

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA**



**“EVALUACIÓN DE LOS MÉTODOS ESTIMATIVOS PARA LA  
MEDICIÓN DEL TAMAÑO DE GRANO, Y EFECTOS DEL  
TAMAÑO DE GRANO EN LA MICRODUREZA”**

**TESIS**

**PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE  
INGENIERO METALURGISTA**

**ELABORADO POR**

**VALENTIN YAPO SANDOVAL**

**ASESOR**

**Ing. JULIO UZA TERUYA**

**LIMA – PERU**

**2013**

**“Dedico y agradezco a Dios, familia, asesores, profesores, amigos, compañeros de estudio y a todos que con su apoyo me alentaron a culminar de manera exitosa este presente trabajo de estudio”**

## **RESUMEN**

La tesis es presentada en cumplimiento de los requisitos para el título de Ingeniería Metalúrgica en la Facultad de Ingeniería Geológica Minera y Metalúrgica, Universidad Nacional de Ingeniería de Lima, Perú. La tesis es titulada: “EVALUACIÓN DE LOS MÉTODOS ESTIMATIVOS PARA LA MEDICIÓN DE TAMAÑO DE GRANO, Y EFECTOS DEL TAMAÑO DE GRANO EN LA MICRODUREZA”.

La medición de tamaños de granos equiaxiales ha sido bien establecido en la norma estándar ASTM E-112, se ha utilizado aluminio puro recristalizado como referencia para comparar los métodos de Jeffries, Abrams, Hilliard y Heyn. El análisis y discusión se basan en la distribución normal de la media y la varianza. También se incluye los efectos de la recristalización sobre la microdureza.

## **ABSTRACT**

This thesis is submitted in fulfillment of the requirements for the title of Metallurgical Engineering at Facultad de Ingeniería Geológica Minera y Metalúrgica, Universidad Nacional de Ingeniería Lima, Perú. The thesis is entitled "EVALUATION OF ESTIMATION METHODS FOR MEASURING THE SIZE OF GRAIN, AND GRAIN SIZE EFFECTS IN MICROHARDNESS".

Measuring equiaxial grain sizes has been well established in ASTM E-112 standard, Pure rolled and recrystallized aluminium has been used to compare Jeffries, Abrams, Heyn and Hilliard methods as described in the reference. Based on the normal distribution for the grain size the mean values and its variance are analyzed and discussed. The effect of the recrystallization on the microhardness is also included.

## TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCION.....	15
CAPITULO I: ESTADO DEL ARTE.....	17
1.1 Aspectos Topológicos De Los Arreglos Policristalinos.....	17
1.1.1 Forma de los granos.....	17
1.1.2 Función de Distribución de Tamaños y Formas de las Secciones Transversales de los Granos Poliedrales.....	19
1.1.3 Aristas y Vértices de Granos.....	21
1.1.4 Estimación del Tamaño de Grano Policristalino.....	23
1.1.5 Expresiones y Definiciones para el Tamaño de Grano.....	23
1.1.6 Derivación del Tamaño de Grano medio.....	25
1.2 Aspectos Estereológicos Aplicado A La Metalografía Cuantitativa Y Procesos Estadísticos.....	29
1.2.1 Métodos de medición de tamaño de grano.....	29
1.2.2 Evolución de los Métodos ASTM E – 112.....	30
1.2.3 Métodos Posteriores al Método ASTM E – 112.....	31
1.2.4 El Escenario Internacional.....	32
1.2.5 Nociones Básicas Metalografía Cuantitativa.....	33
1.2.6 Mediciones Combinadas.....	35
A. Método de Chalkley.....	36
B. Método de Saltykov.....	37
1.2.7 Otras ecuaciones básicas.....	38
1.2.8 Estructuras orientadas.....	41
1.2.9 Métodos Usados Para La Determinación Del Tamaño De Grano.....	49
A. Método Planimétrico o Jeffries.....	50
B. Método de Abrams.....	51
C. Método de Heyn.....	52
D. Método de Hilliard.....	53

1.2.10 Distribución Normal.....	54
A. Propiedades de la distribución Normal.....	56
1.3 Recocido De Los Materiales Deformados.....	59
1.3.1 Recuperación.....	59
1.3.2 Recristalización.....	61
1.3.3 Crecimiento De los Granos.....	61
1.3.4 Cinética De La Recristalización Modelo De Avrami.....	62
1.3.5 Leyes De La Recristalización.....	64
CAPITULO II: TRABAJOS EXPERIMENTALES.....	66
2.1 Material Y Equipos.....	66
2.1.1 Material.....	66
2.1.2 Horno De Recocido.....	67
2.1.3 Microscopio Óptico.....	68
2.1.4 Microdurometro.....	69
2.1.5 Reactivos Utilizados.....	70
2.2 Preparación De Muestras.....	71
2.3 Tratamientos Térmicos De Recristalización.....	71
2.4 Montaje De Las Muestras.....	72
2.5 Fotomicrografía De La Recristalización Del Aluminio.....	74
2.6 Medición De Tamaños De Grano.....	79
2.7 Medición De Microdurezas.....	81
CAPITULO III: ANALISIS Y DISCUSION DE LOS RESULTADOS.....	82
3.1 Análisis Del Método Más Representativo.....	82
3.2 Análisis De La Microdureza Y Tamaño De Grano.....	95
3.3 Análisis De La Microdureza Y La Temperatura.....	99
3.4 Diseño Factorial 2k Con Replica En Todos Los Puntos Del Diseño, Ensayes De Microdureza.....	100
3.4.1 Calculo De Efectos.....	101
3.4.2 Análisis De Variancia.....	102

3.4.3 Modelo Matemático.....	105
CONCLUSIONES.....	111
BIBLIOGRAFIA.....	115
ANEXO A: Tabla de valores de distribución de Fisher.....	117

## INDICE DE FIGURAS

Figura 1.1	Doce tipos de poliedros empleado como modelo de grano (K. Matura, Y. Ohmi, K. Ishii. Paper 3 Evaluation of grain shape distribution in polycrystalline materials).....	20
Figura 1.2	Correlación entre el número de caras y el número de aristas de los poliedros de la figura 2.1.(Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	22
Figura 1.3	(a) Estructura poligonal monofásica. (b) Plantilla circular (izquierda), plantilla de rectas paralelas y radiales a 15° (derecha). (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	34
Figura 1.4	(a)Método Chalkley para determinar la relación superficie a volumen en partículas discretas. (b) Grilla para conteo combinado de puntos e intersección (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	36
Figura 1.5	Superposición de una grilla cuadrada usada en el método Saltykov para determinar la relación superficie a volumen de partículas discretas (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	37
Figura 1.6	Equivalencia de las relaciones de área, lineales y puntuales (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	38
Figura 1.7	Precipitación en bordes de grano en una aleación fundida FE-35% Ni-16%Cr. 250X (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	39
Figura 1.8	Interfase en una aleación eutéctica Al-Cu (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	39
Figura 1.9	Grilla circular superpuesta a una micrografía que muestra las maclas en torno a una impresión de indentación en una aleación fundida de Mo-12.5%Os (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	40

Figura 1.10	Figuras de corrosión producidas por líneas de dislocaciones en Cu (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	41
Figura 1.11	Bordes de granos en una solución sólida de Pd recristalizada. 75X (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	41
Figura 1.12	Maclas en un monocristal Mo-35%Re (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	42
Figura 1.13	Inclusiones alargadas de sulfuros en un acero inoxidable 303 corte libre. 220X (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	42
Figura 1.14	Lamelas en una aleación eutéctica Al-Cu solidificada unidireccionalmente (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	45
Figura 1.15	Micrografía TEM de precipitados laminares en una aleación Fe-30% Ni-6%Ti (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8).....	45
Figura 1.16	Metalografía de Recristalización del Aluminio, vista a 32X, con un círculo de área igual a $7000\text{mm}^2$ .....	50
Figura 1.17	Metalografía de Recristalización del Aluminio, vista a 32X, con tres círculos concéntricos cuya suma dan una longitud de 500mm.....	52
Figura 1.18	Metalografía de Recristalización del Aluminio, vista a 32X, con cuatro líneas rectas cuya suma total es igual a 500mm.....	53
Figura 1.19	Metalografía de Recristalización del Aluminio, vista a 32X, con una circunferencia cuya longitud es igual a 250mm.....	54
Figura 1.20	Grafica de la distribución Normal y significado del área bajo la gráfica.....	55
Figura 1.21	La primera figura tiene igual media pero diferentes desviaciones, la segunda presenta igual desviación pero diferentes medias.....	57
Figura 1.22	Zonas con alta densidad de dislocaciones (Lectura P6M1 de recristalización del Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, Mexico).....	61

Figura 1.23	Muestra el crecimiento de los granos por movimiento de la interfase grano recristalizado - grano deformado (Lectura P6M1 de recristalización del Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, Mexico).....	62
Figura 1.24	La cinética de recristalización se expresa en las curvas sigmoidales: % de recristalización V.S Tiempo de recocido (Lectura P6M1 de recristalización del Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, Mexico).....	62
Figura 2.1	Molde de la placa de aluminio y la placa de 25 Kg de 30 mm de espesor.....	66
Figura 2.2	Horno De Recocido.....	68
Figura 2.3	Microscopio óptico.....	68
Figura 2.4	Partes del Microdurometro utilizado en los ensayos.....	69
Figura 2.5	Placas de aluminio introducidas en una briqueta.....	72
Figura 2.6	Granos alargados luego de haber estado bajo un proceso de laminación, prueba sin tratamiento térmico.32X.....	74
Figura 2.7	Tratamiento térmico a 300°C y 2 horas.32X.....	74
Figura 2.8	Recristalización a 350°C y tiempo 1 hora.32X.....	75
Figura 2.9	Recristalización a 350°C y tiempo 2 horas.32X.....	75
Figura 2.10	Recristalización a 400°C y tiempo 1 hora.32X.....	76
Figura 2.11	Recristalización a 400°C y tiempo 2 horas.32X.....	76
Figura 2.12	Recristalización a 450°C y tiempo 1 hora.32X.....	77
Figura 2.13	Recristalización a 450°C y tiempo 2 horas.32X.....	77
Figura 2.14	Recristalización a 500°C y tiempo 1 hora.32X.....	78
Figura 2.15	Recristalización a 500°C y tiempo 2 horas.32X.....	78
Figura 3.1	Muestra la distribución Normal de la prueba 1 y el intervalo de confianza de la media representativa.....	83
Figura 3.2	Muestra la distribución Normal de la prueba 2 y el intervalo de confianza de la media representativa.....	85

Figura 3.3	Muestra la distribución Normal de la prueba 3 y el intervalo de confianza de la media representativa.....	86
Figura 3.4	Muestra la distribución Normal de la prueba 4 y el intervalo de confianza de la media representativa.....	88
Figura 3.5	Muestra la distribución Normal de la prueba 5 y el intervalo de confianza de la media representativa.....	89
Figura 3.6	Muestra la distribución Normal de la prueba 6 y el intervalo de confianza de la media representativa.....	91
Figura 3.7	Muestra la distribución Normal de la prueba 7 y el intervalo de confianza de la media representativa.....	92
Figura 3.8	Muestra la distribución Normal de la prueba 8 y el intervalo de confianza de la media representativa.....	94
Figura 3.9	Relación de Microdureza V.S tamaño de grano recocidos a 1 hora.....	96
Figura 3.10	Relación de Microdureza V.S tamaño de grano recocidos a 2 horas.....	97
Figura 3.11	Relación de tamaño de grano y Microdureza a condiciones diferentes de tiempo de recocido.....	98
Figura 3.12	Describe el comportamiento de la Microdureza a diferentes temperaturas y a tiempos de recocidos de 1 hora y 2 horas.....	99
Figura 3.13	Denota la relación de la temperatura y el tiempo como afecta a la Microdureza.....	110

## INDICE DE TABLAS

Tabla 1.1	Notaciones para designar el tamaño de grano.....	23
Tabla 1.2	Símbolos y notaciones para el Método de conteo.....	34
Tabla 1.3	Berilio extruido con diferentes tamaños iniciales de polvo.....	46
Tabla 2.1	Análisis químico de la plancha de Aluminio.....	67
Tabla 2.2	Características del Horno De Recocido.....	67
Tabla 2.3	Tiempos y temperaturas a la cual se recrystalizaron los granos de aluminio.....	71
Tabla 2.4	Pruebas para determinar el mejor reactivo, composición, porcentaje en volumen usados y observaciones de cada prueba.....	73
Tabla 2.5	Medición de tamaño de grano $T=350^{\circ}\text{C}$ y $t=1$ Hora.....	79
Tabla 2.6	Medición de tamaño de grano $T=350^{\circ}\text{C}$ y $t=2$ Horas.....	79
Tabla 2.7	Medición de tamaño de grano $T=400^{\circ}\text{C}$ y $t=1$ Hora.....	80
Tabla 2.8	Medición de tamaño de grano $T=400^{\circ}\text{C}$ y $t=2$ Horas.....	80
Tabla 2.9	Medición de tamaño de grano $T=450^{\circ}\text{C}$ y $t=1$ Hora.....	80
Tabla 2.10	Medición de tamaño de grano $T=450^{\circ}\text{C}$ y $t=2$ Horas.....	80
Tabla 2.11	Medición de tamaño de grano $T=500^{\circ}\text{C}$ y $t=1$ Hora.....	81
Tabla 2.12	Medición de tamaño de grano $T=500^{\circ}\text{C}$ y $t=2$ Horas.....	81
Tabla 2.13	Ensayos de Microdureza calculados en cada prueba.....	81
Tabla 3.1	Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de $T=350^{\circ}\text{C}$ y Tiempo= 1Hora, los datos utilizados están en la tabla 3.5. Se muestra su media y desviación estándar.....	83
Tabla 3.2	Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de $T=350^{\circ}\text{C}$ y Tiempo= 2Horas, los datos utilizados están en la tabla 3.6. Se muestra su media y desviación estándar.....	84
Tabla 3.3	Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de $T=400^{\circ}\text{C}$ y Tiempo= 1Hora, los datos utilizados están en la tabla 3.7. Se muestra su media y desviación estándar.....	86

Tabla 3.4	Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de $T=400^{\circ}\text{C}$ y $\text{Tiempo}= 2\text{Horas}$ , los datos utilizados están en la tabla 3.8. Se muestra su media y desviación estándar.....	87
Tabla 3.5	Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de $T=450^{\circ}\text{C}$ y $\text{Tiempo}= 1\text{Hora}$ , los datos utilizados están en la tabla 3.9. Se muestra su media y desviación estándar.....	89
Tabla 3.6	Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de $T=450^{\circ}\text{C}$ y $\text{Tiempo}= 2\text{Horas}$ , los datos utilizados están en la tabla 3.10. Se muestra su media y desviación estándar.....	90
Tabla 3.7	Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de $T=500^{\circ}\text{C}$ y $\text{Tiempo}= 1\text{Hora}$ , los datos utilizados están en la tabla 3.11. Se muestra su media y desviación estándar.....	92
Tabla 3.8	Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de $T=500^{\circ}\text{C}$ y $\text{Tiempo}= 2\text{Horas}$ , los datos utilizados están en la tabla 3.12. Se muestra su media y desviación estándar.....	93
Tabla 3.9	Relación de diámetro medio de tamaño de grano y Microdureza recocidos.....	95
Tabla 3.10	Relación de diámetro medio de tamaño de grano y Microdureza recocidos a 2 horas.....	96
Tabla 3.11	Muestra el Diámetro medio de tamaño de grano en $\mu\text{m}$ y en dicho tamaño la Microdureza que presenta en aquella condición.....	97
Tabla 3.12- 13	Relación entre la temperatura y la Microdureza a 1 hora y 2 horas respectivamente.....	99
Tabla 3.14	Valores mínimo y máximo de cada variable independiente.....	100

Tabla 3.15	Muestra los ensayos por réplicas de la Microdureza para las condiciones de variables especificadas en la tabla.....	100
Tabla 3.16	Datos para la matriz X y la variable dependiente Y que es la suma total de réplicas de los ensayos de Microdureza.....	101
Tabla 3.17	Análisis de varianza para los datos de variación de temperatura y tiempo.....	105
Tabla 3.18	Datos para realizar un estudio de análisis de residuos.....	108
Tabla 3.19	Muestra los ensayos realizados de manera experimental y los estimados según la ecuación 4.14.....	110

## INTRODUCCION

La determinación del tamaño de grano es una medición muy importante para la caracterización y desarrollo de materiales así como en el control de calidad en los procesos de fabricación. Los granos son cristales de forma irregulares cuyas dimensiones espaciales son muy difíciles de medir. La estereología permite inferir propiedades de cuerpos tridimensionales a partir de sus proyecciones en un plano; esto es, vistas planas obtenidas de cortes transversales de los cuerpos. Existen varias metodologías para medir el tamaño de grano sobre una superficie preparada adecuadamente y luego convertirlas matemáticamente en estimadores espaciales de tamaño de grano. Las mediciones suelen realizarse sobre características microestructurales cero, uni y bidimensionales y el tamaño de grano se expresa en unidades lineales o bidimensionales (longitudes y áreas).

Existen métodos ampliamente extendidos para la medición de tamaños de granos, cuyos valores no son convertibles entre sí, dado que están basados en diferentes características geométricas de la estructura granular. Más aún existen métodos que

sin mayor pérdida en la precisión resultan más fáciles de aplicar para granos elongados. Todos estos métodos están basados en la intersección de líneas de forma y longitudes definidas. El efecto que tiene las curvaturas de las líneas no está del todo precisado. Resulta interesante explorar métodos en donde la medición de tamaño de granos no requiera de la intersección de líneas.

## **Objetivos de la Tesis**

### **Genéricos**

Evaluar las metodologías existentes para la medición del tamaño de granos.

### **Específicos**

Comparar los resultados de medición de tamaños de granos usando los métodos de intersección de líneas en muestras de aluminio puro recristalizado.

## CAPITULO I

### ESTADO DEL ARTE

#### 1.1 Aspectos Topológicos De Los Arreglos Policristalinos

##### 1.1.1 Forma de los granos

Experimentalmente se ha encontrado que la distribución de los granos policristalinos está representada mediante la ecuación 1.1.

$$Z = Z_m \exp \left\{ -h \left[ \left( \frac{x}{x_m} \right)^{1/2} - 1 \right]^2 \right\} \quad ec. 1.1$$

$Z$ : Es el número de grano de diámetro  $x$ .

$x_m$ : Es el valor de  $x$  correspondiente a  $Z_m$ , que es el máximo valor de  $Z$ .

$h$ : Es un valor numérico.

De otro lado si  $\bar{x}_n$  es el diámetro promedio de un grano de  $n$  lados, el valor de  $\bar{x}_n$  aumenta linealmente con  $n$ .

En base a los modelos de los poliedros regulares y semi regulares (Fig. 1.1) se ha propuesto la relación entre el número de lados  $m$  de un grano con su tamaño relativo

$D/\bar{D}$ :

$$m = 17 \frac{D}{\bar{D}} - 3 \quad ec. 1.2$$

Donde:

$D$  es el diámetro de un grano individual y  $\bar{D}$  tamaño promedio de grano. El diámetro de un grano se define como el diámetro de un volumen equivalente. La ecuación (1.2) puede obtenerse de cálculos de la razón del radio de dos esferas en contacto, una colocada en el centro del poliedro y la otra en el vértice del mismo siendo el diámetro de la última esfera igual a la arista del poliedro.

Rhines y Patterson (F.N.Rhines y B.R. Patterson, Metall.Trans., 13A, 1982, 985) desintegraron los granos de la muestra y lo pesaron individualmente y encontraron la relación entre el peso  $W$  y el número  $m$  de caras de los granos:

$$\log(W) = a \cdot \log(m) + b \quad \text{ec. 1.3}$$

La ecuación (1.3) puede re escribirse:

$$\log(V) = a \cdot \log(m) + b - \log(\rho) \quad \text{ec. 1.4}$$

$a$  y  $b$  son constantes,  $V$  el volumen de un grano y  $\rho$  la densidad.

La ecuación (1.2) puede modificarse a una forma similar a la ecuación (1.4) en donde se muestra la relación lineal entre el logaritmo del volumen de un grano con el número de caras:

$$\log(V) = 3 \log(m + 3) + 3 \log(\bar{D}) - \log \left[ \frac{3(17x2)^3}{4\pi} \right] \quad \text{ec. 1.5}$$

Las ecuaciones (1.4) y (1.5) son esencialmente equivalentes en el sentido en que los logaritmos del volumen de un grano y el número de caras son lineales.

En el supuesto caso que todos los poliedros sean iguales y se acomodaran sin seguir orden alguno en el espacio, sus intersecciones con planos trazados aleatoriamente producirán arreglos planares de distintas formas y tamaño. La ecuación (1.1) indica que no hay un arreglo aleatorio de los granos pero que tampoco implica que haya un arreglo tridimensional ordenado. En general trabajando con valores promedios no se obtiene informaciones respecto a la distribución de los granos Para identificar alguna regularidad no manifiesta mediante la ecuación (1.2).

### 1.1.2 Función de Distribución de Tamaños y Formas de las Secciones Transversales de los Granos Poliedrales

Cada poliedro de la figura 1.1 se interceptó matemáticamente con 5000 planos generados aleatoriamente en una computadora. En base a áreas equivalentes se determinaron los diámetros de los granos seccionados. Este diámetro se normalizó dividiéndose entre el diámetro del poliedro tridimensional. Las curvas de distribución quedan ajustadas a la curva

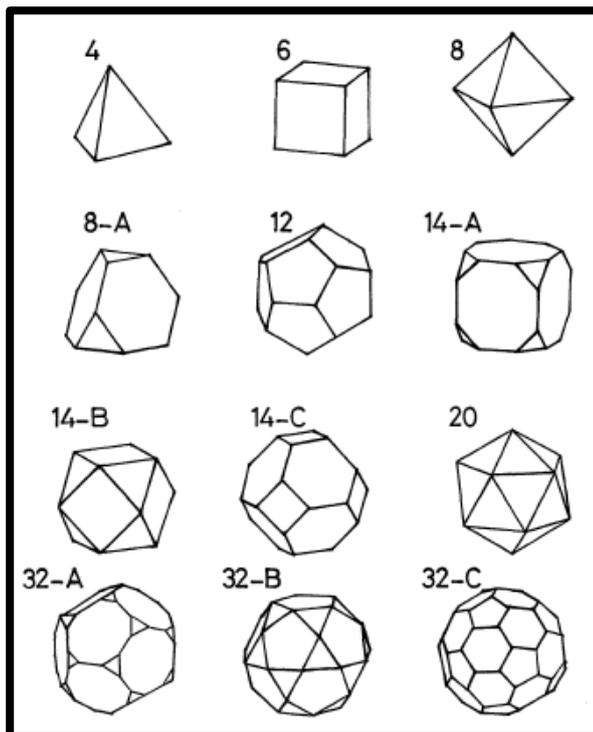
$$P_l = K_l \exp \left[ \left( \ln \frac{l_{max} - l}{l_{max}(1 - l_p)} \right)^2 \right] \quad ec. 1.6$$

$P_l$  es la densidad de probabilidad para el diámetro  $l$

$l$  es el diámetro del grano seccionado  $l_{max}$  máximo diámetro relativo

La curva de la ec. 1.6 tiene un pico en  $(l_p, K_l)$ , donde  $l_p$  está próximo al diámetro relativo máximo y corresponde al diámetro de la moda.

Los valores  $K_l$ ,  $l_{max}$  y  $l_p$  y son dependiente del tipo de poliedro de la figura 1.1.



**Figura 1.1.** Doce tipos de poliedros empleado como modelo de grano (K. Matsura, Y. Ohmi, K. Ishii. Paper 3 Evaluation of grain shape distribution in polycrystalline materials)

El número de caras de un grano cristalino se calcula del diámetro del volumen equivalente y viene dada por la ecuación 1.2. Si designamos por  $m_i$  y  $D_i$  el número de caras y el diámetro de volumen equivalente del grano  $i$  (se muestra la ec. 1.2)

$$m_i = 17 \frac{D_i}{\bar{D}} - 3$$

$\bar{D}$  Es diámetro promedio del grano en el policristal.

El área de la cara del grano por unidad de volumen,  $A_i$  cuando una cara es compartida por dos granos es

$$A_i = \frac{S_i}{2V_i} \quad \text{ec. 1.7}$$

$A_i$  y  $V_i$  son el área superficial y el volumen del grano  $i$ .

De cálculos basados en modelos de poliedros compuesto se deduce

$$\frac{S_i}{2V_i} = \frac{(9/F_i + 6)}{D_i} \quad ec. 1.8$$

De las ecuaciones (1.2) (1.7) y (1.8)

$$A_i = \frac{\left[ \frac{9}{(17 D_i / \bar{D} - 3)} + 6 \right]}{2D_i} \quad ec. 1.9$$

Estas distribuciones están dadas mediante las correlaciones  $(m_i, f_i)$  y  $(A_i, f_i)$ , en donde  $f_i$  es la frecuencia de la existencia de granos con diámetro de volumen equivalente  $D_i$  la que viene dada en la correlación  $(f_i, D_i)$

### 1.1.3 Aristas y Vértices de Granos

La relación entre el número de caras  $m_i$ , el número de aristas  $E_i$  para los  $l$  poliedros de la figura 1.1 está dada por:

$$E_i = 2.6m_i - 5.4 \quad ec. 1.10$$

De las ecuaciones (1.2) y (1.10)

$$E_i = 44.2 \frac{D_i}{\bar{D}} - 13.2 \quad ec. 1.11$$

De la ecuación de Euler

$$m_i - E_i + C_i = 2 \quad ec. 1.12$$

Siendo  $C_i$  el número de vértices.

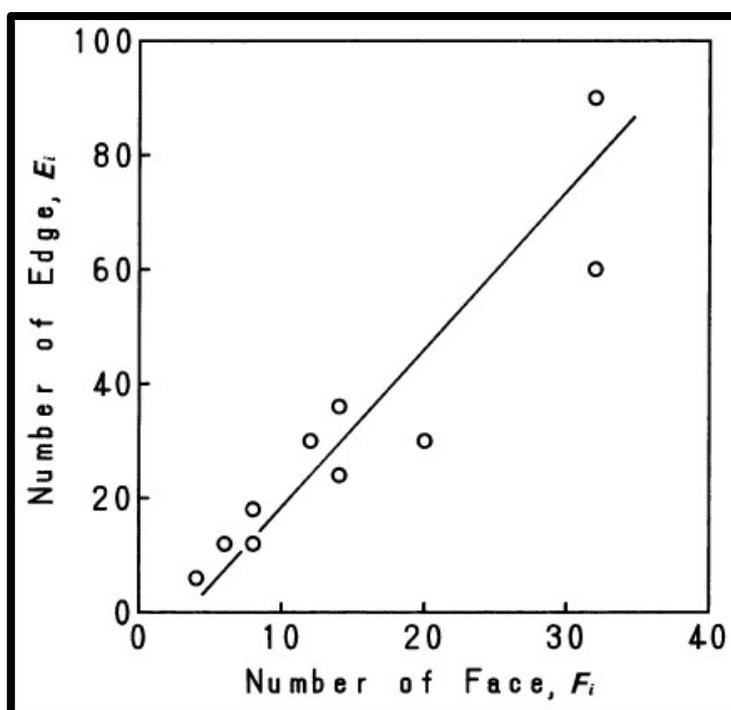
De las ecuaciones (1.10) y (1.12)

$$C_i = 1.6m_i - 3.4 \quad ec. 1.13$$

De las ecuaciones (1.12) y (1.13)

$$C_i = 27.2 \frac{D_i}{D} - 8.2 \quad \text{ec. 1.14}$$

En consecuencia la distribución del número de aristas y vértices de un grano se calculan mediante las ecuaciones (1.11) y (1.14) respectivamente. En la figura 1.2 se muestra la relación entre el número de arista  $E_i$  y el número de caras  $m_i$  para los poliedros de la figura 1.1.



