ello incrementaría la dureza de temple. Sin embargo, como puede verse, en el presente estudio no se produjo incremento de dureza con los tratamientos a baja temperatura, y cabe destacar, que algunos autores como Irías y Stackpole [13], al realizar trabajos similares reportaron que el acero D2 no presenta endurecimiento luego de la aplicación de un tratamiento criogénico, sin embargo, Sun [14] y Rusiñol [5], sí reportan considerables aumentos en la dureza de este acero con la aplicación de este tipo de tratamiento. En el presente caso, el primer revenido a 250 °C incrementó levemente las durezas (2,33% y 2,92%) con respecto a las obtenidas previamente con las exposiciones a baja temperatura, y este comportamiento ha sido explicado por la formación de finos precipitados (carburos  $\eta$ ) [2, 11,15,] los cuales se distribuyen uniformemente en la matriz martensítica mejorando la dureza, tenacidad y resistencia al desgaste en la medida en que aumenta el número de carburos; adicionalmente, se asegura en la literatura, que en los aceros para herramientas los carburos n sólo se producen durante el revenido posterior al tratamiento criogénico y pueden incrementar la dureza obtenida en el temple [11]. Cabe destacar, que en el presente estudio, las durezas alcanzadas fueron 657 y 633 HV, mientras que la tenacidad no mostró diferencias, manteniéndose en 4,3 J a pesar de que el contenido de austenita disminuvó hasta 18% y 11,6 %, respectivamente con los tratamientos subcero v criogénico.

Con el doble revenido posterior al tratamiento criogénico, ocurrió una leve disminución adicional de la austenita

retenida alcanzando ésta su más bajo valor (10,9%) sin que el acero presentara cambios en su tenacidad (4,3J) aun cuando la dureza lograda (631 HV) disminuyó levemente con respecto a la del primer revenido (633 HV). Sin embargo, al comparar las durezas y tenacidad obtenidas al aplicar los tratamientos sub-cero y criogénico con doble revenidos, se observó menor valor de dureza (607 HV) y tenacidad (4,2 J) en el tratamiento sub-cero con doble revenido. La explicación de esto se puede fundamentar en la mayor severidad del tratamiento criogénico y su potencial para impulsar una precipitación adicional de carburos  $\eta$  y  $\varepsilon$ , durante el segundo revenido del material criotratado.

En cuanto a los carburos observados, la Tabla 4 muestra que se diferenciaron tres formas distintas de éstos en cada condición estudiada: circulares (Circ), alargados (Alarg.), e irregulares (Irreg.), con tamaños promedio comprendidos entre 2,2 y 3,6 µm. No se observaron tendencias particulares de la forma, tamaño y separación promedio de éstos en función de la condición de tratamiento; solo se pudo apreciar que un mayor porcentaje y número de éstos por unidad de área se presentó en la condición original (12,9% y 18900 carburos/mm<sup>2</sup>) en comparación con la condición templada (12,5% y 18315 carburos/mm<sup>2</sup>); tales diferencias podrían tener su origen en la disolución de algunos pequeños carburos durante la exposición a la temperatura de temple. En el resto de las condiciones, excepto en las criotratadas y posteriormente revenidas, se observó una marcada disminución de los porcentajes de carburos, lo cual podría estar asociado al tamaño y la distribución poco homogénea de los carburos presentes inicialmente en la barra suministrada.

Resulta importante mencionar, que en algunas muestras fue particularmente difícil realizar el análisis debido al pequeño tamaño de los carburos y la cantidad de éstos, como fue el caso de las muestras con tratamiento sub-cero y criogénico sin revenido (D2T<sub>980</sub>Sub-<sub>60</sub> y, D2T<sub>980</sub>Crio. <sup>196</sup>), que exhibieron la menor talla de carburos (2,5 y 2,2 µm) y una alta concentración de éstos (15629 y 19048 carburos/mm<sup>2</sup>).