**Figura 1.2** Correlación entre el número de caras y el número de aristas de los poliedros de la figura 1.1 (MetalsHandbook 8th edition, 1979, vol8)

La relación entre el número de aristas  $E_i$  y el volumen normalizado  $v_i$  de un poliedro está correlacionado mediante.

$$E_i = 14.9v_i^{0.42} \quad \text{ec. 1.15}$$

El volumen normalizado  $v_i$  se define por

$$v_i = \frac{V_i}{e_i^3} \quad \text{ec. 1.16}$$

Siendo  $V_i$  y  $e_i$  el volumen y la longitud de la arista respectivamente.

### 1.1.4 Estimación del Tamaño de Grano Policristalino

Por tamaño de grano entenderemos tamaño de grano medio. Todos los métodos de estimación no tienen suficientes consideraciones para.

- a) La relación entre una estructura tridimensional con otra bidimensional producto de su intersección con un plano.
- b) La distribución de los granos que complica la relación (a)

Así los métodos convencionales evalúan propiedades de mediciones planas y que representan las medidas de estructuras tridimensionales.

### 1.1.5 Expresiones y Definiciones para el Tamaño de Grano

El tamaño de grano puede definirse de las maneras que se indican en la tabla 1.1

**Tabla 1.1** Notaciones para designar el tamaño de grano

Dimensiones en que se expresa el tamaño de grano	Dimensiones de las mediciones		
	Lineal	Plana	Espacial
Lineal	l, longitud de intercepción dentro de la esfera	d <sub>A</sub> , diámetro de la sección circular	D, diámetro de la esfera
Plana		A, área sección circular	S, área superficial
Espacial			V, volumen de la esfera

Cuando se habla del diámetro de un grano esta suele referirse como el diámetro de una esfera de volumen equivalente al volumen de grano V

$$D = \left( \frac{6V}{\pi} \right)^{\frac{1}{3}} \quad \text{ec. 1.17}$$

La distribución espacial sigue una distribución log-normal. Entonces  $\ln D$  sigue una distribución normal. La media aritmética de  $\ln D$  está dada por  $\ln D_g$ , donde  $D_g$  es la media geométrica de  $D$ . la desviación Standard para  $\ln D$  está dada por  $\ln \sigma_g$  siendo  $\sigma_g$  la desviación Standard geométrica de  $D$ .

El tamaño de grano promedio es el valor medio. El método de intercepción (Heyn) y el método planimétrico (Jeffries) dan valores promedios del tamaño de grano.

En el método de intercepción, rectas de una longitud total  $L$  se trazan aleatoriamente en el campo visual o sobre la microestructura. Se cuenta el número de granos atravesados por esta líneas,  $n_L$ . El tamaño medio de grano (longitud media de intercepción) es:

$$i = \frac{L}{n_L} \quad \text{ec. 1.18}$$

El valor  $i$  es menor que el diámetro de grano verdadero (que no está claramente definido) porque la línea nunca corta el centro de un grano; por lo que se ha propuesto que el diámetro de grano verdadero es el valor  $i$  multiplicado por un factor mayor que la unidad.

En el método planimétrico un círculo o un rectángulo de área  $A$  se superpone a la microestructura, contándose el número de granos circunscritos  $n_A$ . Se calcula el área intersectada media  $\bar{a}$ . El tamaño de grano medio es.

$$\text{Tamaño grano medio} = \sqrt{\bar{a}} = \sqrt{\frac{A}{n_A}} \quad \text{ec. 1.19}$$

### 1.1.6 Derivación del Tamaño de Grano medio

Se han propuesto las siguientes fórmulas:

$$N_A = N_V \bar{D}_V \quad ec. 1.20$$

$$N_A = \frac{1}{2} S_V = \frac{1}{2} N_V \bar{S} \quad ec. 1.21$$

$$P_P = V_V = N_V \bar{V} \quad ec. 1.22$$

$N_A$  número de secciones de partículas por área unitaria de medición,  $N_L$  número de intersecciones por unidad de longitud que hacen las rectas trazadas de manera aleatoria sobre la microestructura,  $P_P$  es la fracción de puntos del total de puntos de una grilla colocada aleatoriamente sobre la microestructura,  $N_V$  número de partículas por unidad de volumen de la microestructura,  $\bar{D}_V$  distancia media entre planos paralelos tangentes sobre todas las partículas en la microestructura,  $S_V$  es el área superficial total limitadas por las partículas en un volumen unitario de estructura y  $V_V$  la fracción del volumen total ocupada por la fase de interés.

Las tres cantidades  $\bar{D}_V$ ,  $\bar{S}$ ,  $\bar{V}$  están relacionadas a los momentos de la distribución del tamaño de partícula. Si  $X$  es una medida unidimensional que caracteriza el tamaño de partícula.

$$\bar{D} = K_1 \bar{X} = K_1 \mu_1 \quad ec. 1.23$$

$$\bar{S} = K_2 \bar{X}^2 = K_2 \mu_2 \quad ec. 1.24$$

$$\bar{V} = K_3 \bar{X}^3 = K_3 \mu_3 \quad ec. 1.25$$

Los factores  $k_i$  no tienen dimensiones y  $\mu_i$  son los momentos en torno al origen de las funciones de distribución.

Asumiendo que la distribución tamaño de X tiene la forma log normal, la función densidad de probabilidad f(X):

$$f(X) = \frac{1}{Ln\sigma_g\sqrt{2\pi}X} \exp\left[\frac{1}{2}\left(\frac{LnX - Ln\mu_g}{Ln\sigma_g}\right)^2\right] \quad ec. 1.26$$

$\mu_g$  es la media geométrica y  $\sigma_g$  son la desviación estándar geométrica de X. Por definición de momentos:

$$\mu_1 = \exp\left[Ln\mu_g + \frac{(Ln\sigma_g)^2}{2}\right] \quad ec. 1.27$$

$$\mu_2 = \exp\left[2Ln\mu_g + 2(Ln\sigma_g)^2\right] \quad ec. 1.28$$

$$\mu_3 = \exp\left[3Ln\mu_g + 3(Ln\sigma_g)^2\right] \quad ec. 1.29$$

Sustituyendo las ecuaciones (1.27) - (1.29) en las ecuaciones (1.20) – (1.22)

$$N_A = N_V K_L D_g \exp\left[\frac{(Ln\sigma_g)^2}{2}\right] \quad ec. 1.30$$

$$N_L = \frac{1}{2} N_V K_2 D_g^2 \exp\left[(Ln\sigma_g)^2\right] \quad ec. 1.31$$

$$P_P = N_V K_3 D_g^3 \exp\left[9\frac{(Ln\sigma_g)^2}{2}\right] \quad ec. 1.32$$

Como el objeto partícula es un grano, para una estructura monofásica los promedios aritméticos de área, línea y volumen interceptado  $\bar{a}$ ,  $\bar{I}$ ,  $\bar{V}$  se representan por

$$\bar{a} = \frac{1}{N_A} \quad ec. 1.33$$

$$\bar{I} = \frac{1}{N_I} \quad ec. 1.34$$

$$\bar{V} = \frac{1}{N_V} \quad ec. 1.35$$

Para una estructura monofásica:

$$P_p = 1 \quad ec. 1.36$$

El valor de  $\bar{D}$  es igual al primer momento de la función distribución  $\mu_1$ , de la ecuación (1.27)

$$\bar{D} = D_g \exp \left[ \frac{(\ln \sigma_g)^2}{2} \right] \quad ec. 1.37$$

Si en la ecuación (1.17) reemplazamos el volumen medio  $\bar{V}$  se obtiene el diámetro promedio  $D_{prom}$ .

$$D_{prom} = \left( \frac{6\bar{V}}{\pi} \right)^{\frac{1}{3}} \quad ec. 1.38$$

De las ecuaciones (1.32), (1.35) y (1.36)

$$\bar{V} = K_3 D_g^3 \exp \left[ \frac{9(\ln \sigma_g)^2}{2} \right] \quad ec. 1.39$$

Con lo cual

$$D_{prom} = \left( \frac{6K_3}{\pi} \right)^{\frac{1}{3}} D_g \exp \left[ 3 \frac{(\ln \sigma_g)^2}{2} \right] \quad ec. 1.40$$

De las ecuaciones (1.30), (1.34) y (1.36), los tamaños medios de los métodos de intersección y planimétricos se escriben:

$$\bar{a} = \left(\frac{K_3}{K_1}\right) D_g^2 \exp \left[ 4(\text{Ln}\sigma_g)^2 \right] \quad \text{ec. 1.41}$$

$$\bar{l} = \left(2 \frac{K_3}{K_2}\right) D_g \exp \left[ 5 \frac{(\text{Ln}\sigma_g)^2}{2} \right] \quad \text{ec. 1.42}$$

$$\sqrt{\bar{a}} = \left(\frac{K_3}{K_1}\right)^{\frac{1}{2}} D_g \exp \left[ 2(\text{Ln}\sigma_g)^2 \right] \quad \text{ec. 1.43}$$

## **1.2 Aspectos Estereológicos Aplicado A La Metalografía Cuantitativa Y Procesos Estadísticos**

### **1.2.1 Métodos de medición de tamaño de grano**

Albert Sauveur publicó en USA (1894) el denominado método planimétrico que luego fuera desarrollado por Zay Jeffries en 1916 mediante dos publicaciones. Este método mide el tamaño de grano en términos del número de granos visible sobre una sección transversal dentro de un área determinada (NA) expresable por el número de granos por pulg<sup>2</sup> a 100X o el número de granos por mm<sup>2</sup> a 1X. A partir de este valor puede calcularse la sección transversal del grano. Este valor no es el promedio de la máxima sección transversal del grano dado que no es la intersección de la máxima sección con el plano de pulido.

En Alemania en 1904 Emil Heyn publicó el método de intercepción como medición del tamaño de grano. De acuerdo a este método sobre la estructura a una magnificación dada se superpone uno o más líneas. El valor promedio de la longitud interceptada da un valor algo menor al diámetro promedio de un grano pero ambos valores están interrelacionados.

Bajo ciertas circunstancias se requiere de métodos más simples. Algunos métodos requiere que  $G \geq 5$  (granos finos). En materiales de granos muy finos pueden emplearse tales métodos que sin tener la precisión de los métodos vigentes pueden

resultar adecuados en tanto que la distribución de los granos sea normal. Adicionalmente las muestras deben ser atacadas de la mismamaneira en que se describen en las tablas. Si el tamaño se encuentra cerca de los límites de especificación, entonces es preferible usar los métodos de medición. El primer método comparativo para medición de tamaños de grano se empleó en el método ASTM E2 (1930) para el Cu.

Debe notarse que estos métodos son para superficies pulidas, intersecciones de los granos con los planos de pulido y por lo tanto son medidas planares de los tamaños de granos. El método Planimétrico de Jeffries define el tamaño de grano en términos del número de granos por unidad de área promedio de un grano, mientras que el método de intercepción de Heyn lo define en función de la longitud interceptada promedio. El método de comparación expresa el tamaño de grano en función de G excepto para el Cu el cual usa el valor d.

### **1.2.2 Evolución de los Métodos ASTM E – 112**

El método E2 17T abarcaba tres secciones: magnificación estándar, lentes y tamaños de granos. La sección tamaño de grano no detallaba los métodos de medición y simplemente sugería el método a aplicar dependiendo de si los granos eran equiaxiales (método planimétrico de Jeffries) o elongados (método de la intercepción de Heyn). El método ASTM E2 adicionó detalles sobre el desarrollo del método planimétrico de Jeffries (revisión 1920) y las primeras cartas comparativas para

latones a 75X (revisión 1930). Luego apareció la norma E19-33T Clasificación del tamaño de grano Austenítico en los aceros (Subcomité Especial de 1931) pero que por su imprecisión fuera retirado cuando se introdujo la norma E 112, métodos para determinar el tamaño promedio de los granos.

### **1.2.3 Métodos Posteriores al Método ASTM E - 112**

Los métodos ASTM E-112, tienen que ver principalmente con la medición de tamaños de granos equiaxiales, aunque contiene información sobre granos alargados (deformados). Hay situaciones en donde los métodos E 112 no son útiles por lo que se han desarrollado otras normas. Por ejemplo ciertas aleaciones pueden que no exhiban una distribución uniforme de granos, sino una distribución bimodal. Dos normas ASTM tratan con tales estructuras. La norma E 930, Métodos para estimar el grano más grande observado en una sección metalográfica es usado para medir el tamaño de un grano inusualmente grande dentro de una distribución uniformemente fina, mientras que la norma ASTM E-118, Métodos para la caracterización de Tamaños de Granos Dúplex es usado para medir el tamaño de grano cuando la distribución es no normal. Con el desarrollo de análisis de imagen se ha establecido una nueva norma ASTM E-1382, Métodos para la determinación del tamaño de Grano Promedio Usando Análisis de Imagen Automática y semi- automática.

### 1.2.4 El Escenario Internacional

Las normas ASTM para medición de tamaños de granos encuentran amplia difusión existiendo otras como las ISO (International Organization for Standardization) y las propuestas por otros países, especialmente en aquellos de usos de medidas no inglesa. Por ejemplo una ecuación desarrollado en 1940 y que permite obtener el número de tamaño de grano ASTM está basado en unidades inglesas. Para países con sistema métrico se ha propuesto la ecuación 1.1 que produce número de tamaño de grano casi idéntico:

$$m = 8(2^{G_m}) \quad \text{ec. 1.44}$$

Donde:

$m$ : número de granos por  $\text{mm}^2$  a  $1X$

$G_m$ : número de tamaño grano en el sistema métrico.

$G_m$  es ligeramente mayor que  $G$ .

La ecuación (1.44) es usada en las normas Suecas (SIS 11 11 01), las normas italianas (UNI 3245), las normas rusas (GOST 5639), las normas francesas (NF A04-102), y las normas ISO (ISO 643). Las normas alemanas basadas en el sistema métrico emplea una ecuación diferente

$$K = 3.7 + 3.33\text{Log}(Z) \quad \text{ec. 1.45}$$

Donde:

$K$ : Un número equivalente a  $G$

Z: número de granos por  $\text{cm}^2$  a 100X.

Las normas japonesas JIS G 0551 y G0552 también usan las norma métricas con una ecuación (ecuación 1.46) que difiere ligeramente de la ecuación 2.44 aunque produce los mismos.

$$m = 2(2^{Gm+3}) \quad \text{ec. 1.46}$$

Donde m y Gm se definen de la misma manera.

### 2.2.5 Nociones Básicas Metalografía Cuantitativa

Se resumen los procedimientos empleados para relacionar las mediciones bidimensionales hechas en el plano de pulido con las correspondientes características microestructurales tridimensionales. Entre las mediciones más rápidas y fáciles de hacer en la metalografía cuantitativa está el conteo de puntos P y el conteo de objetos N.

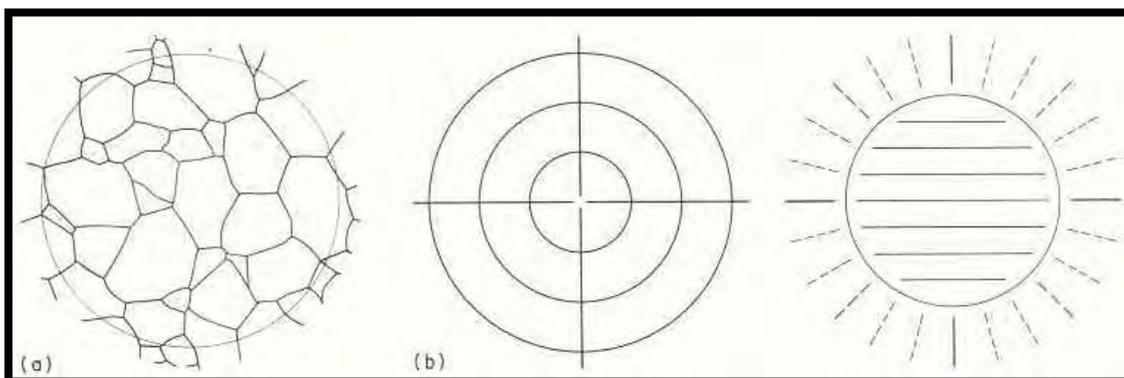
El método de conteo de puntos consiste en aplicar una grilla de  $P_T$  puntos sobre un área particular metalográfica y contar los  $P_i$  que caen sobre una fase en particular, la relación  $P_i/P_T$  se designa con  $P_P$  (tabla 1.2). El espaciado de los puntos en la grilla es del mismo orden de magnitud que el espaciado de la fase en cuestión. La grilla puede estar insertada en el ocular o impreso sobre un plástico la que para una mejor eficiencia en el conteo no debe aplicarse más de 5 o 6 veces sobre la micrografía.

Para muchas aplicaciones se usan grillas de 3x3, 4x4 y 5x5 puntos de acuerdo con el aumento usado.

**Tabla 1.2** Símbolos y notaciones para el Método de conteo

Símbolos	Notación combinada
P: Número de puntos	$P_L: P/L_T$
L: Longitud de línea en mm	$L_A: L/A_T$
A: Área superficie plana en $\text{mm}^2$	$A_A: A/A_T$
S: Área superficie curva en $\text{mm}^2$	$S_V: S/V_V$
V: Volumen en $\text{mm}^3$	
N: Número de objetos	$N_V: N/V_T$

Otra medición frecuente es el número de puntos intersectados por unidad de longitud y que se designa por  $P_L$ . Una línea o un conjunto de líneas dadas de longitud(es) predeterminada(s) (figura 1.3b) se aplica(n) de manera aleatoria sobre la micrografía y se cuenta las veces que la(s) línea(s) interfecta (n) a una característica lineal de la micrografía (figura 1.3a). La(s) línea(s) se coloca(n) de manera aleatoria pero sistemática sobre toda el área micrográfica de manera de obtener un número suficiente de intersecciones. Las líneas circulares concéntricas o las rectas paralelas son apropiadas para microestructuras con orientaciones al azar. Las líneas radiales con espaciamientos angulares de  $15^\circ$  se utilizan para estructuras orientadas.



**Figura 1.3(a)** Estructura poligonal monofásica. **(b)** Plantilla circular (izquierda), plantilla de rectas paralelas y radiales a  $15^\circ$  (derecha). (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol8)

Otras mediciones básicas son los conteos  $N_L$ ,  $P_A$  y  $N_A$ .  $N_L$  es prácticamente igual a  $P_L$  pero está referido a objetos (ejemplo partículas) en vez de puntos (por ejemplo las intersecciones de los bordes de granos con las líneas de medición). Se define  $N_L$  como el número de partículas intersectadas por unidad de longitud de la línea de medición. Esta definición permite la posibilidad que una partícula de forma irregular pueda ser intersectada en más de una vez por la misma línea de medición. Entonces  $P_L = N_L$  para líneas de bordes de grano en una estructura monofásica y  $P_L = 2N_L$  para partículas independientemente de su forma.

$P_A$  y  $N_A$  están también relacionados,  $P_A$  está referido a puntos por unidad de área y  $N_A$  a objetos por unidad de área (por ejemplo nódulos en una micrografía). En la figura 2.1a si la intersección de los bordes de granos (puntos triples) se consideran como puntos,  $P = 59$  y para un área de ensayo  $A_T$  dentro del círculo igual a  $0.5 \text{ mm}^2$ ,  $P_A = 59/0.5 = 118 \text{ mm}^{-2}$ . Pero un conteo de granos en la figura 2.3 (a) da un valor  $N = 30.5$  (contando los bordes de granos intersectados por el perímetro circular como medio grano) y  $N_A = 30.5/0.5 = 61 \text{ mm}^{-2}$ . Cuando se cuentan objetos o puntos dentro de un área no debe soslayarse ni hacer doble conteo.

### 1.2.6 Mediciones Combinadas

Se tiene dos métodos:

- Método de Chalkley
- Método de Saltykov

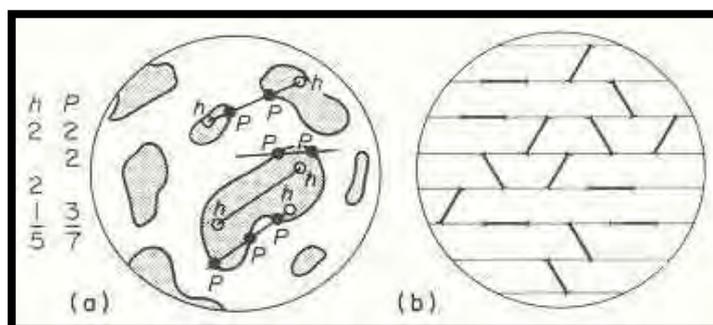
### A. Método de Chalkley

Es el más antiguo y fue propuesto por Chalkley para obtener relaciones de superficie a volumen para partículas discretas. Las partículas se embeben en un material adecuado y luego se secciona. En principio se colocan de manera aleatoria sobre la microestructura líneas cortas de medición de longitud  $l$  (figura 1.4a). Se cuentan dos tipos de puntos: Puntos P que son las intersecciones de las rectas con los bordes de las partículas  $h$  que son los extremos de las rectas que caen dentro del área de las partículas. Si designamos por  $\alpha$  a las partículas entonces se tiene la ecuación de Chalkley:

$$\frac{S_{\alpha}}{V_{\alpha}} = \frac{4P}{hl} \quad ec. 1.47$$

Mediante esta ecuación el área superficial media de la partícula  $S_{\alpha}$  está referida al volumen medio de la partícula  $V_{\alpha}$  y no a un volumen arbitrario de medición. Para el ejemplo mostrado en la figura 1.2a la ecuación (1.4) da el siguiente resultado:

$$\frac{S_{\alpha}}{V_{\alpha}} = \frac{4P}{hl} = \frac{4 \times 7}{5 \times 0.02} = 280 \text{mm}^{-1}$$



**Figura 1.4. (a)** Método Chalkley para determinar la relación superficie a volumen en partículas discretas. **(b)** Grilla para conteo combinado de puntos e intersección. (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8)

## B. Método de Saltykov

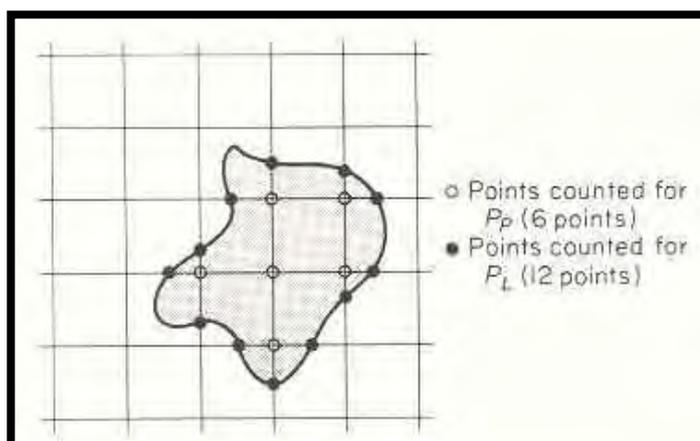
Saltykov también ha propuesto un método combinado para la relación S/V de partículas discretas. Mediante la superposición de una grilla cuadrada (figura 2.5) se hace el conteo simultáneo del número de intersecciones PL de la grilla con el contorno de la fase y del número de puntos de la grilla que caen dentro del contorno de la fase con respecto al total de puntos de la grilla PP. La ecuación propuesta para partículas aisladas

$$\frac{S_{\alpha}}{V_{\alpha}} = \frac{2P_L}{P_P} \quad \text{ec. 1.48}$$

O para un sistema de partículas dentro de una matriz

$$\frac{(S_V)_{\alpha}}{(V_V)_{\alpha}} = \frac{2P_L}{P_P} \quad \text{ec. 1.49}$$

En el caso de la partícula individual que se muestra en la figura 1.5 y para una longitud total no magnificada de grilla de  $l = 1\text{mm}$ ,  $S/V = (2 \times 12) / (6/36) = 144\text{ mm}^{-1}$



**Figura 1.5.** Superposición de una grilla cuadrada usada en el método Saltykov para determinar la relación superficie a volumen de partículas discretas. (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8)

### 1.2.7 Otras ecuaciones básicas

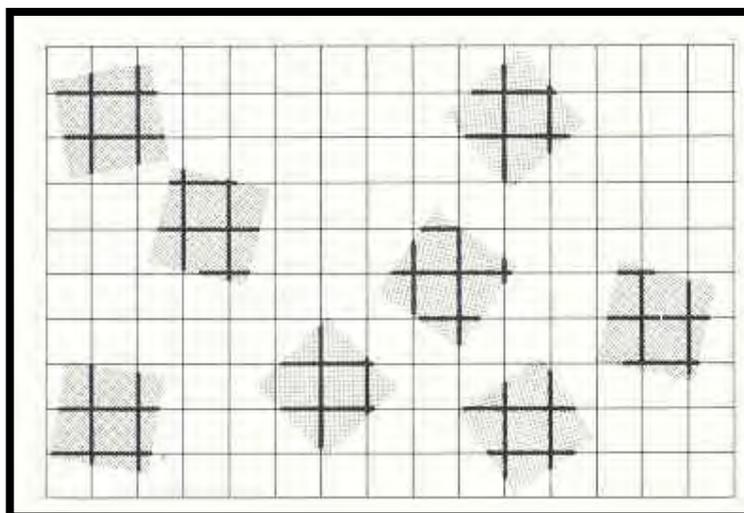
$$V_V = A_A = L_L = P_P(mm^0) \quad ec. 1.50$$

$$S_V = (4\pi)L_A = 2P_L(mm^{-1}) \quad ec. 1.51$$

$$L_V = 2P_A(mm^{-2}) \quad ec. 1.52$$

$$P_V = (1/2)L_V S_V = 2P_A P_L(mm^{-3}) \quad ec. 1.53$$

La ecuación (1.50) establece la igualdad entre la fracción de volumen con la relación de áreas, la relación lineal y la relación puntual. En consecuencia la relación de volumen se realiza más eficientemente por medio del conteo puntual. Bajo circunstancias inusuales las relaciones de áreas pueden obtenerse con un planímetro; las relaciones lineales se miden comúnmente con el contador Hurlbut. Actualmente se disponen de software. En la figura 1.6 se muestra la inter relación  $A_A = L_L = P_P$



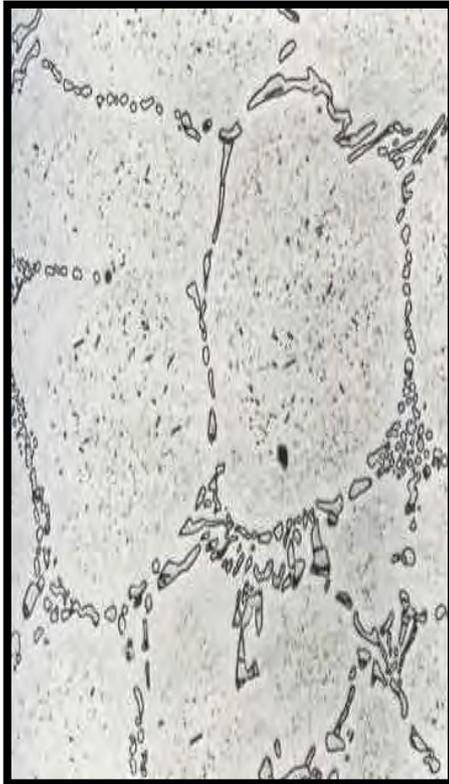
**Figura 1.6** Equivalencia de las relaciones de área, lineales y puntuales. (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8)

La ecuación (1.47) combina dos mediciones importantes

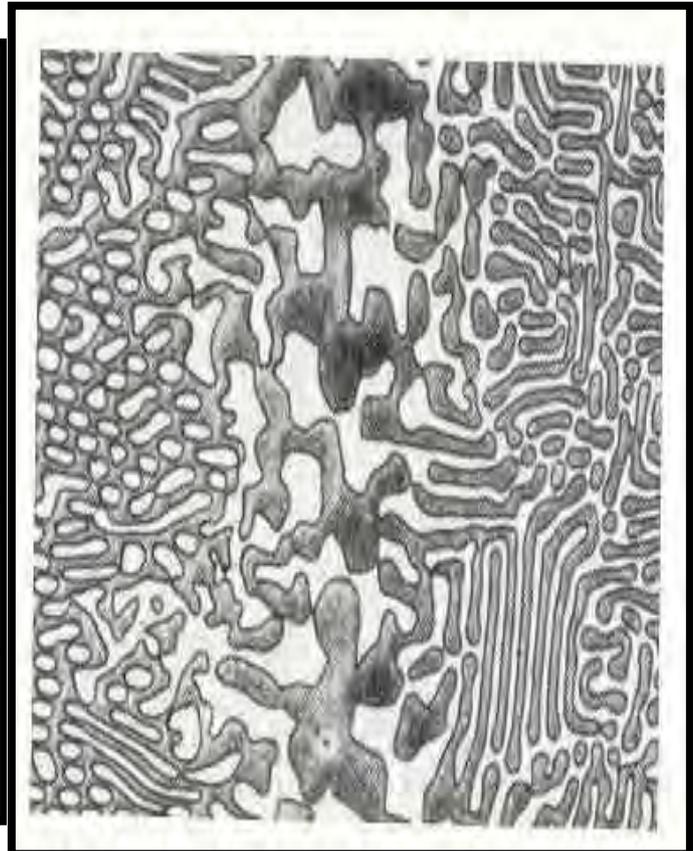
$$\text{Área superficial por unidad de volumen, } S_V = 2P_L \quad ec. 1.54a$$

$$\text{Longitud por unidad de \u00e1rea, } L_A = \frac{\pi}{2} P_L \quad \text{ec. 2.54b}$$

Como ejemplo de la aplicaci\u00f3n de la ecuaci\u00f3n 1.54a se muestra las figuras 2.7 y 2.8.

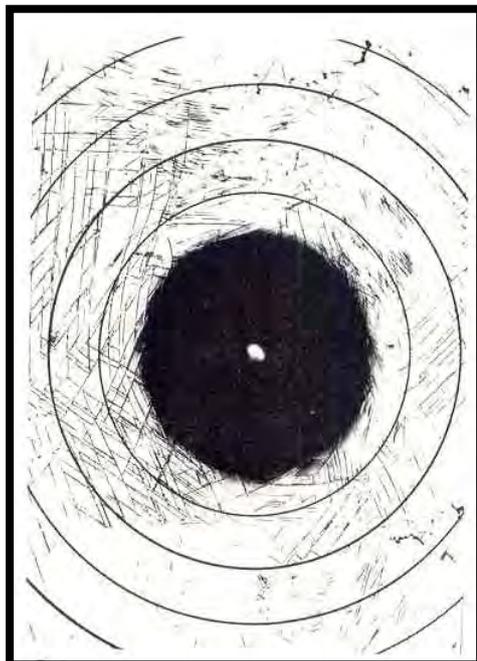


**Figura 1.7** Precipitaci\u00f3n en bordes de grano en una aleaci\u00f3n fundida FE-35%Ni-16%Cr. 250X. (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8)



**Figura 1.8** Interfase en una aleaci\u00f3n eut\u00e9ctica Al-Cu. (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8)

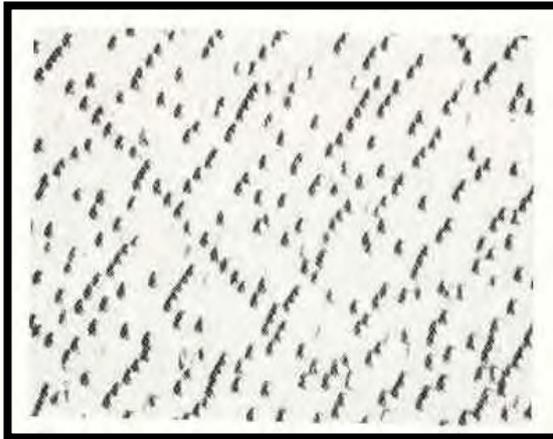
La ecuaci\u00f3n (2.54b) la aplicamos en situaciones donde requerimos evaluar las trazas lineales en el plano de pulido, como por ejemplo la longitud de los bordes de granos expuestos a un medio corrosivo en el estudio de la corrosi\u00f3n. En la figura 2.9 se analiza la deformaci\u00f3n de una impronta de dureza en funci\u00f3n de la longitud por unidad de superficie de las trazas de maclas generadas en torno de dicha impronta.



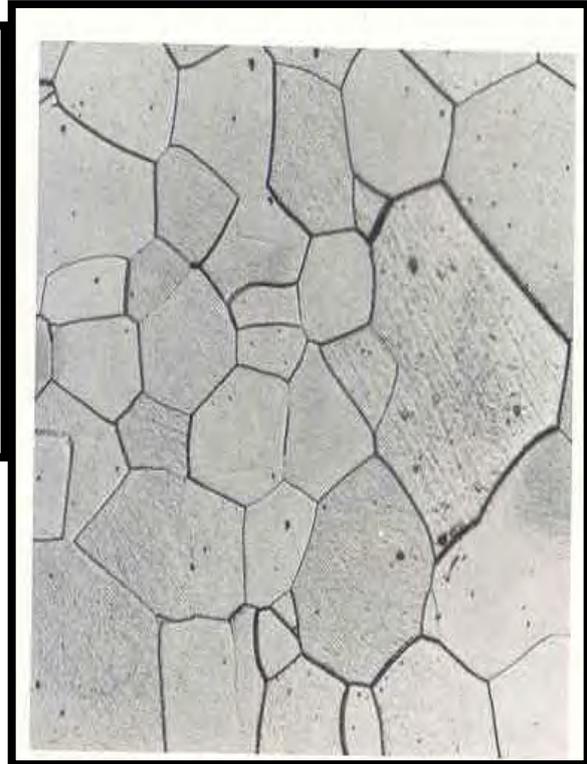
**Figura 1.9** Grilla circular superpuesta a una micrografía que muestra las maclas en torno a una impresión de indentación en una aleación fundida de Mo-12.5%Os.(Metals Handbook 8th edition. 1979. Vol 8)

En la ecuación 2.52, longitud de línea por unidad de volumen,  $P_A$  es el número de punto contados o intersecciones con el rasgo microestructural en el plano de pulido cuya orientación se elige de manera aleatoria.

Como ejemplo típicos de rasgos microestructurales lineales tenemos las líneas de dislocaciones, los vértices de bordes de granos, precipitados aciculares, escorias y óxidos elongados. En la micrografía, figura 2.10 el conteo  $P_A$  de las figuras de corrosión da la densidad de dislocaciones  $L_V$ . En la figura 2a y la micrografía, figura 2.11 mediante el conteo  $P_A$  de los puntos triples o intersecciones de los bordes de granos se obtiene la longitud de los bordes de granos  $L_V$ .



**Figura 1.10** Figuras de corrosión producidas por líneas de dislocaciones en Cu. (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8)



**Figura 1.11** Bordes de granos en una solución sólida de Pd recristalizada. 75X. (Metals Handbook 8th edition, 1979, Vol 8)

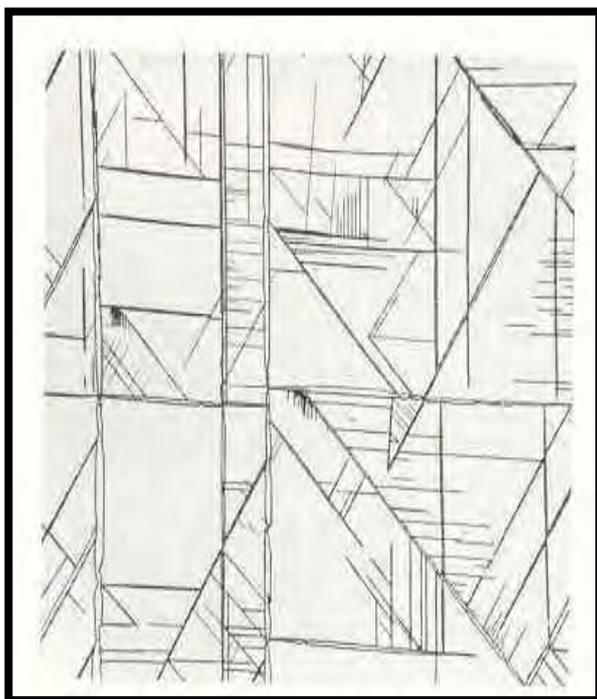
La cantidad fundamental  $P_v$  puntos por unidad de volumen no puede medirse directamente a menos que tenga un tamaño finito o se utiliza microscopía electrónica. Si se tratara de partículas muy pequeñas lo que uno determinaría es  $NV$ , número de partículas por unidad de volumen. En la ecuación 1.53 los puntos  $P_v$  están generados por la intersección de sistemas superpuesta de líneas y superficies; entonces las mediciones  $P_A$  y  $P_L$  conducen a la cantidad especificada  $P_v$ .

### 1.2.8 Estructuras orientadas

Aunque las ecuaciones (1.50) a (1.53) se aplican a cualquier tipo de microestructura se dispone de ecuaciones para tipos especiales de microestructuras. Por ejemplo tenemos sistemas de líneas o superficies orientada en las que además de los valores

promedios se desea determinar las características direccionales. En tales casos ya no se emplean secciones orientadas aleatoriamente sino secciones transversales o longitudinales. Tenemos el caso de sistemas de líneas orientadas en un plano (bidimensional), sistemas de líneas orientadas en el espacio (tridimensional) y sistemas de superficies orientadas en el espacio.

Los sistemas orientados pueden ser completamente orientados o parcialmente orientados (en donde pueden ocurrir elementos orientados aleatoriamente). En la misma microestructura pueden ocurrir varios sistemas de orientación. Las trazas de las maclas sobre los planos de pulidos (figura 1.12) y las trazas de los bordes de fases en el plano de pulido (figura 1.13) son ejemplos de sistemas de líneas orientadas en



**Figura 1.12** Maclas en un monocristal Mo-35%Re (MetalsHandbook 8th edition, 1979, Vol 8)



**Figura 1.13** Inclusiones alargadas de sulfuros en un acero inoxidable 303 corte libre. 220X. (MetalsHandbook 8th edition, 1979, Vol 8)

Las ecuaciones 1.55a, 1.55b y 1.55c son tres ecuaciones aplicables para sistemas parcialmente orientados. Los subíndices (ran) y (or) se refieren a porciones aleatorias y orientadas el sistema de líneas y el subíndice (tot) a la longitud total de línea por unidad de área.

$$(L_A)_{ran} = 1.571(P_L)_\gamma \quad ec. 1.55a$$

$$(L_A)_{or} = (P_L)_\beta - (P_L)_\gamma \quad ec. 1.55b$$

$$(L_A)_{tot} = (P_L)_\beta + 0.571(P_L)_\gamma \quad ec. 1.55c$$

En donde  $(P_L)_\beta$  y  $(P_L)_\gamma$  son las mediciones hechas con las líneas de mediciones colocadas perpendicularmente y paralelamente a la dirección orientada.

Debe tenerse en cuenta que  $(L_A)_{tot} = (L_A)_{ran} + (L_A)_{or}$ . Si el sistema de líneas está completamente orientada  $(P_L)_\gamma$  será cero y  $(L_A)_{or} = (L_A)_{tot} = (P_L)_\beta$ .

Apliquemos una grilla de líneas paralelas tal como las del extremo derecho de la figura 1.4b perpendicularmente a cada una de las orientaciones y contemos el número e intersecciones de las maclas que son perpendiculares a las líneas de mediciones. Si las trazas de las maclas se asumen que están completamente orientadas entonces

$$(L_A)_{or} = (P_L)_\beta$$

Y la longitud de línea se obtiene directamente para cada orientación en función del ángulo de una línea de referencia.

Existen muchas características microestructurales que pueden ser consideradas como un conjunto de líneas orientadas en el espacio a través de toda la aleación. Como ejemplo de ello tenemos las inclusiones no metálicas (figura 1.13), láminas paralelas en eutécticos solidificados unidireccionalmente, etc.

Para sistemas de líneas parcialmente orientadas se propone

$$(L_V)_{ran} = 2(P_A)_\gamma \quad ec. 1.56a$$

$$(L_V)_{or} = (P_A)_\beta - (P_A)_\gamma \quad ec. 1.56b$$

$$(L_V)_{tot} = (P_A)_\beta + (P_A)_\gamma \quad ec. 1.56c$$

Donde  $(P_A)_\beta$  y  $(P_A)_\gamma$  se refiere a las mediciones de densidades de puntos sobre planos perpendiculares y paralelas a la dirección de orientación respectivamente. Si el sistema de líneas está completamente orientada,  $(P_A)_\gamma$  es cero y  $(L_V)_{or} = (P_A)_\beta$ . Para propósitos prácticos algunas características microestructurales que no son estrictamente lineales pueden asumirse como tales si ellas tienen suficiente linealidad.

El tercer mayor tipo de estructuras orientadas consiste de superficies. Tales como las lamelas en eutécticos solidificados unidireccionalmente (figura 1.14) y precipitados

lamelares (figura 1.15). Estos tipos de superficies orientadas pertenecen a la subclasificación conocidas como orientaciones planares desde que ellas son paralelas a un plano (o planos). Las ecuaciones aplicables para este caso son:

$$(S_V)_{ran} = 2(P_L)_\gamma \quad ec. 1.57a$$

$$(S_V)_{or} = (P_L)_\beta - (P_L)_\gamma \quad ec. 1.57b$$

$$(S_V)_{tot} = (P_L)_\beta + (P_L)_\gamma \quad ec. 1.57c$$

Donde  $(P_L)_\beta$  y  $(P_L)_\gamma$  son mediciones hechas perpendicularmente y paralelamente a los planos de orientación respectivamente. Si el sistema de superficie está completamente orientada como es la parte que se muestra en la figura 1.15  $(P_L)_\gamma$  es cero y  $(S_V)_{or} = (P_L)_\beta$ .



**Figura 1.14** Lamelas en una aleación eutéctica Al-Cu solidificada unidireccionalmente (MetalsHandbook 8th edition, 1979, Vol 8)



**Figura 1.15** Micrografía TEM de precipitados laminares en una aleación Fe-30%Ni-6%Ti. (MetalsHandbook 8th edition, 1979, Vol 8)

Como ilustración se muestra los datos de una secuencia de muestras de Be extruido con diferentes tamaños iniciales de polvo.

**Tabla 1.3** Berilio extruido con diferentes tamaños iniciales de polvo

Muestra No	Tamaño inicial del polvo en mm	$(P_L)_\beta$ , $\text{mm}^{-1}$	$(P_L)_\gamma$ , $\text{mm}^{-1}$
1	0.044	164.8	115.0
2	0.100	104.2	69.5
3	0.250	69.0	56.8

Asumiendo una orientación plana, sustituyendo los datos de las muestra 1, 2 y 3 en las ecuaciones 1.57b y 1.57c

$$(S_V)_{\text{or}} = (P_L)_\beta - (P_L)_\gamma$$

$$(S_V)_{\text{or}} = 164.8 - 115.0 = 49.8 \text{ mm}^{-1}$$

$$(S_V)_{\text{or}} = 104.2 - 69.5 = 34.7 \text{ mm}^{-1}$$

$$(S_V)_{\text{or}} = 69.0 - 56.8 = 12.2 \text{ mm}^{-1}$$

$$Y(S_V)_{\text{tot}} = (P_L)_\beta + (P_L)_\gamma$$

$$(S_V)_{\text{tot}} = 164.8 + 115.0 = 279.8 \text{ mm}^{-1}$$

$$(S_V)_{\text{tot}} = 104.2 + 69.5 = 173.7 \text{ mm}^{-1}$$

$$(S_V)_{\text{tot}} = 69.0 + 56.8 = 125.8 \text{ mm}^{-1}$$

La fracción o porcentaje de orientación planar  $\Omega_{pl}$

$$\Omega_{pl} = (S_V)_{or} / (S_V)_{tot}$$

$$\Omega_{pl} = 49.8/279.8 = 0.178$$

$$\Omega_{pl} = 34.7/173.7 = 0.20$$

$$\Omega_{pl} = 12.2/125.8 = 0.097$$

En situaciones en donde los granos (o partículas, inclusiones, precipitados) son marcadamente alargados puede resultar útil el empleo de un índice de forma. Uno de los índices más sencillos es la que expresa la relación de la longitud media al ancho medio:

$$Q = \frac{D_\gamma}{D_\beta} = \frac{(P_L)_\beta}{(P_L)_\gamma} \quad ec. 1.58$$

Para los datos del ejemplo arriba indicado.

$$Q = 164.8/115.0 = 1.43$$

$$Q = 104.2/69.5 = 1.50$$

$$Q = 69.0/56.8 = 1.21$$

Para granos equiaxiales  $Q = 1$

Las estructuras lamelares son los ejemplos más comunes de superficies orientada. Una medida de la finura de las lamelas es el denominado espaciado interlamelar So definida como la distancia perpendicular entre dos lamelas similares contiguas.

Como la verdadera distancia interlamelar es difícil de determinar directamente lo que se mide en realidad es la distancia aleatoria media  $\sigma$  definida como

$$\sigma = \frac{1}{N_L} \quad \text{ec. 1.59}$$

En donde  $N_L$  es el número de lamelas alternadas intersectadas aleatoriamente por unidad de longitud de la línea de medición. El espaciado verdadero viene dado mediante la siguiente expresión confirmada experimentalmente

$$S_0 = \sigma/2 \quad \text{ec. 1.60}$$

En la figura 1.14 se muestra los tres tipos de espaciados y los tres tipos de distancias. Los espaciados son longitudes medidas de centro a centro entre dos lamelas similares contiguas y la distancia son los espesores de una lamela. Las relaciones entre la los espaciados, las distancias y la intercepción de longitudes vienen dadas por:

$$\delta = (L_L)\sigma \quad \text{ec. 1.61}$$

$$L_3 = \sigma - \delta \quad \text{ec. 1.62}$$

$L_L$  es la relación de longitudes de intersección y  $L_3$  está referido a un parámetro tridimensional

$$S_V = \frac{4}{\sigma} \quad \text{ec. 1.63}$$

$S_V$  es el área interfaciallamelar por unidad de volumen.

### 1.2.9 Métodos Usados Para La Determinación Del Tamaño De Grano

Usaremos el método ASTM E112, método estándar para determinar el tamaño de grano, usaremos cuatro métodos, las cuales son las siguientes:

- Método Planimétrico o de Jeffries
- Método de Abrams
- Método de Heyn
- Método de Hilliard

Debemos tomar en cuenta que el método Planimétrico consiste en contar granos dentro de un área circular determinada y los tres métodos restantes involucra el conteo de los granos por una línea de ensayo o el número de intersecciones de la línea con los bordes de grano.

**NOTA:** Las reglas de conteo para los métodos de intersección lineal son las siguientes:

- Un punto o intersección es cuando la línea de ensayo pasa por un grano o la línea de ensayo es cortada por un borde de grano.
- $\frac{1}{2}$  punto es cuando los segmentos al final de la línea de ensayo que penetran dentro de un grano y tocan exactamente un borde de grano.
- $1 \frac{1}{2}$  cuando una intersección coincide con la intersección de tres granos.

### A. Método Planimétrico o Jeffries

Se usará un área de  $7000\text{mm}^2$  que tiene un diámetro de  $94.4\text{ mm}$ . El tamaño de grano  $G$  se calcula a partir de la ecuación 1.64.

$$G = 3.321928 \times \text{Log} N_A - 2.954 \quad \text{ec. 1.64}$$

$N_A$ : Número de granos por  $\text{mm}^2$

$N_{\text{INTERNO}}$ : Número de granos dentro del círculo

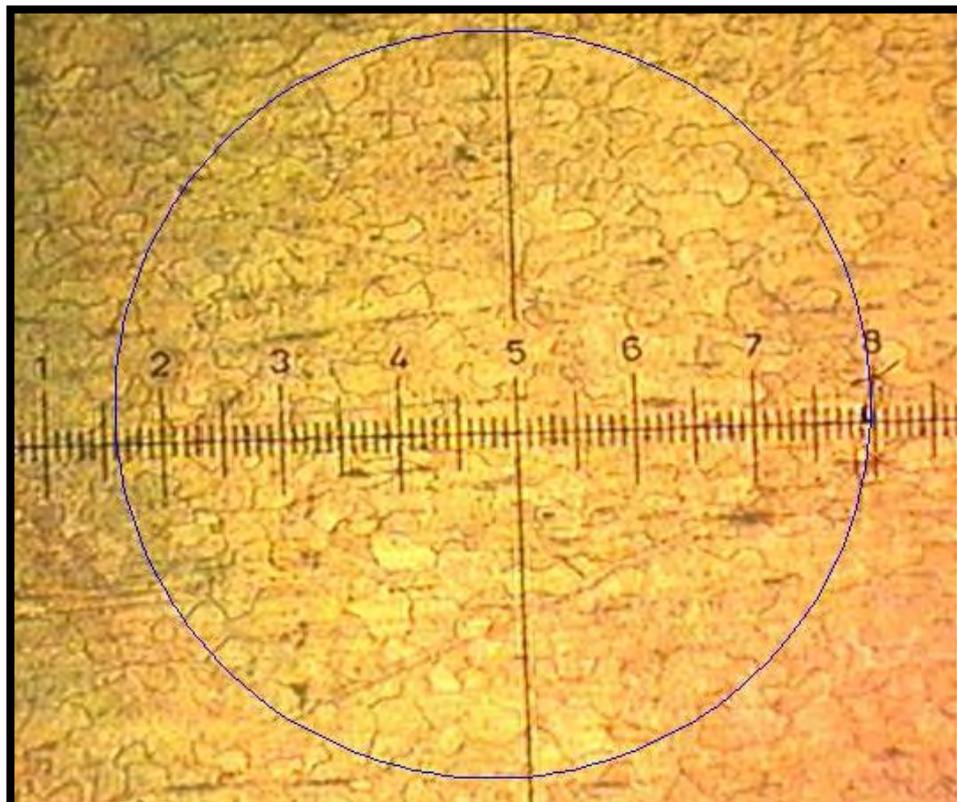
$N_{\text{INTERCEPTADO}}$ : Número de granos interceptados por el círculo

$f$ : Múltiplo de Jeffries

Para el área de  $7000\text{mm}^2$  el  $f = 0.0002 \times M^2$ ,  $M$ : Magnificación.

$$N_A = f \cdot \left( N_{\text{INTERNO}} + \frac{N_{\text{INTERCEPTADO}}}{2} \right) \quad \text{ec. 1.65}$$

A continuación realizaremos un ejemplo, para ello utilizaremos la Figura 1.16



**Figura 1.16** Metalografía de Recristalización del Aluminio, vista a 32X, con un círculo de área igual a  $7000\text{mm}^2$

$$N_{\text{INTERNO}} = 94$$

$$N_{\text{INTERCEPTADO}} = 46$$

Del conteo de granos observados en la figura 1.16,  $M = 32$ ,  $f = 0.0002 \times 32^2$  reemplazamos en la ecuación 1.65 y se obtiene  $N_A$ ,  $N_A = 23.9616$ .