Condición de	Porcentaje de carburos (%)				Separación	Dimensión media	Concentración
Tratamiento	Circ	Alarg.	Irreg.	Total	promedio(µm)	(µm)	(carburos/mm <sup>-</sup> )
D2 (original)	4,6	4,3	4,0	12,9	10,7	3,6	18900,0
D2T <sub>980</sub>	1,3	2,7	8,4	12,5	6,8	3,5	18315,0
$D2T_{980}R_{250}$	2,1	3,4	2,4	7,9	12,6	3,5	12283,0
$D2T_{980}R_{250}R_{250}$	2,9	2,9	2,6	8,4	9,8	3,2	13114,0
D2T980Sub-60	3,5	3,2	1,6	8,3	6,5	2,5	15629,0
D2T980Sub-60R250	3,8	3,7	2,1	9,6	8,6	3,2	11306,0
$D2T_{980}Sub{60}R_{250}R_{250}$	3,1	3,4	1,8	8,3	13,5	3,3	10085,0
D2T <sub>980</sub> Crio <sub>-196</sub>	3,3	3,8	0,7	7,9	7,9	2,2	19048,0
D2T <sub>980</sub> Crio <sub>-196</sub> R <sub>250</sub>	3,5	8,3	1,5	13,3	8,0	3,3	13675,0
D2T <sub>980</sub> Crio <sub>196</sub> R <sub>250</sub> R <sub>250</sub>	4,2	6,6	0,5	11,2	7,6	3,4	11551,0

Tabla 4. Característica de los carburos presentes en las distintas condiciones del acero AISI D2

Finalmente, en la figura 5, se resume el comportamiento del desgaste según la condición de tratamiento del acero D2. Como puede verse, en la figura, solo se representa el comportamiento de las muestras bonificadas según los tratamientos convencional y no convencional, por ser estas las condiciones que pudieran servir para un servicio dado. En general se observa que al incrementarse el tiempo de prueba, el volumen desgastado en todas las condiciones aumenta, existiendo diferencias apreciables en los comportamientos de acuerdo a la condición de

#### Acta Microscopica Vol. 26, No.1, 2017, pp. 73-84

tratamiento presentada por el acero. Pese a obtenerse prácticamente un mismo valor de volumen desgastado a los pocos minutos de prueba en todas las condiciones, a medida que aumenta el tiempo de prueba se van desplegando diferencias en el comportamiento del desgaste, de manera que a los tiempos finales de prueba se observaron claras diferencias en el volumen desgastado de acuerdo al tratamiento aplicado o condición de las muestras ensayadas. De esta forma, se pudo apreciar que en comparación con el bonificado convencional el no convencional, logró un aproximado de 50% de mejora en el volumen desgastado, lo que significa que los tratamientos realizados a baja temperatura favorecieron la resistencia al desgaste del acero AISI D2.



Fig. 5. Comportamiento del desgaste microabrasivo en muestras de acero D2 tratadas térmicamente con bonificado convencional y no convencional en medios a baja temperatura

# CONCLUSIONES

El estudio de los efectos de tratamientos a baja temperatura sobre la microestructura y propiedades del acero de herramientas para trabajo en frío AISI D2 arrojó las siguientes conclusiones:

- La aplicación de los tratamientos a baja temperatura ocasionó reducción de la austenita retenida hasta valores por debajo de los alcanzados en el tratamiento convencional de temple más revenido.
- El tratamiento criogénico (-196°C) fue más efectivo que el tratamiento sub-cero (-60°C) para lograr reducción de austenita retenida.
- Los tratamientos no convencionales de temple y revenido produjeron pocos cambios en la dureza de temple, la tenacidad y una notable mejora en la

resistencia al desgaste, con respecto a los tratamientos convencionales.

- En el material criotratado, el segundo revenido en comparación con el primero, no produjo cambios apreciables en el porcentaje de austenita retenida, ni en la dureza y tenacidad.
- 5) La resistencia al desgaste microabrasivo fue la característica más favorecida con los tratamientos a baja temperatura, especialmente después de largos períodos de prueba.
- 6) Las mejoras en volumen desgastado sin grandes modificaciones de la dureza y tenacidad, logradas en los tratamientos no convencionales se relacionaron con la reducción de austenita retenida, no así con la

morfología, talla y concentración de los carburos, lo que permite suponer que fueron los finos carburos  $\eta$ , no observables bajo el microscopio, los responsables de las mejoras obtenidas en la resistencia al desgaste del acero D2.