Luego de obtener  $N_A$  reemplazamos este valor en la ecuación 1.64 y se obtiene el tamaño de grano  $G$ .

$$G = 1.629$$

### B. Método de Abrams

Se dibuja tres circunferencias concéntricas y la suma de las tres tiene una longitud de 500 mm. Se realiza el conteo de puntos o intercepciones y se determina un parámetro llamado  $N_I$ , este valor se reemplaza en la ecuación 1.66.

$$N_L = \frac{N_I}{L/M} \quad \text{ec. 1.66}$$

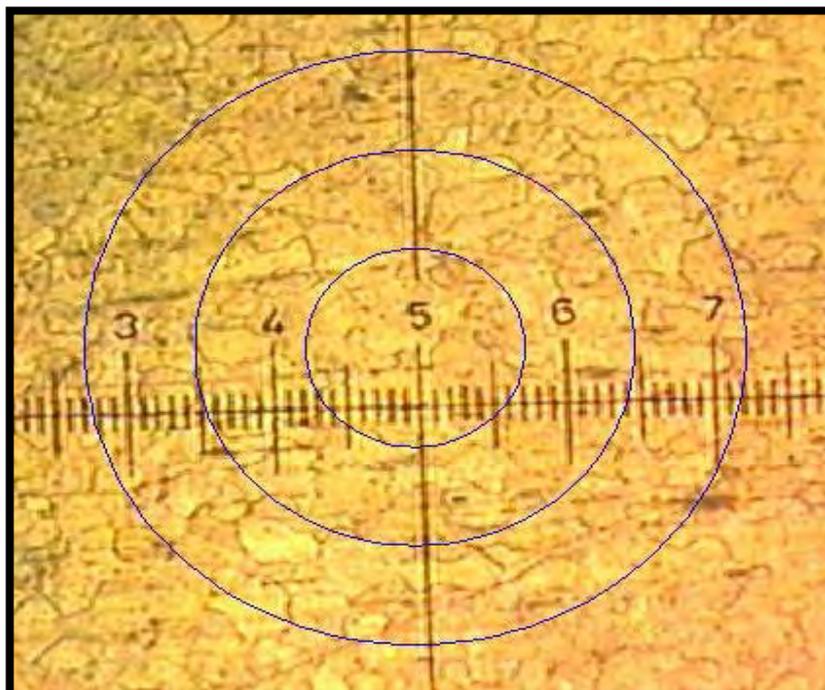
L: Es la longitud de la línea de ensayo en mm

M: Magnificación

Entonces se determina el valor  $N_L$  este valor se reemplaza en la ecuación 1.67 y se obtiene el tamaño de grano  $G$ .

$$G = 6.643856 \times \text{Log} N_L - 3.288 \quad \text{ec. 1.67}$$

A continuación realizaremos un ejemplo, para ello utilizaremos la figura 1.17



**Figura 1.17** Metalografía de Recristalización del Aluminio, vista a 32X, con tres círculos concéntricos cuya suma dan una longitud de 500mm

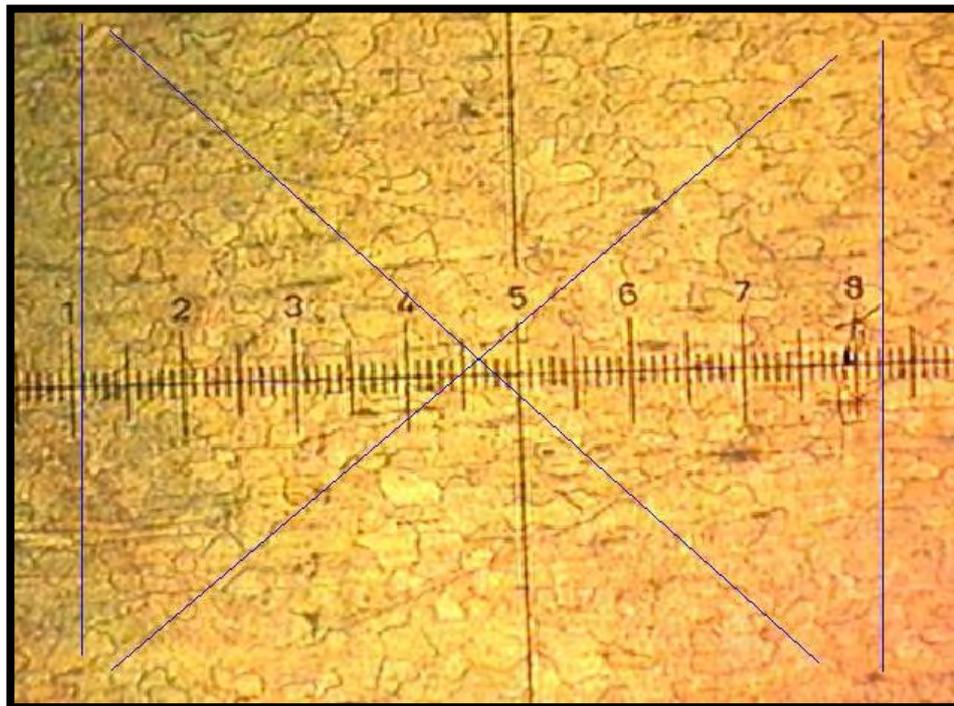
Del conteo de granos interceptados en los tres círculos  $N_I = 76$ ,  $L = 500$  y  $M = 32$ , estos valores lo reemplazamos en la ecuación 1.66 y se obtiene  $N_L = 4.864$ . Luego de obtener  $N_L$  reemplazamos este valor en la ecuación 1.67 y se obtiene el tamaño de grano  $G$ .

$$G = 1.276$$

### C. Método de Heyn

En el método de Heyn se trazan cuatro líneas rectas, dos líneas en diagonal cuya longitud de cada una es de 150mm, la línea horizontal y vertical es de 100 mm de longitud cada una. Se realiza el conteo de puntos o intercepciones y se determina un parámetro llamado  $N_I$ , este valor se reemplaza en la ecuación 1.66. Entonces se determina el valor  $N_L$  este valor se reemplaza en la ecuación 1.67 y se obtiene el tamaño de grano  $G$ .

A continuación realizaremos un ejemplo, para ello utilizaremos la figura 1.18



**Figura 1.18** Metalografía de Recristalización del Aluminio, vista a 32X, con cuatro líneas rectas cuya suma total es igual a 500mm

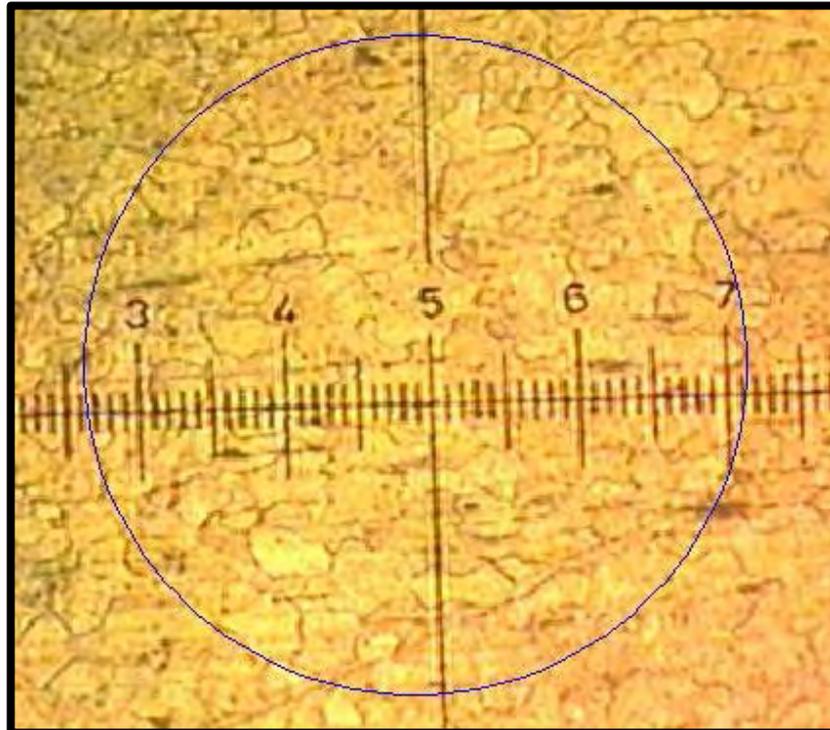
Del conteo de granos interceptados en los tres círculos  $N_I = 73$ ,  $L = 500$  y  $M = 32$ , estos valores lo reemplazamos en la ecuación 1.66 y se obtiene  $N_L = 4.672$ . Luego de obtener  $N_L$  reemplazamos este valor en la ecuación 1.67 y se obtiene el tamaño de grano  $G$ .

$$G = 1.160$$

#### D. Método de Hilliard

En el método de Hilliard se traza una circunferencia de longitud igual a 250 mm. Se realiza el conteo de puntos o intercepciones y se determina un parámetro llamado  $N_I$ , este valor se reemplaza en la ecuación 1.66. Entonces se determina el valor  $N_L$  este valor se reemplaza en la ecuación 1.67 y se obtiene el tamaño de grano  $G$ .

A continuación realizaremos un ejemplo, para ello utilizaremos la figura 1.19



**Figura 1.19** Metalografía de Recristalización del Aluminio, vista a 32X, con una circunferencia cuya longitud es igual a 250mm

Del conteo de granos interceptados en los tres círculos  $N_I = 32$ ,  $L = 250$  y  $M = 32$ , estos valores lo reemplazamos en la ecuación 1.66 y se obtiene  $N_L = 4.096$ . Luego de obtener  $N_L$  reemplazamos este valor en la ecuación 1.67 y se obtiene el tamaño de grano  $G$ .

$$G = 0.780$$

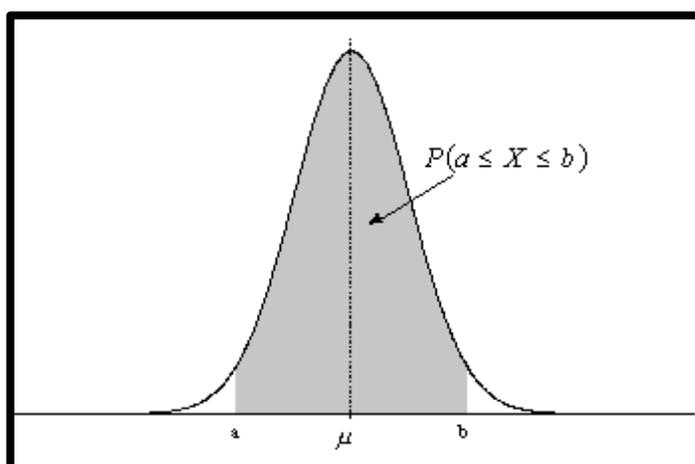
### 1.2.10 Distribución Normal

La distribución normal fue reconocida por primera vez por el francés Abraham de Moivre (1667-1754). Posteriormente, Carl Friedrich Gauss (1777-1855) elaboró desarrollos más profundos y formuló la ecuación de la curva; de ahí que también se la conozca, más comúnmente, como la "**campana de Gauss**". La distribución de una variable normal está completamente determinada por dos parámetros, su media y

su desviación estándar, denotadas generalmente por  $\mu$  y  $\sigma$ . Con esta notación, la densidad de la normal viene dada por la ecuación 1.68.

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{\left[\frac{-1}{2}\left(\frac{x-\mu}{\sigma}\right)^2\right]} \quad \text{ec. 1.68} \quad -\infty < X < +\infty$$

Esta función determina la curva en forma de campana que tan bien conocemos (Figura 1.20) Así, se dice que una característica  $X$  sigue una distribución normal de media  $\mu$  y varianza  $\sigma^2$  y se denota como  $X \approx (\mu, \sigma)$ , si su función de densidad viene dada por la Ecuación 1.68. Datos en el rango de valores correspondiente si, tal y como se muestra en el Figura 1.20, en el eje horizontal se levantan perpendiculares en dos puntos  $a$  y  $b$ , el área bajo la curva delimitada por esas líneas indica la probabilidad de que la variable de interés,  $X$ , tome un valor cualquiera en ese intervalo. Puesto que la curva alcanza su mayor altura en torno a la media, mientras que sus "ramas" se extienden asintóticamente hacia los ejes, cuando una variable siga una distribución normal, será mucho más probable observar un dato cercano al valor medio que uno que se encuentre muy alejado de éste.



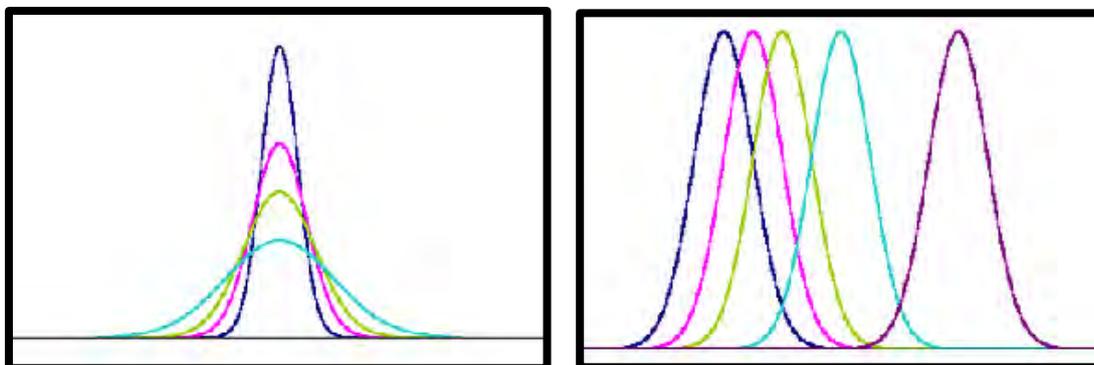
**Figura 1.20** Grafica de la distribución Normal y significado del área bajo la grafica

## A. Propiedades de la distribución Normal

La distribución normal posee ciertas propiedades importantes que conviene destacar:

- a. Tiene una única moda, que coincide con su media y su mediana.
- b. La curva normal es asintótica al eje de abscisas. Por ello, cualquier valor entre  $-\infty$  y  $+\infty$  es teóricamente posible. El área total bajo la curva es, por tanto, igual a 1.
- c. Es simétrica con respecto a su media  $\mu$ . Según esto, para este tipo de variables existe una probabilidad de un 50% de observar un dato mayor que la media, y un 50% de observar un dato menor.
- d. La distancia entre la línea trazada en la media y el punto de inflexión de la curva es igual a una desviación típica ( $\sigma$ ). Cuanto mayor sea  $\sigma$ , más aplanada será la curva de la densidad.
- e. El área bajo la curva comprendida entre los valores situados aproximadamente a dos desviaciones estándar de la media es igual a 0.95. En concreto, existe un 95% de posibilidades de observar un valor comprendido en el intervalo  $(\mu-1.96\sigma, \mu+1.96\sigma)$ .
- f. La forma de la campana de Gauss depende de los parámetros  $\mu$  y  $\sigma$  (Figura 1.21). La media indica la posición de la campana, de modo que para diferentes valores de  $\mu$  la gráfica es desplazada a lo largo del eje horizontal. Por otra parte, la desviación estándar determina el grado de apuntamiento de la curva. Cuanto mayor sea el valor de  $\sigma$ , más se dispersarán los datos en torno a la media y la curva será más plana. Un

valor pequeño de este parámetro indica, por tanto, una gran probabilidad de obtener datos cercanos al valor medio de la distribución.



**Figura 1.21** La primera figura tiene igual media pero diferentes desviaciones, la segunda presenta igual desviación pero diferentes medias.

Generalmente no se dispone de información acerca de la distribución teórica de la población, sino que más bien el problema se plantea a la inversa: a partir de una muestra extraída al azar de la población que se desea estudiar, se realizan una serie de mediciones y se desea extrapolar los resultados obtenidos a la población de origen. Un ejemplo, supongamos que se dispone del peso de  $n=100$  individuos de una población, obteniéndose una media muestral de  $\bar{X} = 75\text{Kg}$ , y una desviación estándar muestral  $S = 12\text{Kg}$ , querríamos extraer alguna conclusión acerca del valor medio real de ese peso en la población original. La solución a este tipo de cuestiones se basa en un resultado elemental de la teoría estadística, el llamado teorema central del límite. Dicho axioma viene a decirnos que las medias de muestras aleatorias de cualquier variable siguen ellas mismas una distribución normal con igual media que la de la población y desviación estándar la de la población dividida por  $\sqrt{n}$ . En nuestro caso, podremos entonces considerar la media muestral  $\bar{X} \approx N\left(\mu, \frac{\sigma}{\sqrt{n}}\right)$ , con lo cual, a partir de la propiedad c se conoce que aproximadamente un 95% de

los posibles valores de  $\bar{X}$  caerían dentro del intervalo  $\left(\mu - \frac{1.96\sigma}{\sqrt{n}}, \mu + \frac{1.96\sigma}{\sqrt{n}}\right)$ . Puesto que los valores de  $\mu$  y  $\sigma$  son desconocidos, podríamos pensar en aproximarlos por sus análogos muestrales, resultando  $\left(75 - \frac{1.96 \times 12}{\sqrt{100}}, 75 + \frac{1.96 \times 12}{\sqrt{100}}\right)$ . Estaremos, por lo tanto, un 95% seguros de que el peso medio real en la población de origen oscila entre 75.6Kg y 80.3Kg. Aunque la teoría estadística subyacente es mucho más compleja, en líneas generales éste es el modo de construir un intervalo de confianza para la media de una población.

### 1.3 Recocido De Los Materiales Deformados

Cuando se deforma plásticamente un metal a temperaturas bastante inferiores a la de su punto de fusión, se dice que el metal ha sido trabajado en frío. La mayor parte de la energía empleada en esta deformación se disipa como calor, almacenándose una pequeña fracción como energía de deformación. Ésta última se acumula en forma de dislocaciones y de defectos puntuales, por ejemplo: ruptura de enlaces y vacancias. Como el aumento de densidad de dislocación no es pareja, se producen zonas de mayor densidad, lo que lleva a la generación de celdas.

Cuando se calienta este material ocurren dos procesos que disminuyen la energía interna almacenada, **Recuperación y Recristalización.**

Además de los procesos antes mencionados y dependiendo del tiempo y de la temperatura a la que se caliente el material, puede presentarse un tercer proceso denominado **Crecimiento de Grano**, éste ocurre cuando se continúa el recocido luego de completarse la recristalización.

#### 1.3.1 Recuperación

La recuperación es la primera etapa del proceso de recocido. Se produce el alivio de esfuerzos internos causados por el trabajo en frío, (tensiones residuales), y por otra parte, se producen cambios microestructurales y modificación de algunas propiedades, entre los que se pueden destacar: La aniquilación de defectos puntuales, la poligonización, la disminución de la resistencia eléctrica.

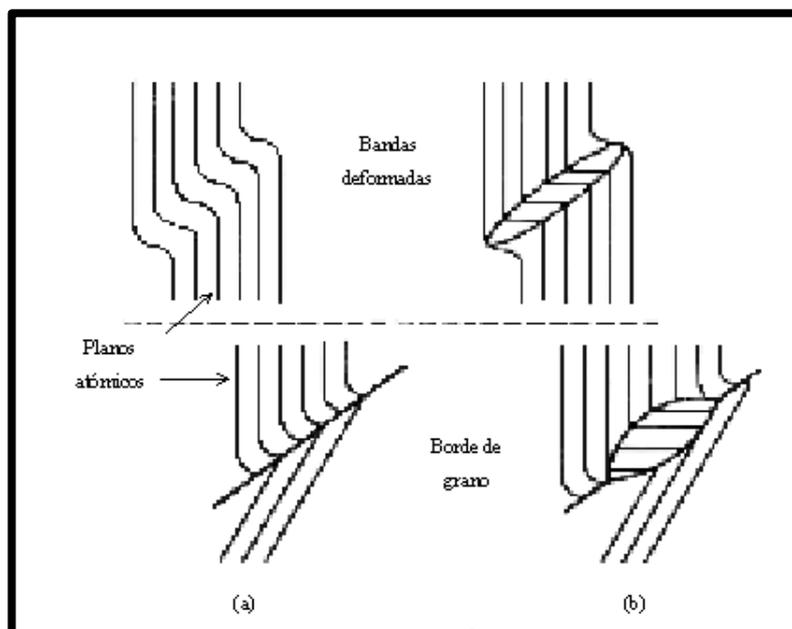
La aniquilación de defectos puntuales consiste en la difusión, mediante la adición de calor, de las vacancias hacia las dislocaciones y bordes de granos, así se logra disminuir su cantidad hasta el número de equilibrio a la temperatura correspondiente.

La poligonización es un reordenamiento de las dislocaciones en una configuración que minimiza la energía del arreglo, dando lugar a la formación de celdas o subgranos cuyas interfaces delimitan los vértices de un polígono, con esta etapa hay aniquilamiento del exceso de defectos puntuales como las vacancias, por lo que la resistividad del material disminuye (hay un aumento de la conductividad)

VANDERMEER Y GORDON (1963), han identificado en el aluminio dos etapas de recuperación, Meta Recuperación, en donde las dislocaciones migran desde el interior de las celdas a las paredes de las celdas y la Orto Recuperación que corresponde a la formación de las paredes de las celdas, alineamiento y crecimiento de las celdas. Trabajos siguientes por HASEGAW Y KWKS (1979) han atribuido a la Meta Recuperación como a la liberación de tensiones de las celdas que hayan sufrido dislocaciones en los trabajos en frío y la Orto Recuperación asociado al crecimiento de los granos.

### 1.3.2 Recristalización

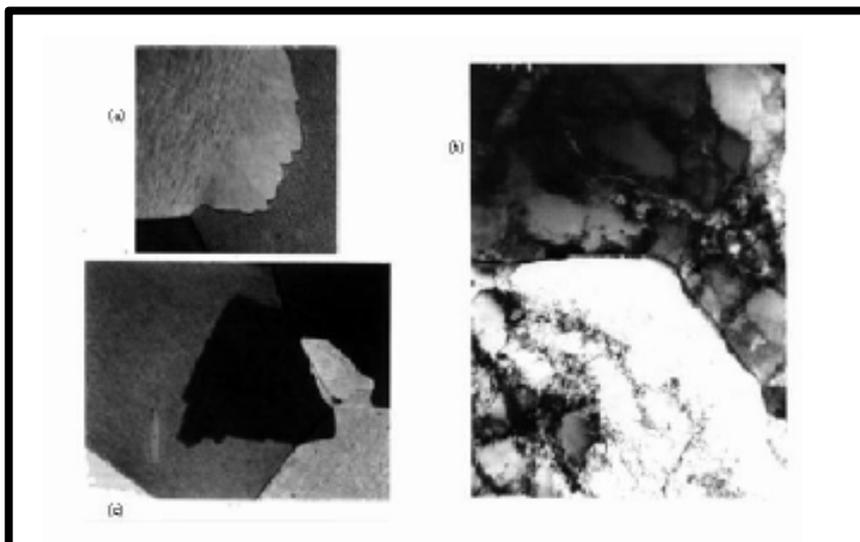
Esta etapa se produce a continuación de la recuperación en donde aparecen nuevos cristales en la microestructura, los que tienen idéntica composición y estructura reticular que los antiguos granos no deformados. Estos nuevos cristales se nuclean en zonas con alta densidad de dislocaciones (Figura 1.22) en donde la fuerza impulsora de la recristalización proviene de la energía almacenada del trabajo en frío.



**Figura 1.22** Zonas con alta densidad de dislocaciones (Lectura P6M1 de recristalización del Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, México)

### 1.3.3 Crecimiento De los Granos

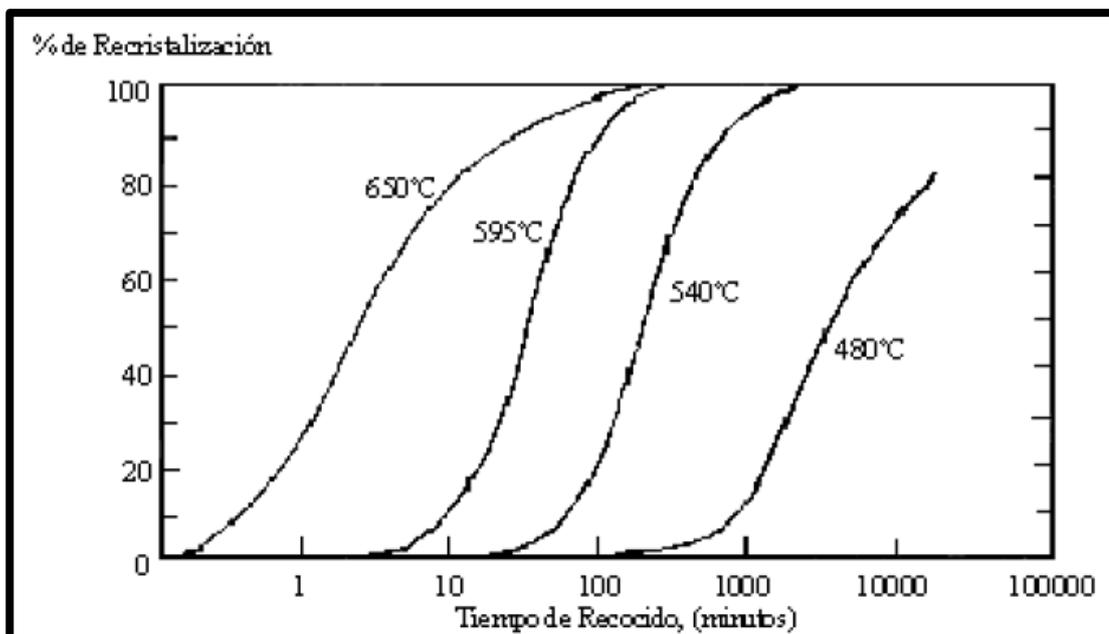
En un metal completamente recristalizado, la fuerza impulsora para el crecimiento de los granos corresponde a la energía de superficie de bordes de estos. El crecimiento de los nuevos granos se produce por movimiento de la interfase grano recristalizado-grano deformado como se muestra en la Figura 1.23.



**Figura 1.23** Muestra el crecimiento de los granos por movimiento de la interfase grano recrystalizado - grano deformado (Lectura P6M1 de recrystalización del Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, México)

### 1.3.4 Cinética De La Recrystalización Modelo De Avrami

En primer lugar veamos cómo se expresa el porcentaje de recrystalización respecto del tiempo, para una determinada temperatura de recocido en la figura 1.24.



**Figura 1.24** La cinética de recrystalización se expresa en las curvas signoidales: % de recrystalización V.S Tiempo de recocido (Lectura P6M1 de recrystalización del Instituto Tecnológico y de Estudios Superiores de Monterrey, México)

La recristalización consiste básicamente en la nucleación de granos libres de defectos en el material deformado y el crecimiento subsiguiente hasta que el material está completamente ocupado por granos recristalizados. La cinética de este proceso se puede describir mediante el modelo de Johnson- Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK). En el caso general se puede describir la evolución de la fracción recristalizada  $X$  de la siguiente manera:

$$X = 1 - \exp(-\beta \cdot t^n) \quad \text{ec. 1.69}$$

Donde  $n$  es el coeficiente de Avrami,  $t$  el tiempo de recocido,  $\beta$  es una constante que asume la velocidad de formación de los nuevos granos y la velocidad a la que van consumiendo la matriz deformada.

El estudio de la cinética del proceso de recristalización se realiza frecuentemente a través de las curvas de Avrami, que son una representación gráfica de la evolución de  $\ln(\ln(1/(1-X)))$  con el logaritmo neperiano del tiempo  $\ln(t)$  según la ecuación 1.69, debería ser una recta cuya pendiente es igual a “ $n$ ”.

Algunos casos interesantes de este coeficiente  $n$  merecen una atención especial. Si la velocidad de nucleación se considera constante y el crecimiento tiene lugar en las tres dimensiones del espacio, la ecuación 1.69 daría  $n = 4$ . Si se considera que la nucleación ocurre en los primeros instantes de la recristalización y que luego la velocidad de nucleación disminuye rápidamente, se llega a un valor de  $n$  igual a 3. Este último modelo es conocido como saturación de lugares de nucleación. Si el crecimiento se reduce a dos dimensiones (por ejemplo, recristalización en una lámina fina) o es limitado a una sola dimensión (por ejemplo, en un alambre fino) los

valores de  $n$  se reducen a 2 y 1, respectivamente, sin cambiar el razonamiento fundamental de este modelo.

### **1.3.5 Leyes De La Recristalización**

Mehl (1948), Burke y Turnbull (1952) [9] formularon unas leyes básicas que gobiernan la recristalización después de un estudio en profundidad de este fenómeno. Se trata de una serie de requerimientos para que se pueda producir la recristalización y que tienen fácil explicación si se le considera a la recristalización un proceso de nucleación y crecimiento controlado por la activación térmica y cuya fuerza motriz es la energía almacenada en forma de dislocaciones:

1. Se requiere una deformación mínima para que se produzca la recristalización. La deformación introduce en el material un gran número de dislocaciones, teniendo cada una de ellas una energía asociada. La nucleación no se iniciaría y los granos nuevos no podrán crecer si esa energía es insuficiente.
2. La temperatura a la cual tiene lugar la recristalización disminuye con el tiempo de recocido. Los micromecanismos que controlan la recristalización son activados térmicamente y la relación entre la velocidad de recristalización y la temperatura viene dada por una ecuación tipo Arrhenius.
3. La temperatura de recristalización disminuye conforme aumenta la deformación. La fuerza impulsora de la recristalización viene dada por las dislocaciones presentes en el material deformado. Cuanto mayor es la deformación más rápido será el proceso de nucleación y crecimiento o más

baja la temperatura mínima requerida para que se pueda transformar el material.

4. El tamaño del grano recristalizado depende de la deformación acumulada en el material, cuanto mayor es la deformación más pequeño es el tamaño de grano recristalizado. La influencia de la deformación sobre la nucleación es mayor que sobre el crecimiento de grano. Por tanto, en un material más deformado se nuclearán más granos nuevos por unidad de volumen y el tamaño de grano final será más pequeño.
5. Para la misma cantidad de deformación acumulada en un material, la temperatura a la cual empieza la recristalización aumentará por:
  - Un tamaño de grano inicial más grande. Las juntas de grano son lugares privilegiados para la nucleación, lo cual implica que un Tamaño de grano de partida más grande contiene menos lugares posibles de nucleación. La velocidad de nucleación y de recristalización serán más bajas y la temperatura a la cual empieza la transformación se incrementará.
  - Una mayor temperatura de deformación. A temperaturas de deformación más elevadas la restauración durante la propia deformación (restauración dinámica) será mayor y la fuerza motriz para la recristalización disminuirá.

## CAPITULO II

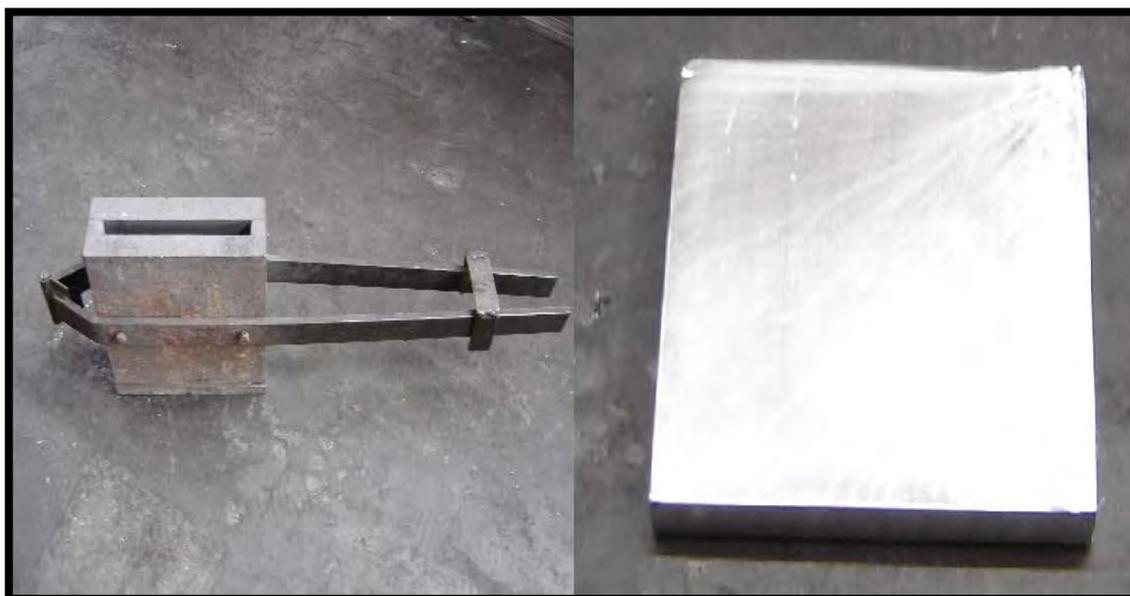
### TRABAJOS EXPERIMENTALES

#### 2.1 Material Y Equipos

##### 2.1.1 Material

Se utilizó aluminio puro cuya composición se indica en la tabla 2.1. Al aluminio puro se fundió en un horno de crisolde 30 kg calentado a gas, colándose en placas de 25kg de peso y 30 mm de espesor (Figura 2.1).

La placa de aluminio se lamino en frio en una laminadora duo Farrel hasta un espesor final de 0.5 mm.



**Figura 2.1** Molde de la placa de aluminio y la placa de 25 Kg de 30 mm de espesor

Para las pruebas de recristalización se cortaron láminas de 20 x 20 mm.

**Tabla 2.1** análisis químico de la plancha de Aluminio

<b>Análisis Químico</b>						
<b>Si</b> %	<b>Fe</b> %	<b>Cu</b> %	<b>Mn</b> %	<b>Mg</b> %	<b>Cr</b> %	<b>Ni</b> %
0.193	0.156	0.00094	0.0021	0.0024	0.0012	0.0047
<b>Zn</b> %	<b>Ti</b> %	<b>Ag</b> %	<b>B</b> %	<b>Be</b> %	<b>Bi</b> %	<b>Ca</b> %
0.0165	0.0157	<0.00010	0.0021	0.00051	0.0032	<0.00010
<b>Cd</b> %	<b>Co</b> %	<b>Ga</b> %	<b>Hg</b> %	<b>La</b> %	<b>Li</b> %	<b>Na</b> %
<0.00010	<0.0010	0.014	0.0023	0.0015	0.0081	0.00045
<b>P</b> %	<b>Pb</b> %	<b>Sn</b> %	<b>Sr</b> %	<b>V</b> %	<b>Zr</b> %	<b>Al</b> %
<0.0010	0.0043	0.0034	<0.00010	0.0085	0.0028	99.6

### 2.1.2 Horno De Recocido

Se utilizó un horno de resistencia 10'x6'x4' (Figura 2.2), cuyas características se muestran en la tabla 2.2.

**Tabla 2.2** Características del Horno De Recocido

Tipo de Resistencia	Grafito
Voltaje (V)	220
Potencia (Kw)	5
T. Máxima (C°)	1300
Control de Precisión	+/- 5°C



**Figura 2.2** Horno De Recocido

### 2.1.3 Microscopio Óptico

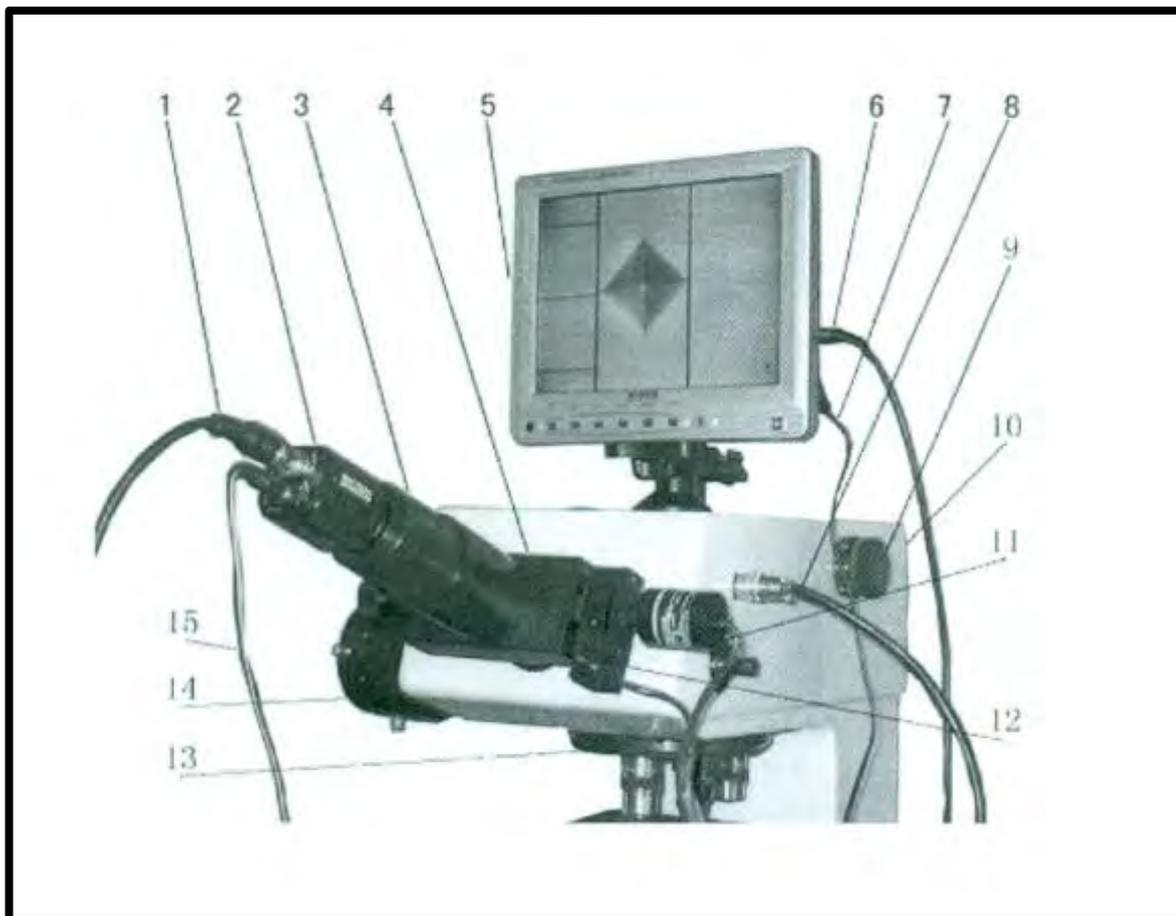
Se utilizó un microscopio óptico Carl Zeiss Jena (Figura 2.3), de Voltaje de 220 V y frecuencia 60 Hz. Este equipo está ensamblado con una cámara que tiene una resolución de 2 megapíxeles.



**Figura 2.3** Microscopio óptico

### 2.1.4 Microdurometro

El microdurometro usado fue un equipo SP-5 (Figura 2.4) con escala en vickers cuyos detalles se indican a continuación.



**Figura. 2.4** Partes del Microdurometro utilizado en los ensayos

1. Vídeo de salida
2. Cámara CCD
3. Componente de medición óptico
4. Parte de micrómetro (con codificador)
5. LCD que muestra los componentes
6. Enchufe de entrada de vídeo
7. Enchufe de energía del LCD

8. Clavija de salida del micrómetro (no está disponible para algunos tipos de durómetros)
9. Carga de la rueda de cambio
10. Máquina del cuerpo
11. Codificador (no está disponible para algunos tipos de durómetros)
12. Botón de confirmación de micrómetro (no está disponible para algunos tipos de durómetros)
13. Rotación de la torreta
14. Fuente de luz
15. Enchufe de alimentación de la cámara CCD

### **2.1.5 Reactivos Utilizados**

Los reactivos que se usaron se describen en los siguientes puntos:

- Ácido fluorhídrico (HF)
- Alcohol etílico (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH)
- Agua destilada (H<sub>2</sub>O)

Estos tres primeros reactivos se utilizaron para atacar la briqueta y así obtener una superficie ideal para poder visualizar los granos en el microscopio, más detalles se les brindará en la sección 2.4.

- Alumina (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) de 1 μm. Este material se mezcla con agua y se utiliza para el pulido de las briquetas.

## 2.2 Preparación De Muestras

La plancha de Aluminio ha sido sometida a un proceso de laminado, esto hace que los granos de aluminio tomen una forma alargada (figura 2.7). Se cortan varias placas de la plancha de aluminio cuyas dimensiones son 20x20 mm y se marca la dirección de la plancha a la cual fue mecanizado.

## 2.3 Tratamientos Térmicos De Recristalización

Luego las placas pasan por un tratamiento térmico llamado recocido (ver sección 1.3) con el objetivo que los granos alargados recuperen su forma equiaxial, para ello se utilizó el horno eléctrico, este tratamiento se realizó a diferentes temperaturas y a tiempos de 1 hora y 2 horas, esto se denota en la tabla 2.3.

**Tabla 2.3** Tiempos y temperaturas a la cual se recristalizaron los granos de aluminio

PRUEBA Nº	TEMPERATURA (C°)	TIEMPO (H)
1	350	1
2	350	2
3	400	1
4	400	2
5	450	1
6	450	2
7	500	1
8	500	2

Observación: Para llegar a estas temperaturas se realizaron pruebas en los extremos para deducir un tiempo y temperatura, así visualizar la de los granos; primero se realizó a 500°C y en 2 horas (figura 2.15) y a estas condiciones recristalizó. La segunda prueba se realizó a 300°C y 2 horas (figura 2.7) a estas condiciones no recristalizó; luego se realizó a 350°C y 2 horas (figura 2.9) se denotó que sí recristalizó, para realizar a otro tiempo las demás pruebas decidimos probar a 350°C

en 1 hora (figura 2.8) vemos que la estructura recrystalizó y así se tomaron 8 pruebas que figuran en la tabla 2.3.

### 3.4 Montaje De Las Muestras

La observación de las muestras se hizo en secciones transversales y perpendiculares al plano de laminación y en dirección longitudinal a la laminación. El montaje se hizo en frío en resina acrílica (figura 2.5). Luego se pasa al desbaste con lijas al agua de N°800 y N°1000, seguido de pulido con alumina de 1  $\mu\text{m}$ . Se hicieron pruebas con diferentes reactivos para elegir a la que nos brinde una mejor imagen (Tabla 2.4).



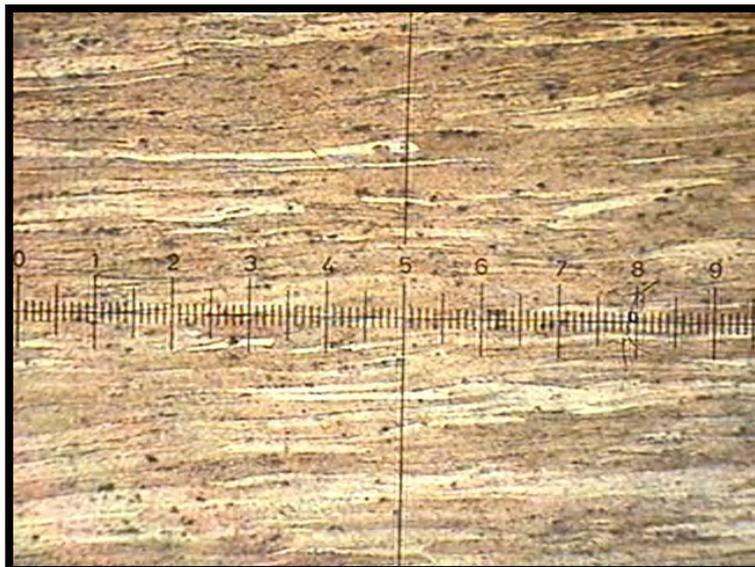
**Figura 2.5** Placas de aluminio introducidas en una briqueta

**Tabla 2.4** Pruebas para determinar el mejor reactivo, composición, porcentaje en volumen usados y observaciones de cada prueba.

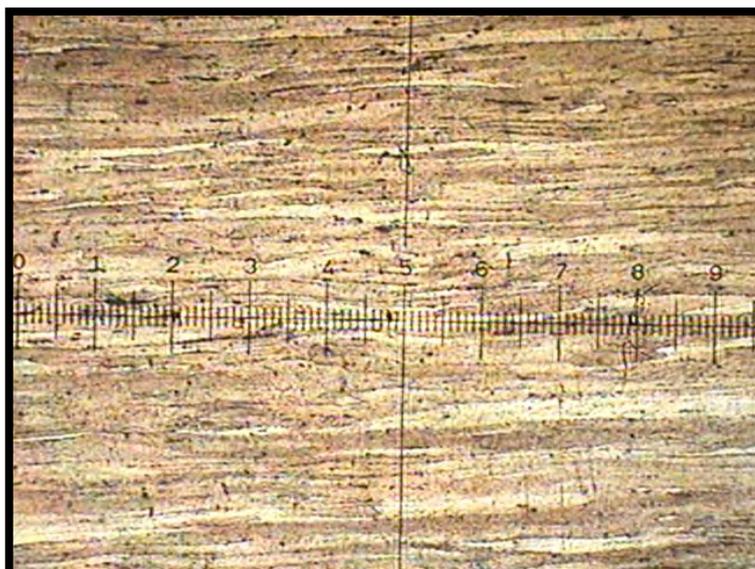
<b>REACTIVO 1 (NITAL)</b>		
<b>COMPONENTES</b>	<b>% VOLUMEN</b>	<b>OBSERVACIONES</b>
ACIDO NITRICO HNO <sub>3</sub>	5	El ataque es muy rápido casi en segundos se quema la superficie, a los 7" a 15" y no se puede controlar la adición de reactivo para el ataque.
ALCOHOL ETILICO C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	95	
<b>REACTIVO 2</b>		
<b>COMPONENTES</b>	<b>% VOLUMEN</b>	<b>OBSERVACIONES</b>
ACIDO FLUORHIDRICO HF	10	El tiempo de ataque se encuentra en un promedio de 2 minutos, pero se formaban superficies oscuras, el control de la adición de reactivos también era gravoso.
ALCOHOL ETILICO C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	90	
<b>REACTIVO 3</b>		
<b>COMPONENTES</b>	<b>% VOLUMEN</b>	<b>OBSERVACIONES</b>
ACIDO FLUORHIDRICO HF	2	El reactivo presento mejoras en las imágenes, se denotaba que el ataque era lento y fácil de controlar la adición para poder visualizar los granos recristalizados, el promedio de ataque circula entre 4 a 7 minutos, este tiempo genero buenas imágenes, por ello se eligió a este reactivo como el más efectivo.
ALCOHOL ETILICO C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH	49	
AGUA DESTILADA H <sub>2</sub> O	49	

## 2.5 Fotomicrografía De La Recristalización Del Aluminio

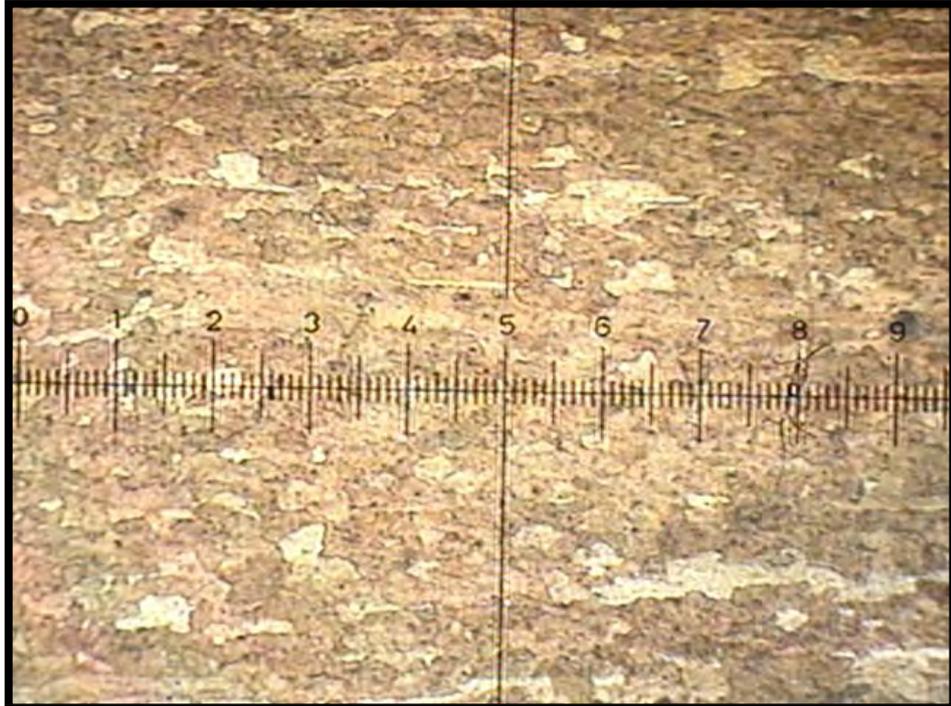
A continuación mostraremos las fotomicrografías, prueba sin tratamiento (figura 2.6), tratamiento a 2 horas y  $T=300^{\circ}$  (figura 2.7), los resultados de recristalizar bajo las condiciones ya mencionadas en la tabla 3.3 (figuras 2.8 – 2.15)



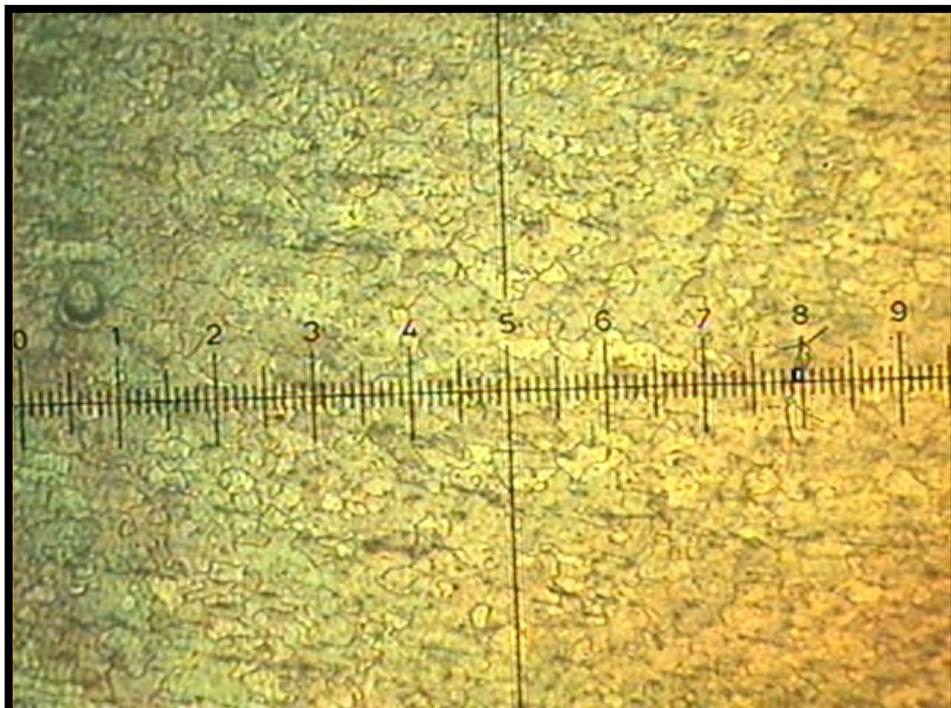
**Figura 2.6** Granos alargados luego de haber estado bajo un proceso de laminación, prueba sin tratamiento térmico.32X



**Figura 2.7** Tratamiento térmico a  $300^{\circ}\text{C}$  y 2 horas.32X



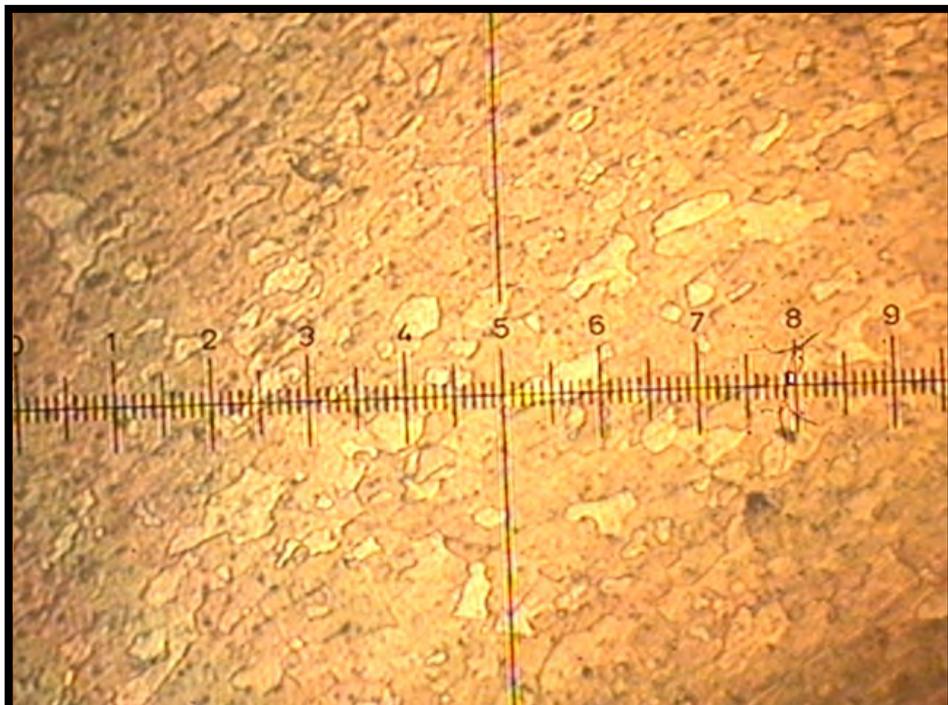
**Figura 2.8** Recristalización a 350°C y tiempo 1 hora.32X



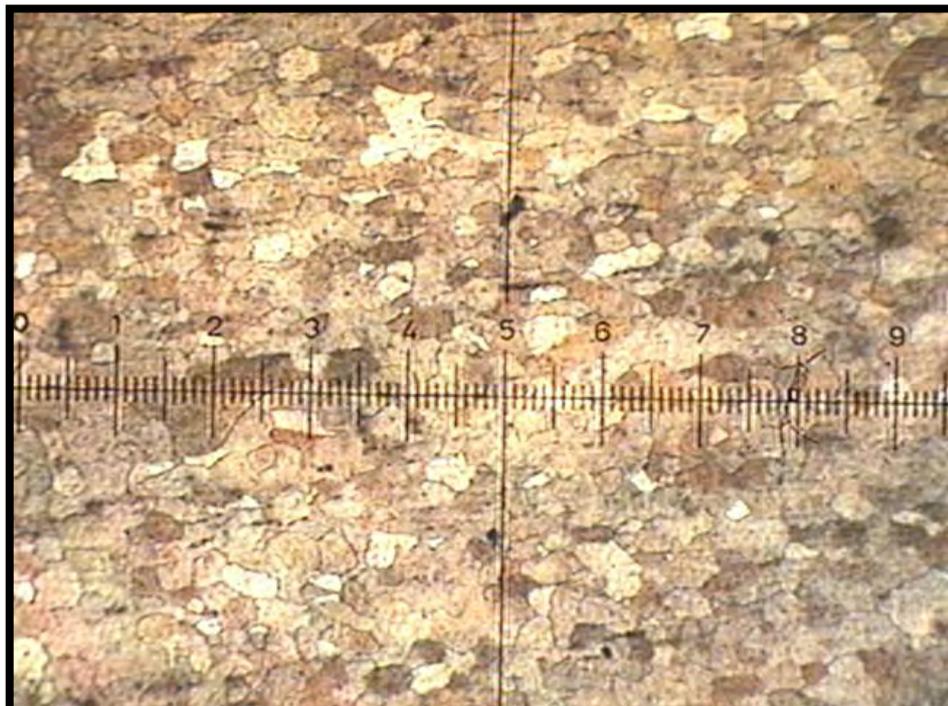
**Figura 2.9** Recristalización a 350°C y tiempo 2 horas.32X



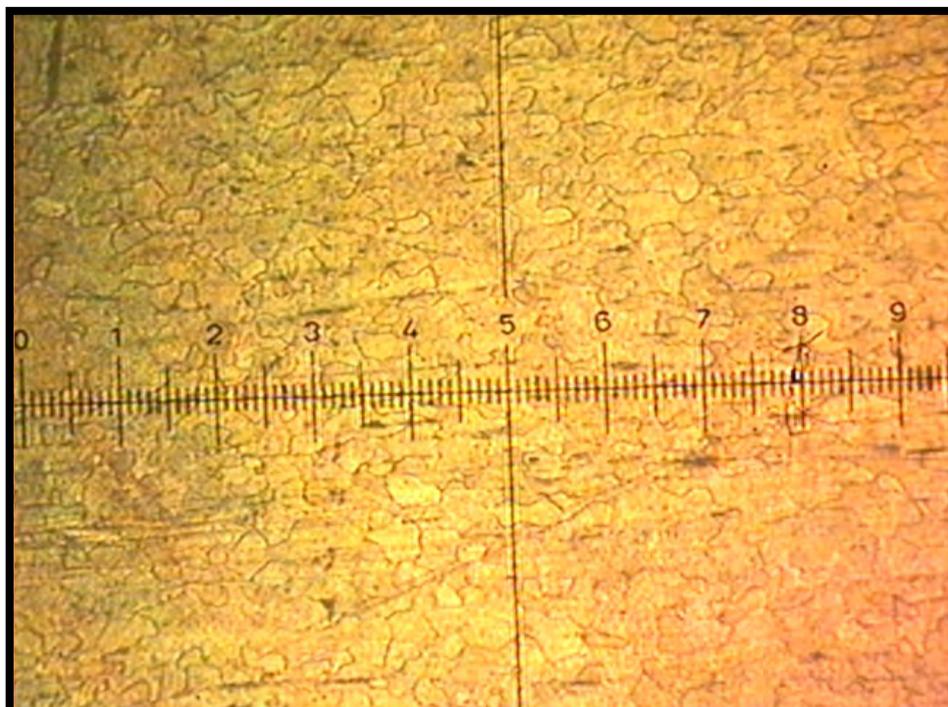
**Figura 2.10** Recristalización a 400°C y tiempo 1 hora.32X



**Figura 2.11** Recristalización a 400°C y tiempo 2 horas.32X



**Figura 2.12** Recristalización a 450°C y tiempo 1 hora.32X



**Figura 2.13** Recristalización a 450°C y tiempo 2 horas.32X



**Figura 2.14** Recristalización a 500°C y tiempo 1 hora.32X



**Figura 2.15** Recristalización a 500°C y tiempo 2 horas.32X

## 2.6 Medición De Tamaños De Grano

En esta sección se determinó la parte experimental de tomar el tamaño de grano, de acuerdo a los métodos estudiados en la sección 1.2.9, se tomaron dos fotomicrografías por cada prueba, entonces se hallaron dos datos por cada prueba y se aplicaron los cuatro métodos estudiados, en las siguientes tablas se muestran los resultados para cada prueba pero antes definiremos algunos símbolos que se encuentran en las tablas:

**N<sub>i</sub>**: Numero de intercepciones de granos para los métodos lineales (Abrams, Heyn y Hilliard), o número de granos dentro de un círculo esto es para el método de Jeffries o Planimétrico.