# AGRADECIMIENTOS

Se agradece a las empresas SUMINDU S.A, ASMECA ORIENTE C.A, INVEGAS Y COLDAGRO, por la colaboración prestada en el suministro del material, equipos y espacio para la realización de probetas, ensayos y del tratamiento criogénico, también al Laboratorio de Metalurgia del Departamento de Mecánica de la Universidad de Oriente por todo el apoyo brindado en la realización de este trabajo.

# REFERENCIAS

- [1] Baldissera P., Depletes C., (2008) "Deep cryogenic treatment: A bibliographic review". *The Open Mechanical Engineering Journal*.2: 1-11.
- [2] Meng F. (1994) "Role of Eta-Carbide Precipitations in the Wear Resistance Improvements of Fe-12Cr-MoV-1.4C Tool Steel by Cryogenic Treatment". *ISIJ International*, 34 (20): 205-210.
- [3] Yang-Yu S., Liu-Ho C., Tao-Liang C., Chie-Lung H., Cheng-Yen W. and Kuan-Chueh. (2012) "Retained Austenite Amount Determination Comparison in JIS SKD11 Steel Using Quantitative Metallography and X-ray Diffraction Methods". *Advanced Materials Research*. 482-484: 1165-1168.
- [4] Da Silva F. J., Franco S. D., Ezugwu E. O., Souza Jr A and M.(2006) "Performance of Cryogenically Treated HSS tools", *Wear*, vol. 261: 674-685.
- [5] Rusiñol D. (2004) "Efecto del Tratamiento Criogénico en las Propiedades Mecánicas de los Aceros de Herramienta de Trabajo en Frío" Barcelona, Escola Tècnica Superior d'Enginyeria Industrial de Barcelona.

- [6] Aranguren L.D. (2014) "Efectos de Tratamientos a Baja Temperatura sobre la Microestructura y Propiedades de Aceros de Herramientas para Trabajo en Frío" Puerto la Cruz, Universidad de Oriente-Núcleo de Anzoátegui, pp. 85-88.
- [7] ASTM Designation: E 3-11 (2011) "Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens" *American Society for Testing Materials*. Philadelphia, PA.
- [8] ASTM Designation: E 384-11 e 2 (2011) "Standard Methods for Knoop and Vickers Hardness of Materials", *American Society for Testing Materials*. West Conshohocken, PA.
- [9] ASTM Designation: E 23-82 (1982) "Standard Methods for Notched Bar Impact Testing of metallic Materials", *American Society for Testing Materials*. West Conshohocken, PA.
- [10] NSAI National Standard Authority of Ireland IS.EN 1071-6: 2007 (2007)"Advance Technical Ceramics-Method of Test for Ceramic Coatings-Part 6: Determination of the Abrasion Resistance of Coatings by Micro-Abrasion Wear Test", *European Committee for Standardization*. Brussels.
- [11] Yugandhar T., Krishnan P.K., Bhaskar C.V and Kalidas R. "Cryogenic Treatment and Its Effect on Tool Steel" 6<sup>TH</sup> International Tooling Conference. pp 671-683. India
- [12] Viale D., Béguino J., Chenou F. and Baron G."Optimizing Microestructura for High Toughness Cold Work Tool Steel". Usinor Industeel. 6<sup>TH</sup> International Tooling Conference. pp 299-318. India
- [13] Irías A. & Stackpole C (2000) "Aumento en la Resistencia al Desgaste de Aceros para Herramientas a Través de la Aplicación de Tratamiento Criogénico". Monterrey, Universidad de Monterrey. Monterrey.
- [14] Sun C. (2006) "The Effect of Microstructure and the Mechanical Properties of AISI D2 Tool Steel by Deep Cryogenic Treatment" Taipei, Tatung University.

Acta Microscopica Vol. 26, No.1, 2017, pp. 73-84

[15] Behera A., Mishra S., and Swain S. "Cryogenic Technic for Processing Steel Treatment"(2011) Indian Institute of Technology Kharagpur, Odisha, India. http://works.bepress.com/ajitbehera/21.