**NL**: Número de granos por mm estos es para los métodos lineales.

**NA**: Número de granos por mm<sup>2</sup> esto es para el método Planimétrico.

**G**: Tamaño de grano bajo la Norma ASTM E-112

**Tabla 2.5** Medición de tamaño de grano T=350°C y t=1 Hora

Temperatura= 350°C y Tiempo= 1 Hora						
METODO	N 1	N 2	NA ó NL (1)	NA ó NL (2)	G 1	G 2
Abrams	102	107	6.528	6.848	2.125	2.263
Planimétrico	202.5	206	41.472	42.189	2.420	2.445
Heyn	111.5	110	7.136	7.040	2.382	2.343
Hilliard	58	55	7.424	7.040	2.496	2.343

**Tabla 2.6** Medición de tamaño de grano T=350°C y t=2 Horas

Temperatura= 350°C y Tiempo= 2 Horas						
METODO	N 1	N 2	NA ó NL (1)	NA ó NL (2)	G 1	G 2
Abrams	120	108	7.680	6.912	2.594	2.290
Planimétrico	240.5	220	49.254	45.056	2.668	2.540
Heyn	107	116.5	6.848	7.456	2.263	2.509
Hilliard	58	59	7.424	7.552	2.496	2.546

**Tabla 2.7** Medición de tamaño de grano T=400°C y t=1 Hora

<b>Temperatura= 400°C y Tiempo= 1 Hora</b>						
<b>METODO</b>	<b>N 1</b>	<b>N 2</b>	<b>NA ó NL (1)</b>	<b>NA ó NL (2)</b>	<b>G 1</b>	<b>G 2</b>
<b>Abrams</b>	99	107	6.336	6.848	2.039	2.263
<b>Planimétrico</b>	220.5	206.5	45.158	42.291	2.543	2.448
<b>Heyn</b>	107	106.5	6.848	6.816	2.263	2.250
<b>Hilliard</b>	47	52	6.016	6.656	1.890	2.181

**Tabla 2.8** Medición de tamaño de grano T=400°C y t=2 Horas

<b>Temperatura= 400°C y Tiempo= 2 Horas</b>						
<b>METODO</b>	<b>N 1</b>	<b>N 2</b>	<b>NA ó NL (1)</b>	<b>NA ó NL (2)</b>	<b>G 1</b>	<b>G 2</b>
<b>Abrams</b>	86	79	5.504	5.056	1.633	1.388
<b>Planimétrico</b>	117.5	107.5	24.064	22.016	1.635	1.506
<b>Heyn</b>	93	88.5	5.952	5.664	1.859	1.716
<b>Hilliard</b>	41	36	5.248	4.608	1.496	1.120

**Tabla 2.9** Medición de tamaño de grano T=450°C y t=1 Hora

<b>Temperatura= 450°C y Tiempo= 1 Hora</b>						
<b>METODO</b>	<b>N 1</b>	<b>N 2</b>	<b>NA ó NL (1)</b>	<b>NA ó NL (2)</b>	<b>G 1</b>	<b>G 2</b>
<b>Abrams</b>	82	89	5.248	5.696	1.496	1.732
<b>Planimétrico</b>	135.5	134	27.750	27.443	1.840	1.824
<b>Heyn</b>	86	87	5.504	5.568	1.633	1.666
<b>Hilliard</b>	49	50	6.272	6.400	2.010	2.068

**Tabla 2.10** Medición de tamaño de grano T=450°C y t=2 Horas

<b>Temperatura= 450°C y Tiempo= 2 Horas</b>						
<b>METODO</b>	<b>N 1</b>	<b>N 2</b>	<b>NA ó NL (1)</b>	<b>NA ó NL (2)</b>	<b>G 1</b>	<b>G 2</b>
<b>Abrams</b>	77	76	4.928	4.864	1.314	1.276
<b>Planimétrico</b>	102.5	117	20.992	23.962	1.438	1.629
<b>Heyn</b>	81	73	5.184	4.672	1.460	1.160
<b>Hilliard</b>	35	32	4.480	4.096	1.039	0.780

**Tabla 2.11** Medición de tamaño de grano T=500°C y t=1 Hora

Temperatura= 500°C y Tiempo= 1 Hora						
METODO	N 1	N 2	NA ó NL (1)	NA ó NL (2)	G 1	G 2
Abrams	55	59	3.520	3.776	0.343	0.546
Planimétrico	70	79.5	14.336	16.282	0.888	1.071
Heyn	64	77	4.096	4.928	0.780	1.314
Hilliard	26	31	3.328	3.968	0.181	0.689

**Tabla 2.12** Medición de tamaño de grano T=500°C y t=2 Horas

Temperatura= 500°C y Tiempo= 2 Horas						
METODO	N 1	N 2	NA ó NL (1)	NA ó NL (2)	G 1	G 2
Abrams	49	50	3.136	3.200	0.010	0.068
Planimétrico	71	66	14.541	13.517	0.908	0.803
Heyn	50.5	57.5	3.232	3.680	0.097	0.471
Hilliard	25	25	3.200	3.200	0.068	0.068

## 2.7 Medición De Microdurezas

A continuación en la tabla 2.13 se muestra los resultados de los ensayos de Microdureza para cada prueba de recocido que se realizó. De los tres ensayos se calculó el valor medio de cada prueba.

**Tabla 2.13** Ensayos de Microdureza calculados en cada prueba

Prueba	Temperatura (°C)	Tiempo (Min)	Microdureza (Vickers)			Promedio Ensayos
			Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	
1	350	60	19.20	19.30	19.00	19.17
2	350	120	19.10	19.00	19.30	19.13
3	400	60	19.00	18.50	19.20	18.90
4	400	120	19.30	19.20	18.00	18.83
5	450	60	17.20	16.90	17.50	17.20
6	450	120	17.30	17.00	17.20	17.17
7	500	60	16.40	16.20	16.30	16.30
8	500	120	14.70	15.00	15.20	14.97

### CAPITULO III

#### ANALISIS Y DISCUSION DE LOS RESULTADOS

El análisis y discusión lo haremos para diferentes casos, primero determinaremos cuál de los cuatro métodos tiene menos error y es más representativo, el segundo se realizará la relación que existe entre los parámetros de Microdureza, tamaño de grano y temperatura a un tiempo determinado (1 hora y 2 horas) y finalmente determinaremos una función de Microdureza que dependa del tiempo y la temperatura, para corroborar su legitimidad haremos pruebas en función de los parámetros que podemos variar y verificaremos su resultado.

#### 3.1 Análisis Del Método Más Representativo

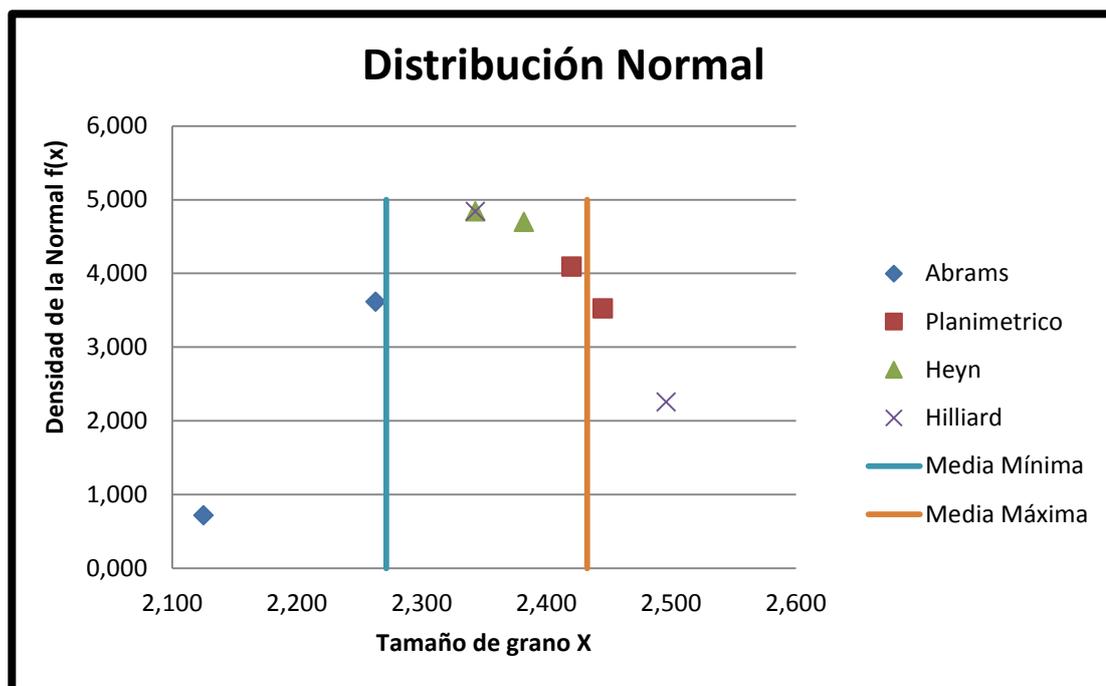
Determinaremos el mejor método en función de la función de densidad de distribución Normal (ecuación 1.68) y también se aplicará el teorema central del límite (ver sección 1.2.10) entonces la media muestral se considera  $\bar{X} \approx N\left(\mu, \frac{\sigma}{\sqrt{n}}\right)$  y aproximadamente a un 95% de los posibles valores de  $\bar{X}$  caerían dentro del intervalo  $\left(\mu - \frac{1.96\sigma}{\sqrt{n}}, \mu + \frac{1.96\sigma}{\sqrt{n}}\right)$ , tenemos 8 pruebas diferentes (tabla 2.3) están se estudiarán estadísticamente y los métodos que estén dentro del intervalo de confianza

de la media y el que tenga menos desviación entre sí. Las siguientes tablas y gráficos nos determinaran para cada prueba que método es el más representativo.

**Tabla 3.1** Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de  $T=350^{\circ}\text{C}$  y Tiempo= 1Hora, los datos utilizados están en la tabla 2.5. Se muestra su media y desviación estándar.

	X (G)	f(x)
Abrams	2.125	0.719
	2.263	3.618
Planimétrico	2.420	4.094
	2.445	3.528
Heyn	2.382	4.697
	2.343	4.840
Hilliard	2.496	2.256
	2.343	4.840
$\mu$	2.352	
$\sigma$	0.116	

Para un intervalo de confianza al 95% la media del tamaño de grano G se encuentra en el siguiente intervalo:  $2.272 < \bar{X} < 2.433$



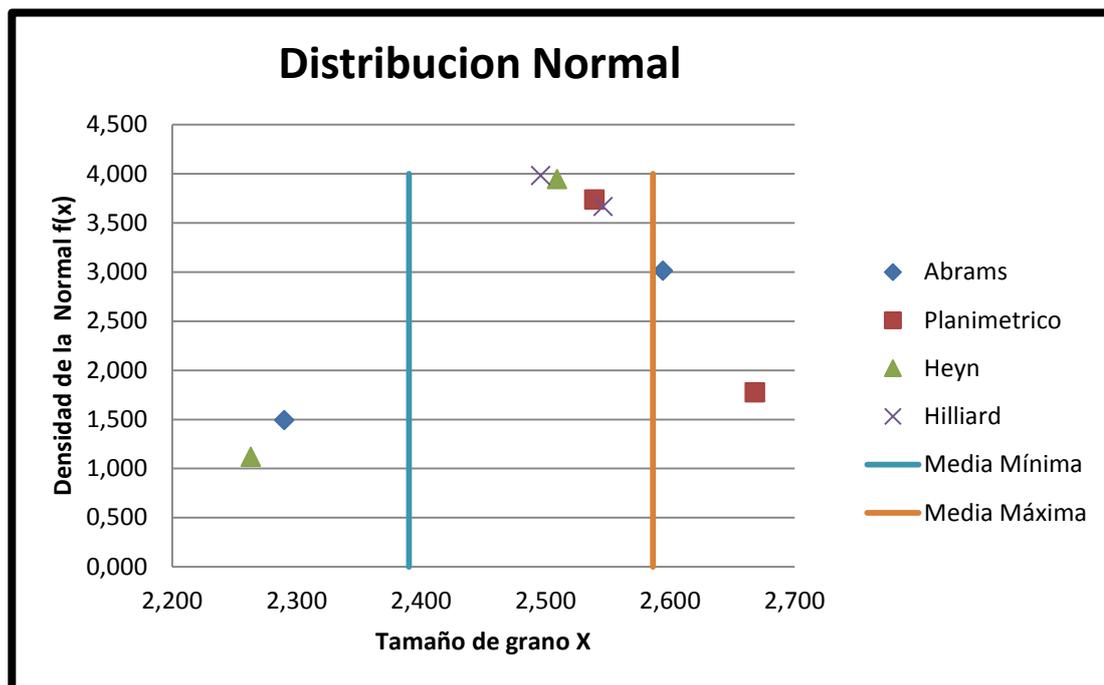
**Figura 3.1** Muestra la distribución Normal de la prueba 1 y el intervalo de confianza de la media representativa.

De la Figura 3.1 La interpretación de esta gráfica demuestra que el método más representativo, bajo un intervalo de confianza al 95% de la distribución de la media ( $\bar{X}_{min} = 2.272$ ,  $\bar{X}_{max} = 2.433$ ) es el método de Heyn porque sus dos puntos se encuentran dentro del intervalo y por el centro de la campana de Gauss. El método de Abrams es el que más se aleja del intervalo de confianza teniendo sus dos puntos al margen izquierdo de la gráfica.

**Tabla 3.2** Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de T=350°C y Tiempo= 2Horas, los datos utilizados están en la tabla 2.6. Se muestra su media y desviación estándar.

	<b>X (G)</b>	<b>f(x)</b>
<b>Abrams</b>	2.594	3.015
	2.290	1.495
<b>Planimétrico</b>	2.668	1.776
	2.539	3.740
<b>Heyn</b>	2.263	1.123
	2.509	3.947
<b>Hilliard</b>	2.496	3.984
	2.546	3.670
<b><math>\mu</math></b>	2.488	
<b><math>\sigma</math></b>	0.141	

Para un intervalo de confianza al 95% la media del tamaño de grano G se encuentra en el siguiente intervalo:  $2.390 < \bar{X} < 2.586$



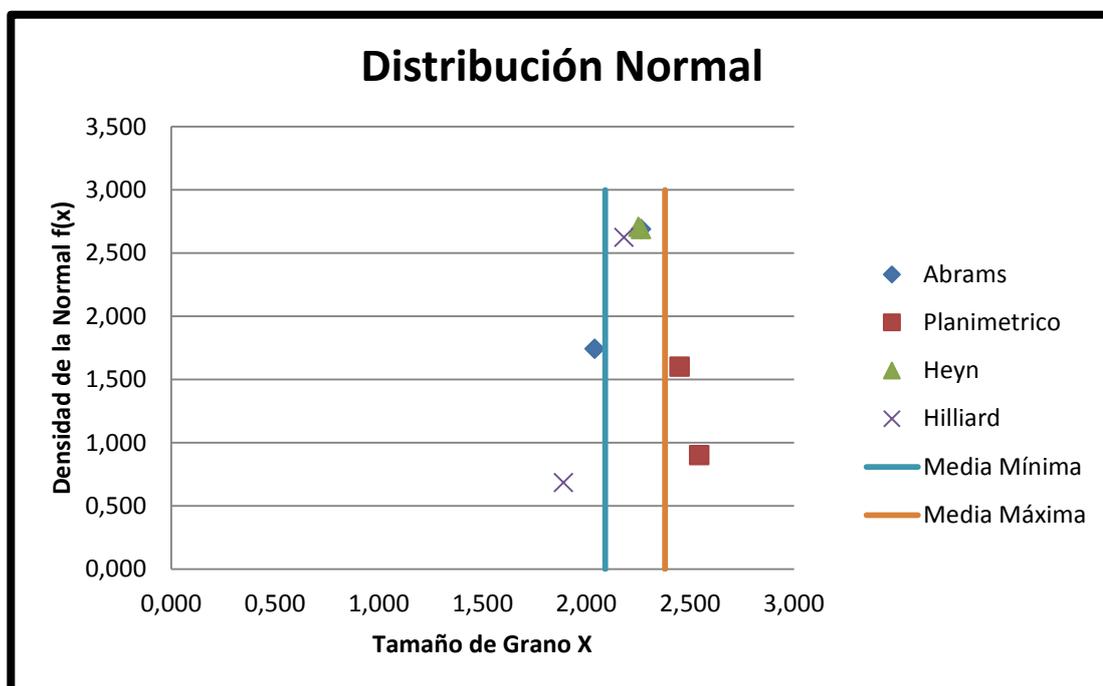
**Figura 3.2** Muestra la distribución Normal de la prueba 2 y el intervalo de confianza de la media representativa.

De la Figura 3.2 La interpretación de esta gráfica demuestra que el método más representativo, bajo un intervalo de confianza al 95% de la distribución de la media ( $\bar{X}_{min} = 2.390$ ,  $\bar{X}_{max} = 2.586$ ) es el método de Hilliard porque sus dos puntos se encuentran dentro del intervalo y por el centro de la campana de Gauss. El método de Abrams es el que más se aleja del intervalo de confianza teniendo sus dos puntos a los extremos del intervalo de confianza de la media. Un punto del método de Heyn y Planimétrico están dentro del intervalo y cerca del centro de la campana de Gauss, pero éstos no se tomarán en cuenta ya que su otro punto están altamente alejados del intervalo, teniendo un alto margen de error entre sí.

**Tabla 3.3** Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de  $T=400^{\circ}\text{C}$  y Tiempo= 1Hora, los datos utilizados están en la tabla 2.7. Se muestra su media y desviación estándar.

	X (G)	f(x)
<b>Abrams</b>	2.039	1.743
	2.263	2.689
<b>Planimétrico</b>	2.543	0.903
	2.448	1.603
<b>Heyn</b>	2.263	2.689
	2.250	2.707
<b>Hilliard</b>	1.890	0.687
	2.181	2.626
$\mu$	2.235	
$\sigma$	0.208	

Para un intervalo de confianza al 95% la media del tamaño de grano G se encuentra en el siguiente intervalo:  $2.091 < \bar{X} < 2.379$



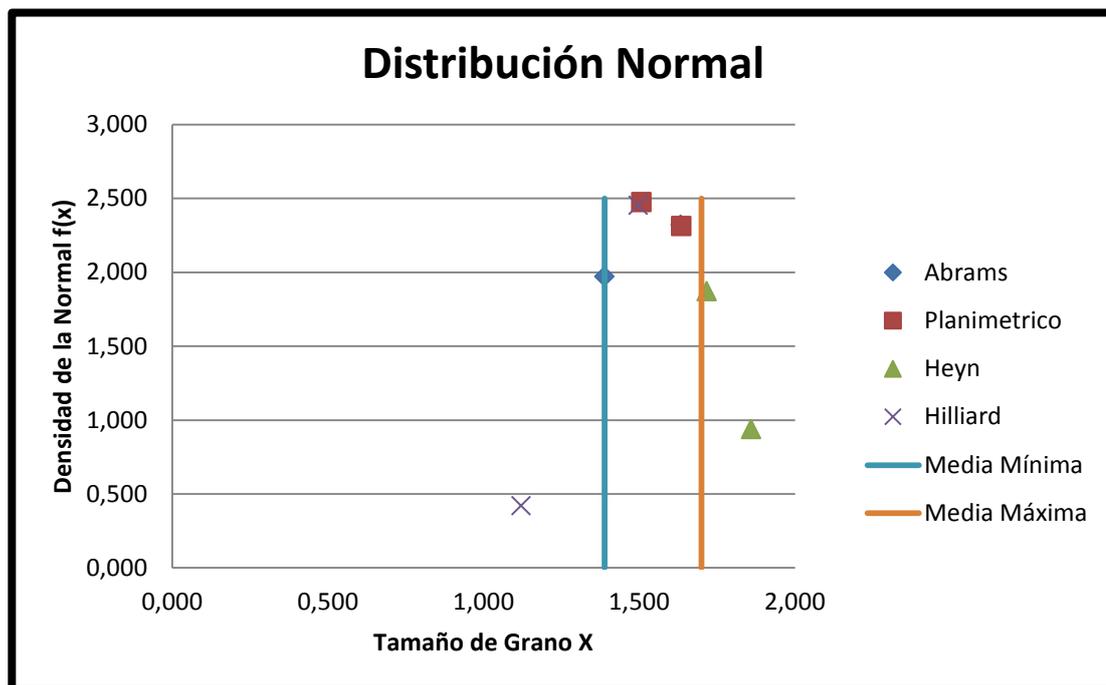
**Figura 3.3** Muestra la distribución Normal de la prueba 3 y el intervalo de confianza de la media representativa.

De la Figura 3.3 La interpretación de esta gráfica demuestra que el método más representativo, bajo un intervalo de confianza al 95% de la distribución de la media ( $\bar{X}_{min} = 2.091$ ,  $\bar{X}_{max} = 2.379$ ) es el método de Heyn porque sus dos puntos se encuentran dentro del intervalo y por el centro de la campana de Gauss. El método Planimétrico es el que más se aleja del intervalo de confianza teniendo sus dos puntos al extremo izquierdo del intervalo de confianza de la media. Un punto del método de Hilliard y Abrams están dentro del intervalo y por el centro de la campana de Gauss, pero éstos no se tomaran en cuenta ya que su otro punto está fuera del intervalo, teniendo un alto margen de error entre sí.

**Tabla 3.4** Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de T=400°C y Tiempo= 2Horas, los datos utilizados están en la tabla 2.8. Se muestra su media y desviación estándar.

	X (G)	f(x)
<b>Abrams</b>	1.633	2.323
	1.388	1.973
<b>Planimétrico</b>	1.635	2.315
	1.506	2.477
<b>Heyn</b>	1.859	0.940
	1.716	1.875
<b>Hilliard</b>	1.496	2.456
	1.120	0.422
<b><math>\mu</math></b>	1.544	
<b><math>\sigma</math></b>	0.225	

Para un intervalo de confianza al 95% la media del tamaño de grano G se encuentra en el siguiente intervalo:  $1.389 < \bar{X} < 1.700$



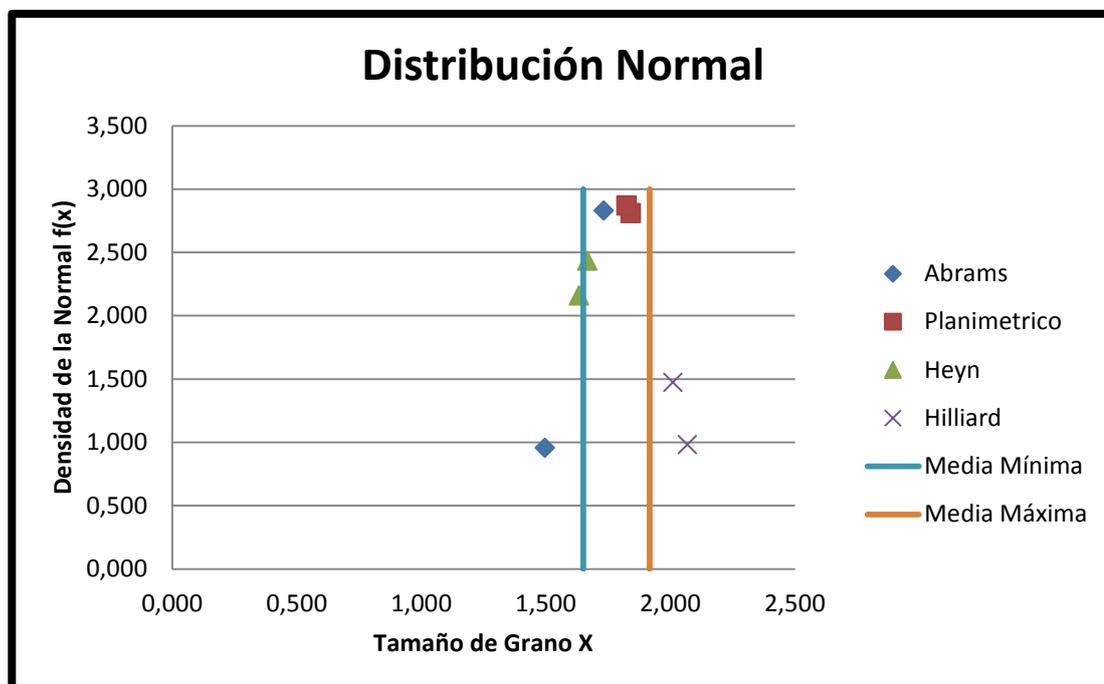
**Figura 3.4** Muestra la distribución Normal de la prueba 4 y el intervalo de confianza de la media representativa.

De la Figura 3.4 La interpretación de esta gráfica demuestra que el método más representativo, bajo un intervalo de confianza al 95% de la distribución de la media ( $\bar{X}_{min} = 1.389$ ,  $\bar{X}_{max} = 1.700$ ) es el método Planimétrico porque sus dos puntos se encuentran dentro del intervalo y por el centro de la campana de Gauss. El método de Heyn es el que más se aleja del intervalo de confianza teniendo sus dos puntos al extremo izquierdo del intervalo de confianza de la media. Un punto del método de Hilliard está dentro del intervalo y por el centro de la campana de Gauss, pero esta no se tomará en cuenta ya que su otro punto está fuera del intervalo, teniendo un alto margen de error entre sí.

**Tabla 3.5** Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de  $T=450^{\circ}\text{C}$  y Tiempo= 1Hora, los datos utilizados están en la tabla 2.9. Se muestra su media y desviación estándar.

	X (G)	f(x)
<b>Abrams</b>	1.496	0.956
	1.732	2.831
<b>Planimétrico</b>	1.840	2.811
	1.824	2.870
<b>Heyn</b>	1.633	2.161
	1.666	2.435
<b>Hilliard</b>	2.009	1.474
	2.068	0.981
$\mu$	1.783	
$\sigma$	0.192	

Para un intervalo de confianza al 95% la media del tamaño de grano G se encuentra en el siguiente intervalo:  $1.650 < \bar{X} < 1.917$



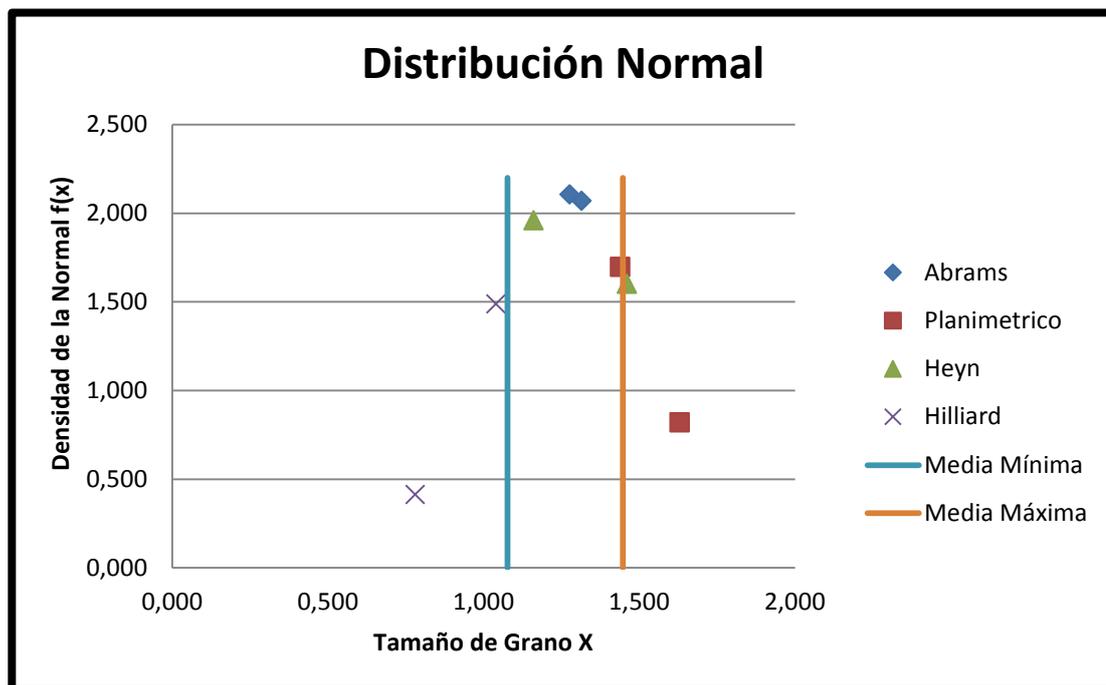
**Figura 3.5** Muestra la distribución Normal de la prueba 5 y el intervalo de confianza de la media representativa.

De la Figura 3.5 La interpretación de esta gráfica demuestra que el método más representativo, bajo un intervalo de confianza al 95% de la distribución de la media ( $\bar{X}_{min} = 1.650$ ,  $\bar{X}_{max} = 1.917$ ) es el método Planimétrico porque sus dos puntos se encuentran dentro del intervalo y por el centro de la campana de Gauss. El método de Hilliard es el que más se aleja del intervalo de confianza teniendo sus dos puntos al extremo derecho del intervalo de confianza de la media. Un punto del método de Abrams está dentro del intervalo y por el centro de la campana de Gauss, pero esta no se tomará en cuenta ya que su otro punto está fuera del intervalo, teniendo un alto margen de error entre sí. Los puntos del método de Heyn están en el margen mínimo de la media por ende no se tomará en cuenta como el método representativo.

**Tabla 3.6** Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de T=450°C y Tiempo= 2Horas, los datos utilizados están en la tabla 2.10. Se muestra su media y desviación estándar.

	X (G)	f(x)
<b>Abrams</b>	1.314	2.071
	1.276	2.108
<b>Planimétrico</b>	1.438	1.699
	1.629	0.822
<b>Heyn</b>	1.460	1.604
	1.160	1.962
<b>Hilliard</b>	1.039	1.490
	0.780	0.415
<b><math>\mu</math></b>	1.262	
<b><math>\sigma</math></b>	0.267	

Para un intervalo de confianza al 95% la media del tamaño de grano G se encuentra en el siguiente intervalo:  $1.077 < \bar{X} < 1.447$



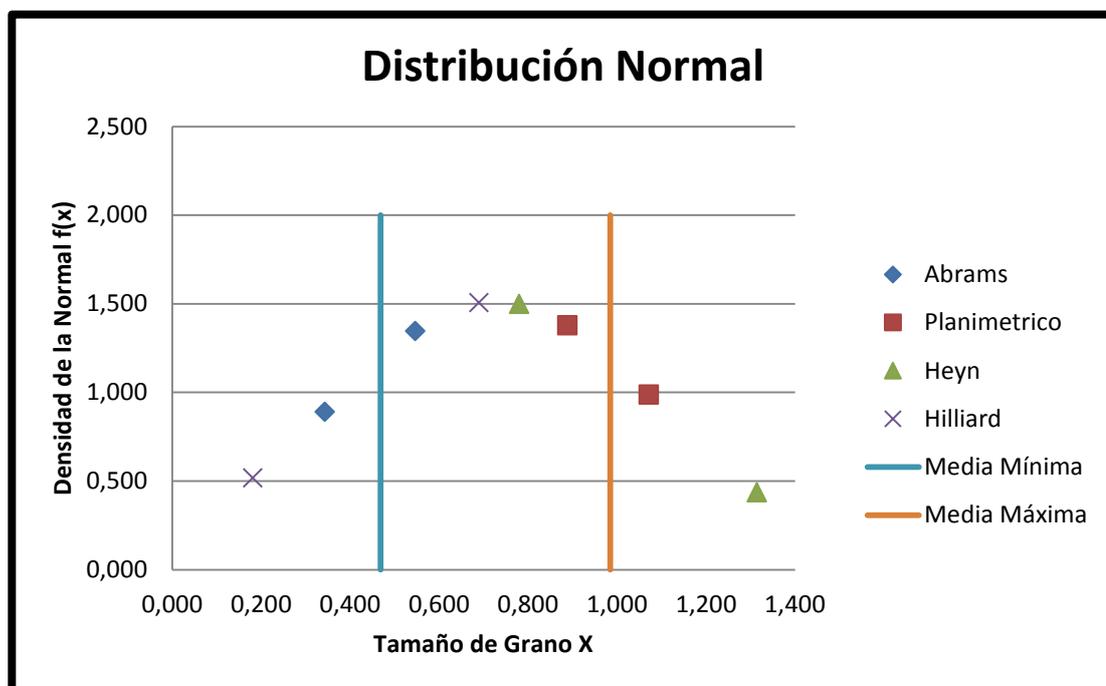
**Figura 3.6** Muestra la distribución Normal de la prueba 6 y el intervalo de confianza de la media representativa.

De la Figura 3.6 La interpretación de esta gráfica demuestra que el método más representativo, bajo un intervalo de confianza al 95% de la distribución de la media ( $\bar{X}_{min} = 1.077$ ,  $\bar{X}_{max} = 1.447$ ) es el método de Abrams porque sus dos puntos se encuentran dentro del intervalo y por el centro de la campana de Gauss. El método de Hilliard es el que más se aleja del intervalo de confianza teniendo sus dos puntos al extremo izquierdo del intervalo de confianza de la media. Un punto del método de Heyn está dentro del intervalo y cerca al centro de la campana de Gauss, pero esta no se tomará en cuenta ya que su otro punto está en el margen máximo de la media, teniendo un margen de error entre sí. Los puntos del método Planimétrico se denota que están alejados entre sí y al extremo izquierdo del intervalo de confianza de la media.

**Tabla 3.7** Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de  $T=500^{\circ}\text{C}$  y  $\text{Tiempo}=1\text{Hora}$ , los datos utilizados están en la tabla 2.11. Se muestra su media y desviación estándar.

	X (G)	f(x)
<b>Abrams</b>	0.343	0.892
	0.546	1.347
<b>Planimétrico</b>	0.888	1.379
	1.071	0.988
<b>Heyn</b>	0.780	1.499
	1.314	0.437
<b>Hilliard</b>	0.181	0.518
	0.689	1.507
$\mu$	0.727	
$\sigma$	0.373	

Para un intervalo de confianza al 95% la media del tamaño de grano  $G$  se encuentra en el siguiente intervalo:  $0.468 < \bar{X} < 0.984$



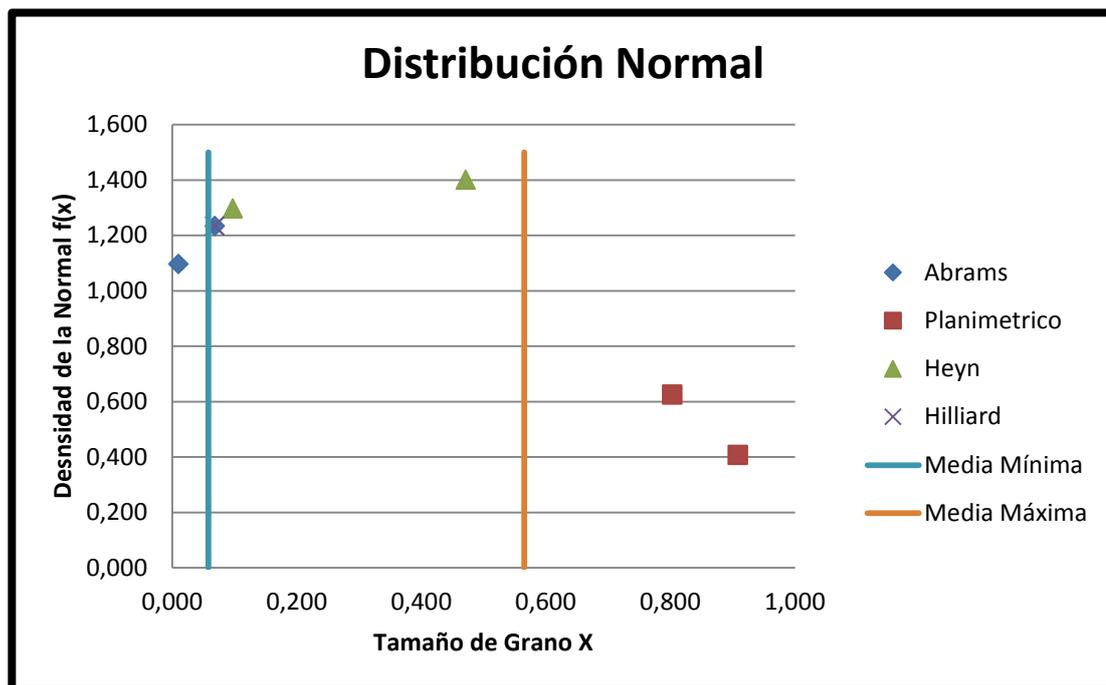
**Figura 3.7** Muestra la distribución Normal de la prueba 7 y el intervalo de confianza de la media representativa.

De la Figura 3.7 La interpretación de esta gráfica demuestra que el método más no se puede determinar debido a que los puntos que están dentro del intervalo y en el centro de la campana (un punto del método de Heyn y Hilliard respectivamente), sus otros puntos están fuera del intervalo de confianza y a los extremos, no solo eso sino que están extremadamente alejados entre sí, teniendo un margen de error alto entre ellos. Los otros dos puntos de los otros métodos están distribuidos parecidamente un punto dentro del intervalo y otro fuera, por ende no se tomará en cuenta como métodos representativos.

**Tabla 3.8** Muestra los valores de la distribución Normal para el tamaño de grano determinado en la prueba de T=500°C y Tiempo= 2Horas, los datos utilizados están en la tabla 2.12. Se muestra su media y desviación estándar.

	<b>X (G)</b>	<b>f(x)</b>
<b>Abrams</b>	0.010	1.098
	0.068	1.235
<b>Planimétrico</b>	0.908	0.409
	0.803	0.626
<b>Heyn</b>	0.097	1.298
	0.471	1.402
<b>Hilliard</b>	0.068	1.235
	0.068	1.235
<b>μ</b>	0.312	
<b>σ</b>	0.366	

Para un intervalo de confianza al 95% la media del tamaño de grano G se encuentra en el siguiente intervalo:  $0.058 < \bar{X} < 0.565$



**Figura 3.8** Muestra la distribución Normal de la prueba 8 y el intervalo de confianza de la media representativa.

De la Figura 3.8 La interpretación de esta gráfica demuestra que el método más representativo, bajo un intervalo de confianza al 95% de la distribución de la media ( $\bar{X}_{min} = 0.058$ ,  $\bar{X}_{max} = 0.565$ ) es el método Heyn porque sus dos puntos se encuentran dentro del intervalo en comparación de los otros. El método Planimétrico es el que más se aleja del intervalo de confianza teniendo sus dos puntos al extremo derecho del intervalo de confianza de la media. Los puntos de los métodos de Hilliard y Abrams están en el margen mínimo de la media por ende no se tomará en cuenta como el método representativo.

### 3.2 Análisis De La Microdureza Y Tamaño De Grano

En las conclusiones de la tesis deducimos que el método más representativo y recomendado es el método de Heyn, en esta parte el tamaño de grano estará en función de este.

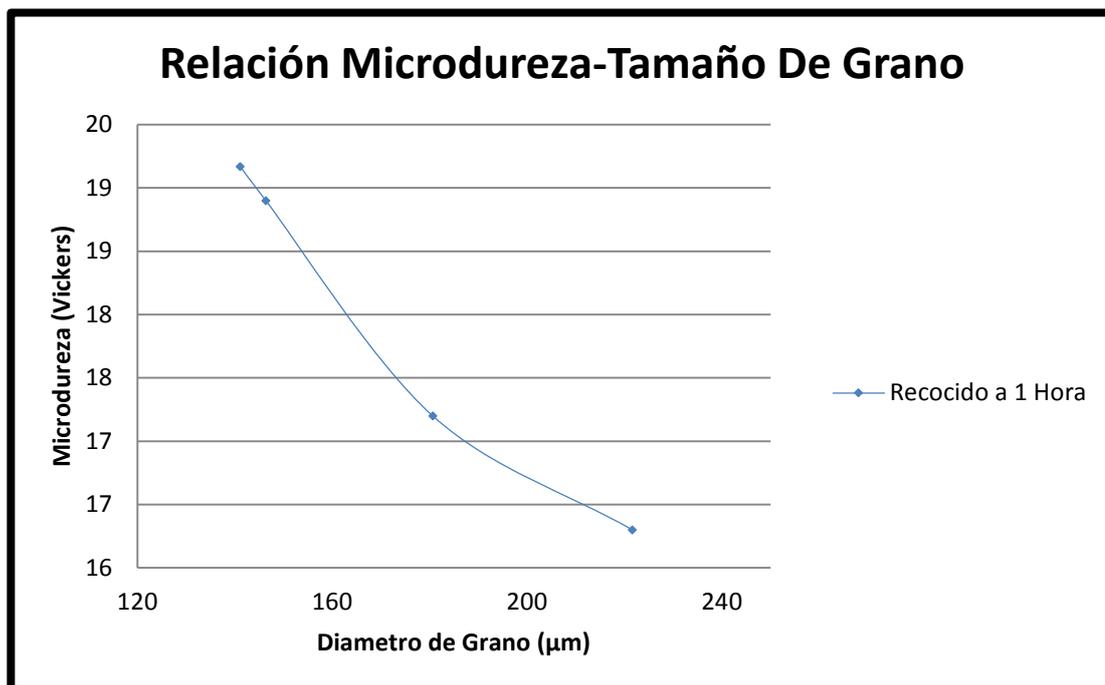
En la tabla 3.9 se muestra la relación que existe entre el tamaño de grano y la Microdureza, estos están recocidos a 1 hora, Así mismo se a graficado esta relación y ello se denota en la Figura 3.9.

Debemos tomar en cuenta este símbolo NL, que es el número de granos en 1mm lineal, en la tabla 3.9 aparece el diámetro medio del grano en Micrómetros ( $\mu\text{m}$ ) ello se calculó de acuerdo a la ecuación 3.1. También en esta tabla figura la Microdureza, estas se obtuvieron de la tabla 2.13 y se tomaron los valores medios de las pruebas realizadas a 1 hora.

$$D_{grano} = \frac{1}{NL} * 1000 \quad ec. 3.1$$

**Tabla 3.9** Relación de diámetro medio de tamaño de grano y Microdureza recocidos a 1 hora

Tiempo 1 Hora		
Tamaño de Grano (NL)	Diámetro de Grano ( $\mu\text{m}$ )	Microdureza (Vickers)
4.512	221.63	16.30
5.536	180.64	17.20
6.832	146.37	18.90
7.088	141.08	19.17

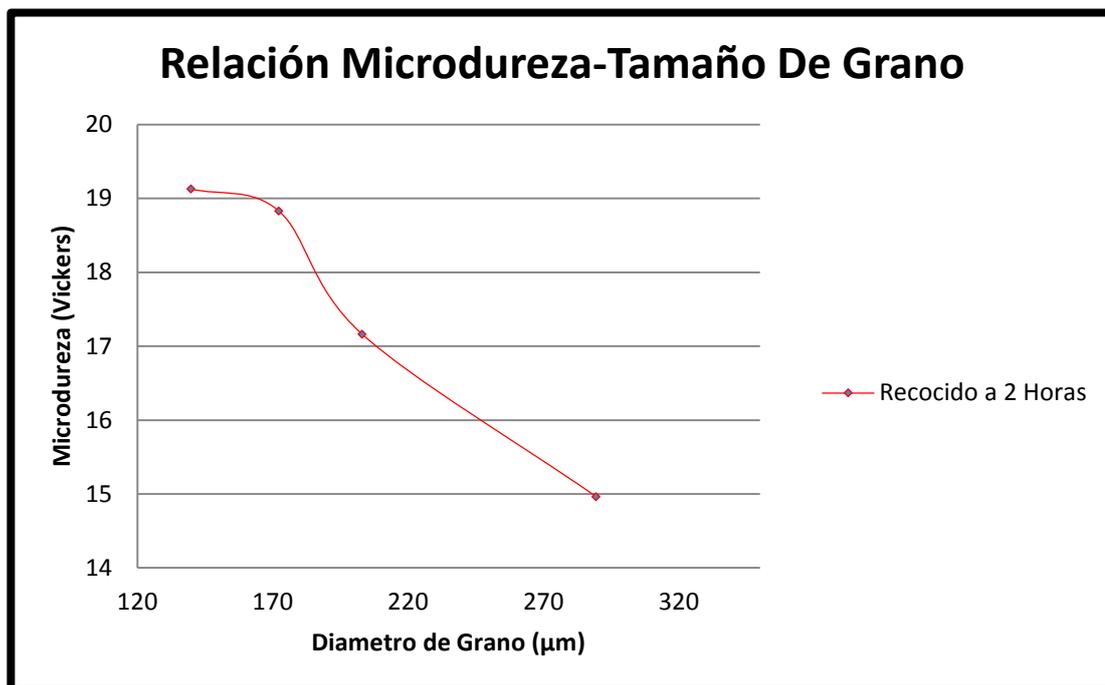


**Figura 3.9** Relación de Microdureza V.S tamaño de grano recocidos a 1 hora

Denotaremos también en la tabla 3.10 la relación que existe entre el tamaño de grano y la Microdureza pero estos están recocidos a 2 horas, Así mismo se a graficado esta relación y ello se denota en la Figura 3.10.

**Tabla 3.10** Relación de diámetro medio de tamaño de grano y Microdureza recocidos a 2 horas

Tiempo 2 Horas		
Tamaño de Grano (NL)	Diámetro de Grano (µm)	Microdureza (Vickers)
3.456	289.35	14.97
4.928	202.92	17.17
5.808	172.18	18.83
7.152	139.82	19.13

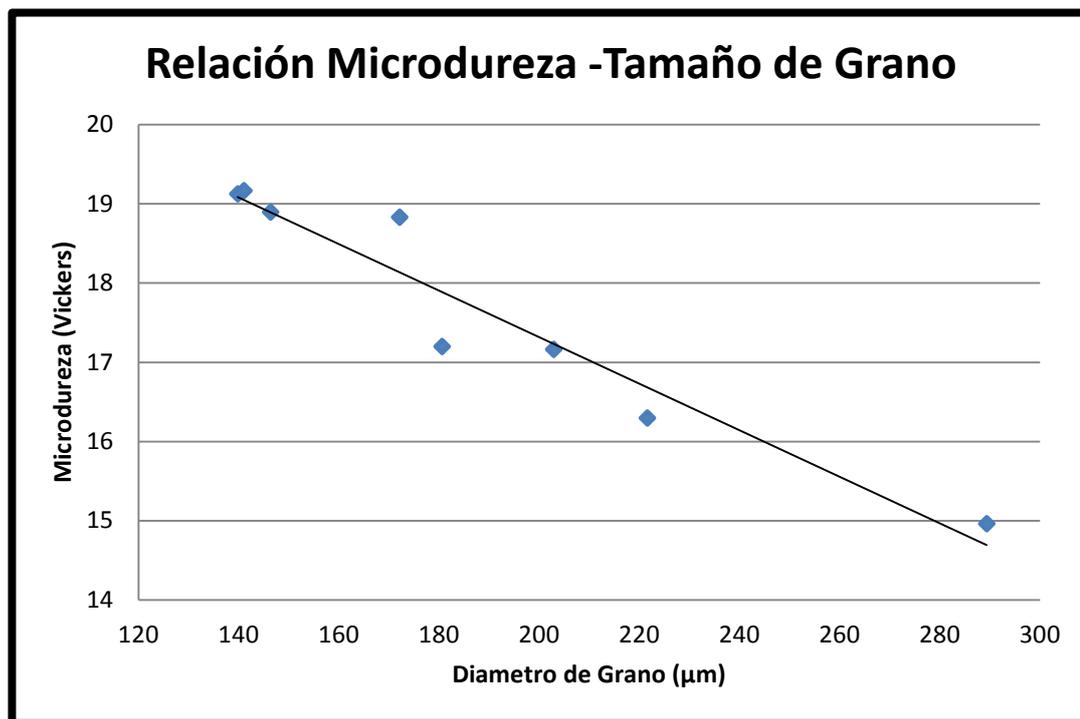


**Figura 3.10** Relación de Microdureza V.S tamaño de grano recocidos a 2 horas

Analicemos como varia la Microdureza en función del crecimiento del tamaño de grano.

**Tabla 3.11** Muestra el Diámetro medio de tamaño de grano en  $\mu\text{m}$  y en dicho tamaño la Microdureza que presenta en aquella condición

Diámetro de Grano ( $\mu\text{m}$ )	Microdureza (Vickers)
139.82	19.13
141.08	19.17
146.37	18.90
172.18	18.83
180.64	17.20
202.92	17.17
221.63	16.30
289.35	14.97



**Figura 3.11** Relación de tamaño de grano y Microdureza a condiciones diferentes de tiempo de recocido.

De las Figuras 3.9 y 3.10 se denotan que a medida que el tamaño de grano aumenta la Microdureza va disminuyendo.

### 3.3 Análisis De La Microdureza Y La Temperatura

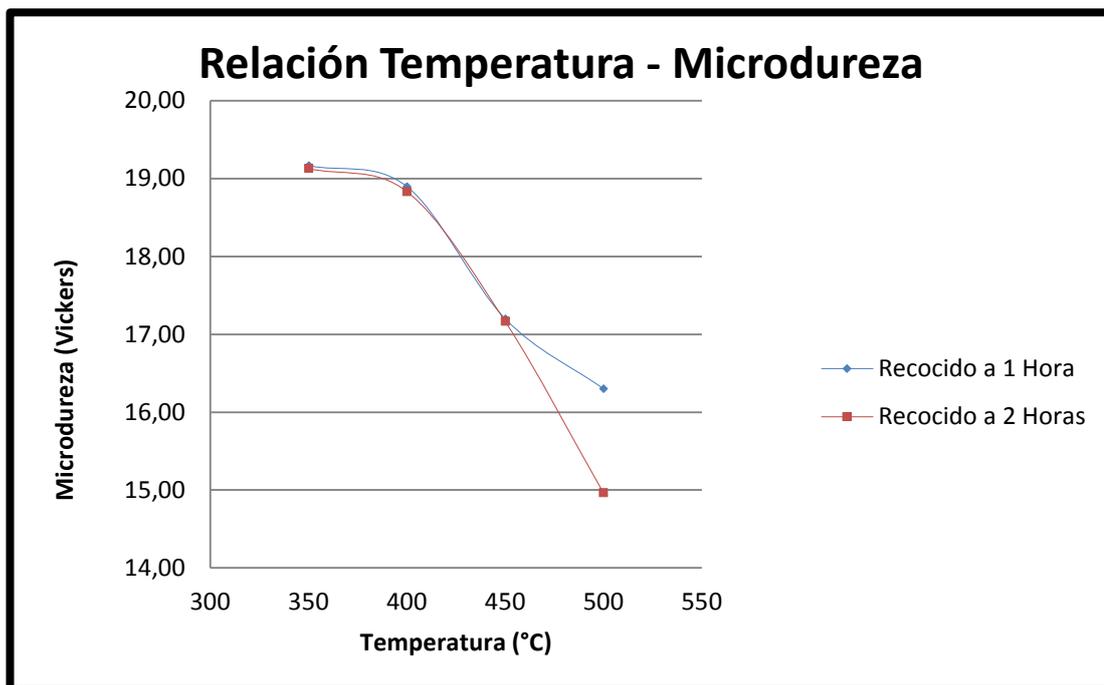
Las tablas 3.12 y 3.13 muestran los datos calculados en el laboratorio de la relación entre temperatura y Microdureza, pero estas recocidas a diferentes temperaturas. La Figura 3.12 muestra esta relación.

**Tabla 3.12**

Tiempo 1 Hora	
Temperatura (°C)	Microdureza (Vickers)
500	16.30
450	17.20
400	18.90
350	19.17

**Tabla 3.13**

Tiempo 2 Horas	
Temperatura (°C)	Microdureza (Vickers)
500	14.97
450	17.17
400	18.83
350	19.13



**Figura 3.12** Describe el comportamiento de la Microdureza a diferentes temperaturas y a tiempos de recocidos de 1 hora y 2 horas.

### 3.4 Diseño Factorial $2^k$ Con Replica En Todos Los Puntos Del Diseño, Ensayes De Microdureza

El diseño factorial que hemos aplicado es el “Diseño por replicas” en cada prueba se ha calculado tres veces la Microdureza, teniendo como variables independientes a la temperatura (en °C) y el tiempo (en minutos). Con este diseño veremos de manera cuantitativamente el efecto que ocasionan estas dos variables ( $K=2$ ). Para este procedimiento debemos tomar a un mínimo y máximo de cada variable independiente y ello se denota en la tabla 3.14.

**Tabla 3.14** Valores mínimo y máximo de cada variable independiente

Variables	Nivel (-)	Nivel (+)
Z1: Temperatura (°C)	350	500
Z2: Tiempo (Min)	60	120

En la tabla 3.15 se denotan las  $2^2 = 4$  pruebas realizadas y las tres réplicas de Microdurezas determinadas.

**Tabla 3.15** Muestra los ensayos por réplicas de la Microdureza para las condiciones de variables especificadas en la tabla.

N	Variables		Replicas			Total
	Z <sub>1</sub>	Z <sub>2</sub>	I	II	III	
1	350	60	19.2	19.3	19	57.5
2	500	60	16.4	16.2	16.3	48.9
3	350	120	19.1	19	19.3	57.4
4	500	120	14.7	15	15.2	44.9

Los valores para la matriz X y la variable dependiente de Y, se denota en la tabla 3.16.

**Tabla 3.16** Datos para la matriz X y la variable dependiente Y que es la suma total de réplicas de los ensayos de Microdureza

N	X <sub>0</sub>	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	X <sub>1</sub> X <sub>2</sub>	Y
1	1	-1	-1	1	57.5
2	1	1	-1	-1	48.9
3	1	-1	1	-1	57.4
4	1	1	1	1	44.9

### 3.4.1 Calculo De Efectos

Para saber cuantitativamente cuánto afectan las variables sobre la respuesta o criterio de optimización de un proceso, se determina el cálculo de los efectos, los cuales se definen como la diferencia entre los valores medios de las respuestas, cuando en los tratamientos respectivos la variable se encuentra en su nivel inferior y cuando se encuentra en su nivel superior. Definido por:

$$E_{xi} = \frac{\sum Y_+ - \sum Y_-}{\left(\frac{N}{2}\right)(r)} \quad ec. 3.2$$

Donde:

$\sum Y_+$ : Sumatoria de las respuestas correspondiente al nivel superior de la variable en cuestión.

$\sum Y_-$ : Sumatoria de las respuestas correspondiente al nivel inferior de la variable en cuestión.

N: Número de pruebas experimentales

r: Número de réplicas en el diseño

Otra forma para el cálculo de los efectos es matricialmente:

$$E_{xi} = \frac{[X^t][Y]}{(N/2)(r)} \quad ec. 3.3$$

[X]: La matriz de variables independientes

[Y]: La matriz dependiente (Sumatoria de valores de las réplicas, ensayos de Microdureza).

$$\begin{array}{c}
 [X]: \begin{array}{|c|c|c|c|} \hline 1 & -1 & -1 & 1 \\ \hline 1 & 1 & -1 & -1 \\ \hline 1 & -1 & 1 & -1 \\ \hline 1 & 1 & 1 & 1 \\ \hline \end{array} \rightarrow [X^t]: \begin{array}{|c|c|c|c|} \hline 1 & 1 & 1 & 1 \\ \hline -1 & 1 & -1 & 1 \\ \hline -1 & -1 & 1 & 1 \\ \hline 1 & -1 & -1 & 1 \\ \hline \end{array} [X^t][Y]: \begin{array}{|c|c|c|c|c|} \hline 1 & 1 & 1 & 1 & 57.5 \\ \hline -1 & 1 & -1 & 1 & 48.9 \\ \hline -1 & -1 & 1 & 1 & 57.4 \\ \hline 1 & -1 & -1 & 1 & 44.9 \\ \hline \end{array} \\
 \\
 \rightarrow [X^t][Y]: \begin{array}{|c|} \hline 208.7 \\ \hline -21.1 \\ \hline -4.1 \\ \hline -3.9 \\ \hline \end{array} E_{xi} = \frac{[X^t][Y]}{(4/2)(3)}: \begin{array}{|c|c|} \hline E_{x0}: & 34.78 \\ \hline E_{x1}: & -3.52 \\ \hline E_{x2}: & -0.68 \\ \hline E_{x1x2}: & -0.65 \\ \hline \end{array}
 \end{array}$$

Aplicado la fórmula de la ecuación 3.3 para calcular el efecto de cada variable y la interacción. El significado físico de los efectos es ver como varía la respuesta al variar una variable o factor de su nivel inferior al nivel superior, las siguientes observaciones pueden deducirse de los valores obtenidos:

- El hecho de aumentar la temperatura de 350°C a 500°C, disminuye la Microdureza en -3.52.
- El hecho de aumentar el tiempo de recocido de 60 min a 120 min, disminuye la Microdureza en -0.68.
- El efecto de la interacción de ambas variables también disminuye la Microdureza en -0.65.

### 3.4.2 Análisis De Variancia

El procedimiento apropiado para probar la significancia de los efectos es mediante el análisis de variancia, quizás sea la herramienta más útil de la inferencia estadística; en esta parte se hará un resumen de los conceptos para su rápida aplicación al análisis de los datos del diseño experimental estudiado.

La ecuación 4.3 muestra la variabilidad total de los datos en sus partes componentes:

$$SS_{total} = SS_{efectos} + SS_{error} \quad ec. 3.4$$

Donde:

$SS_{total}$ : Suma total de cuadrados corregida.

$SS_{efectos}$ : Suma de cuadrados debida a los efectos o tratamientos.

$SS_{error}$ : Suma de cuadrados debido al error.

Ahora calcularemos los valores para realizar el análisis de varianza:

$$SS_{total} = (19.2)^2 + (19.3)^2 + (19.0)^2 + \dots + (15.2)^2 - \frac{(19.2+19.3+19.0+\dots+15.2)^2}{(4)(3)}$$

$$SS_{total} = 40.01$$

$SS_{efectos}$

$$SS_{x1} = \frac{(E_{x1})^2}{(N)(r)} = \frac{(-21.1)^2}{(4)(3)} = 37.1$$

$$SS_{x2} = \frac{(E_{x2})^2}{(N)(r)} = \frac{(-4.1)^2}{(4)(3)} = 1.401$$

$$SS_{x1x2} = \frac{(E_{x1x2})^2}{(N)(r)} = \frac{(-3.9)^2}{(4)(3)} = 1.268$$

Por lo tanto, la suma de cuadrados de los efectos e interacciones está dada por la suma:

$$SS_{efectos} = 37.1 + 1.401 + 1.268 = 39.769$$

Según la ecuación 4.4 se puede calcular  $SS_{error}$  y se tiene:

$$SS_{error} = SS_{total} - SS_{efectos} \quad ec. 3.5$$

$$SS_{error} = 40.01 - 39.77$$

$$SS_{error} = 0.24$$

Ahora vamos a definir si las variables o factores  $X_1$ ,  $X_2$  y  $X_{12}$  son variables significativas, la manera precisa y estadísticamente de medir se calculará mediante el teorema de Cochran, el cual puede resumirse en la siguiente expresión.

$$F_0 = \frac{MS_{efectos}}{MS_E} = \frac{SS_{efectos}/f_1}{MS/f_2} \quad ec. 3.6$$

Donde:

$f_1$ : Grados de libertad de los efectos e interacciones, generalmente iguales a 1 en los diseños factoriales de dos niveles.

$f_2$ : Grados de libertad de la suma de cuadrados del error; lo cual está calculado como la diferencia de los grados de libertad de la suma total de cuadrados menos la suma de los efectos o tratamientos ( $f_3 - f_1$ ).

$f_3$ : grados de libertad de la suma total de cuadrados, definido como el número de pruebas experimentales realizadas (incluyendo las réplicas) menos 1 definido por la relación ( $N*r - 1$ ).

Ahora un efecto o interacción es significativa si se cumple la siguiente relación:

$$F_0 \geq F_{\alpha, f_1, f_2}$$

Donde  $F_{\alpha, f_1, f_2}$  es lo que se define F de tablas de Fisher, siendo  $\alpha$  el nivel de confiabilidad o significancia (generalmente al 0.01 ó 0.05).

Entonces para nuestro problema el valor de  $F$  para un  $\alpha=0.01, f_1=1, f_2=8$  es 11.3.

A continuación tenemos la siguiente tabla 3.17 que nos resume todos los cálculos para determinar si las variables son significativas.

**Tabla 3.17** Análisis de varianza para los datos de variación de temperatura y tiempo

Fuente De Variación	Suma De Cuadrados	Grados De Libertad	Media De Cuadrados	Fo	F <sub>tabla</sub>	variable
X1	37.10	1.00	37.10	1236.69	11.30	significante
X2	1.40	1.00	1.40	46.69	11.30	significante
X1X2	1.27	1.00	1.27	42.25	11.30	significante
Error	0.24	8.00	0.03			
Total	40.01	11.00				

Como podemos observar en la tabla 3.17 las variables  $X_1$ ,  $X_2$  y  $X_{12}$  son significativas, y que la variable  $X_1$  (la temperatura) tiene una gran significancia en la reducción de la Microdureza del aluminio, el tiempo es un factor regular así como la interacción de ambas juntas.

### 3.4.3 Modelo Matemático

Una vez determinados los efectos, el siguiente paso es definir el modelo matemático que represente al proceso investigado, con el diseño a dos niveles, para este caso podemos estimar modelos matemáticos lineales de la siguiente forma:

$$\hat{Y} = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_{12}X_1X_2 \quad \text{ec. 3.7}$$

Para estimar los coeficientes  $b_i$  se hace uso de la formula matricial utilizada para la estimación de los coeficientes del modelo.

$$[B] = \frac{([X]^t \cdot [X])^{-1} \cdot (X^t \cdot [Y])}{(N)(r)} \quad \text{ec. 3.8}$$

$$[X]^t \cdot [X] = \begin{bmatrix} 1 & 1 & 1 & 1 \\ -1 & 1 & -1 & 1 \\ -1 & -1 & 1 & 1 \\ 1 & -1 & -1 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & -1 & -1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 & -1 \\ 1 & -1 & 1 & -1 \\ 1 & 1 & 1 & 1 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 4 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 4 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 4 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 4 \end{bmatrix}$$

$$([X]^t \cdot [X])^{-1} = \begin{bmatrix} 0.25 & 0.00 & 0.00 & 0.00 \\ 0.00 & 0.25 & 0.00 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.25 & 0.00 \\ 0.00 & 0.00 & 0.00 & 0.25 \end{bmatrix}$$

$$X^t \cdot [Y] = \begin{bmatrix} 209 \\ -21 \\ -4.1 \\ -3.9 \end{bmatrix} \rightarrow [B] = \begin{bmatrix} b_0: & 17.39 \\ b_1: & -1.76 \\ b_2: & -0.34 \\ b_{12}: & -0.33 \end{bmatrix}$$

Por lo tanto el modelo matemático en escala codificada considerando todas las interacciones ya que todas son variables significativas, se obtiene la siguiente ecuación.

$$\hat{Y} = 17.39 - 1.76X_1 - 0.34X_2 - 0.33X_1X_2 \quad \text{ec. 3.9}$$

El objetivo de hallar este modelo matemático es predecir satisfactoriamente el fenómeno estudiado. Es decir, que reemplazando valores de  $X_1$  y  $X_2$  en el rango investigado (-1 a +1), prediga valores similares a los datos observados, lo que puede ser calculado matricialmente:

$$\hat{Y} = [X][B] \quad \text{ec. 3.10}$$

Siendo la matriz  $[X]$ , la matriz de variables independientes, si alguna variable independiente no fuese significativa, entonces la columna de la variable independiente no se tomará en cuenta en esta matriz. En nuestro caso todas las variables son significativas y ello se denota en la tabla 3.17. El vector  $[B]$  son los coeficientes del modelo matemático. Siendo  $\hat{Y}$  los valores predichos por el modelo, llamado también *Yestimado*, o simplemente *Yest*.

$[X]$	$[B]$	$[\hat{Y}]$
1		
	17.39	19.17
-1		
	-1.76	16.3
-1		
	-0.34	19.13
1		
	-0.33	14.97
1		

Podemos hacer en este punto un análisis de residuos, es decir, saber cuan distanciados está las predicciones de los valores iniciales mediante la diferencia  $(Y - \hat{Y})$ .

Con los elementos de la tabla 4.18, se puede calcular la suma de cuadrados de residual del modelo, mediante la siguiente ecuación:

$$SCM_R = \sum_{i=1}^{Nr} \frac{(Y - \hat{Y})^2}{Nr - l} \quad ec.3.11$$

Donde:

$\hat{Y}$ : Y estimado

Y: Y observado

Nr: Número total de experimentos

l: Número de parámetros del modelo matemático

**Tabla 3.18** Datos para realizar un estudio de análisis de residuos

$Y$			$\hat{Y}$	$(Y - \hat{Y})^2$		
19.20	19.30	19.00	19.17	0.001	0.018	0.028
16.40	16.20	16.30	16.30	0.010	0.010	0.000
19.10	19.00	19.30	19.13	0.001	0.018	0.028
14.70	15.00	15.20	14.97	0.071	0.001	0.054

La diferencia  $Nr - l$  se denomina grados de libertad del residual, el cual denotamos como  $f_4$ .

Aplicamos la ecuación 4.11 con los datos de la tabla 4.18y se obtiene la siguiente expresión:

$$SMC_R = \frac{0.001 + 0.018 + \dots + 0.054}{(4)(3) - (4)} = 0.03$$

Ahora para saber estadísticamente si el modelo matemático hallado representa adecuadamente a los datos experimentales mediante el test F.

$$F_0 = \frac{SCM_R}{SCM_E} F_0 < F_{(\alpha, F_4, F_2)} \quad \text{ec. 3.12}$$

Donde  $\alpha$  es el nivel de confianza, generalmente del 95% (0.05)

De la tabla 4.17  $SCM_E = 0.03$  por lo tanto  $F_0$  es:

$$F_0 = \frac{0.03}{0.03} = 1$$

Para un intervalo de confianza del 95% (0.05), para 8 y 8 grados de libertad F de tabla es 3.44. Por lo tanto el modelo matemático representa adecuadamente al fenómeno investigado.

Ahora vamos a decodificar el modelo matemático a escala natural, es necesario decodificar el modelo matemático a escala natural, especialmente cuando se desea graficar a través de un graficador.

De la ecuación 3.10, la matriz  $[X]$  es reemplazada por la matriz  $[Z]$  cuyos valores son los mínimos y máximos expresados en este modelo. Se resuelve matricialmente a partir de la ecuación 3.13 obteniéndose las variables independientes matriz  $[A]$  a escala natural ello se denota en la ecuación 3.14.

$$\hat{Y} = [Z][A] \quad \text{ec. 3.13}$$

$$[Z]^{-1}[\hat{Y}] = [A] \quad \text{ec. 3.14}$$

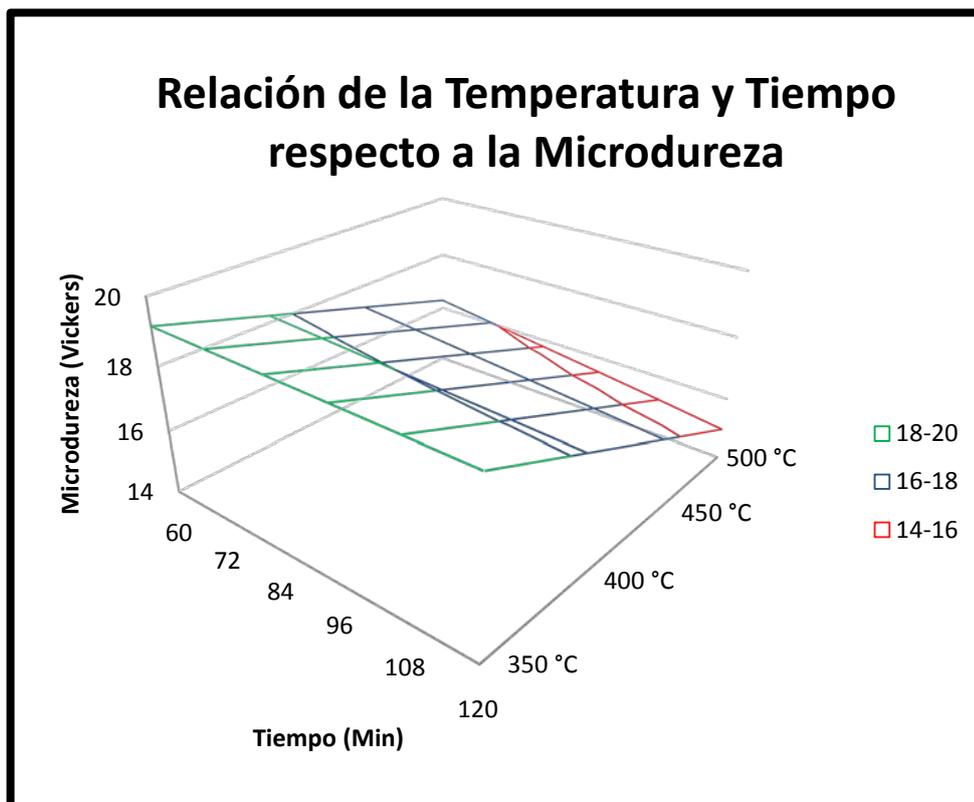
$$[Z] = \begin{bmatrix} 1 & 350 & 60 & 21000 \\ 1 & 500 & 60 & 30000 \\ 1 & 350 & 120 & 42000 \\ 1 & 500 & 120 & 60000 \end{bmatrix} \rightarrow [Z]^{-1} = \begin{bmatrix} 6.66667 & -4.6667 & -3.3333 & 2.33333 \\ -0.0133 & 0.01333 & 0.00667 & -0.0067 \\ -0.0556 & 0.03889 & 0.05556 & -0.0389 \\ 0.00011 & -0.0001 & -0.0001 & 0.00011 \end{bmatrix}$$

$$[A] = \begin{bmatrix} 6.66667 & -4.6667 & -3.3333 & 2.33333 \\ -0.0133 & 0.01333 & 0.00667 & -0.0067 \\ -0.0556 & 0.03889 & 0.05556 & -0.0389 \\ 0.00011 & -0.0001 & -0.0001 & 0.00011 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 19.17 \\ 16.3 \\ 19.13 \\ 14.97 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} a_0: & 22.85556 \\ a_1: & -0.01044 \\ a_2: & 0.05000 \\ a_{12}: & -0.00014 \end{bmatrix}$$

El modelo a escala natural es:

$$\hat{Y} = 22.85556 - 0.01044Z_1 + 0.05Z_2 - 0.00014Z_1Z_2 \quad \text{ec. 3.15}$$

Con la ecuación 4.15 se ha realizado un gráfico en 3Dimensiones para ver cómo se relacionan esas variables y como afectan a la Microdureza, ello se denota en la Figura 3.13.



**Figura 3.13** Denota la relación de la temperatura y el tiempo como afecta a la Microdureza.

Se realizaron ensayos a otras temperaturas mínimos y máximos, comparándolos con los valores estimados según la ecuación 3.15 y se obtuvo la siguiente tabla.

**Tabla 3.19** Muestra los ensayos realizados de manera experimental y los estimados según la ecuación 3.14

	Temperatura °C	Microdureza Ensayada	Microdureza Estimada
<b>60 Min</b>	350	19.17	19.17
	400	18.90	18.21
	450	17.20	17.26
	500	16.30	16.30
<b>120 Min</b>	350	19.13	19.13
	400	18.83	17.74
	450	17.17	16.36
	500	14.97	14.97

## CONCLUSIONES

1. La determinación del Método más representativo para calcular el tamaño de grano, se ha calculado bajo un intervalo de confianza al 95% teniendo una media mínima y máxima para cada prueba que se ejecutó, se realizó un gráfico que denote todos los puntos y muestre los límites del tamaño de grano  $\bar{X}$  ( los gráficos que muestran estas condiciones son de las Figuras 3.1 al 3.8 ) y las interpretaciones de cada figura se encuentran al margen inferior de cada figura, haciendo un resumen de todas las pruebas tenemos el siguiente cuadro:

N° Prueba	M. Representativo
1	<b>Heyn</b>
2	Hilliard
3	<b>Heyn</b>
4	Planimétrico
5	Planimétrico
6	Abrams
7	Indeterminado
8	<b>Heyn</b>

Del cuadro deducimos que el método más influyente en todos los ensayos realizados es el método de Heyn, teniendo 3 ensayos a su favor como el

más representativo, este método no sólo es recomendable porque lo hemos demostrado estadísticamente, sino por su manera fácil de calcular, solo usamos 4 líneas rectas cuya medida total es 500mm y el objetivo es contar las intersecciones de granos; decimos esto debido a que el método Planimétrico es el otro más influyente teniendo 2 ensayos a su favor pero este método es gravoso debido a que el operador debe contar los granos que están dentro de la circunferencia inscrita en la fotomicrografía teniendo márgenes de error en el conteo y esto es debido al cansancio y precisión de la visualización que existe en toda persona.

2. La relación del tamaño de grano y la Microdureza se demuestra en las Figuras 3.9 y 3.10 que a medida que el diámetro del tamaño de grano aumenta, la Microdureza disminuye, esto es debido a que los granos que cada vez son más grandes existe una inestabilidad en los bordes de grano que comparten entre varias partículas, también cabe decir que la energía sobre almacenada para el crecimiento de los granos genera una inestabilidad, sabemos por teoría de enlaces, que a mayor energía existe una mayor inestabilidad en las fuerzas de enlace, por ello su propiedad física como la Microdureza disminuye a raíz que aumenta el tamaño.
3. Cuando el recocido se realiza a una hora y solo se está aumentando la temperatura, el tamaño de grano va creciendo y la Microdureza también disminuye de manera lineal, ello se denota en la Figura 3.9 donde la curva tiene una tendencia lineal con pendiente negativa. Pero cuando el

recocido se realiza a dos horas aumentando la temperatura para variar el tamaño de grano, se denota que en el gráfico 3.10 se resiste la variación de la Microdureza cuando el diámetro del tamaño de grano está entre 140 y 180  $\mu\text{m}$  la variación de la Microdureza permanece como una constante sin variación, esto es debido a que la energía suministrada para variar el tamaño en dicho intervalo no es suficiente para generar grandes tensiones y así disminuir la Microdureza; pero después que el diámetro del tamaño de grano es 180  $\mu\text{m}$  la Microdureza si disminuye de manera lineal así como cuando el recocido es a una hora.

4. Cuando la temperatura varía de 350°C a 450°C y los recocimos en un intervalo de una hora a dos horas, la variación de Microdureza a una misma temperatura pero un tiempo diferente dicha propiedad no varía de manera categórica y permanece cuasi constante, ello se denota en la Figura 3.12.
5. En la sección 3.4.1 se denota que el efecto que genera la temperatura tiene gran trascendencia en disminuir la Microdureza, pero el tiempo al realizar las pruebas entre a una hora y dos horas no influye de manera categórica a dicha propiedad, entonces la temperatura es el parámetro que influye más en la disminución de la Microdureza.
6. La Figura 3.11 muestra que al aumentar el diámetro medio de tamaño de grano, disminuye la Microdureza.

7. La Figura 3.12 muestra que al aumentar el tiempo o la temperatura se denota que la Microdureza disminuye, también se muestra que el margen de cambio generado por la temperatura es mayor respecto del tiempo, esto quiere decir que más efecto sobre la disminución de la Microdureza es la temperatura.
  
8. En el ítem 3.4.1 Cálculo de los efectos; en sus conclusiones muestra precisamente lo predicho por las Figuras 3.11 y 3.12, porque tienen un valor negativo (-3.52 y -0.68). Por lo observado el negativo indica que al aumentar la temperatura disminuye la Microdureza, el aumento del tiempo también muestra un valor negativo que significa que disminuye la Microdureza. El valor numérico absoluto del efecto de la temperatura es mayor respecto al tiempo ( $3.52 > 0.68$ ) eso predice que un mayor efecto sobre la Microdureza nos da el aumento de la temperatura.

## BIBLIOGRAFIA

1. American Society for Metals. Metals Handbook 8th Edition, volume 8, United States, 1979.
2. ASTM International – E112 – 10. Current edition approved Nov. 1, 2010. Published December 2010. Originally approved in 1955. Last previous edition approved 2004 as E112 – 96(2004). United States.
3. Aboav D.A. Foam and Polycrystals, Materials Characterization, 39, 1997, Elsevier Science
4. Barret LK, Yust CS. Progressive shape change of the void during sintering. Trans AIME 1967; 239: 1172-80.
5. Eichen E, Aaronson HI, Pound GM, Trivedi R. Thermionic emission microscope study of the formation of ferrite siderplates. Acta Metall 1964; 12: 1298-301.
6. F. Schûckher, Quantitative Microscopy, ed. R.T.DeHoff and F.N. Rhines, N.Y. McGraw Hill, 1968.
7. George Vander Voort. Committee E-4 and Grain Size Measurements: 75 Years of Progress. May '91 issue of ASTM Standardization News. May, 1991
8. Hekfrid Modin, Szten Modin. Metallurgical Microscopy, London Butterworths, 1973.
9. Hillert M. In: Zackay VF, Aaronson HI, editors. The Decomposition of Austenite by Diffusional Processes. New York: Inter science. 1962. pp. 197-237.
10. Hopkins RH, Kraft RW. A rapid technique for observation of three-dimensional microstructures. Trans AIME 1965; 233: 1526-32.
11. Hawbolt EB, Brown LC. Grain boundary precipitation in Ag-5.64 wt pct Al alloys. Trans AIME 1967; 239: 1916-24.
12. J. Ohser, M. Nippe. Stereology of cubic particles: various estimators for the size distribution (p 22 – 30), Journal of Microscopy, Volume 187 Issue 1, July 1997
13. K. Matsuura, Y. Ytoh. Estimation of Three-dimensional Grain Size Distribution in Polycrystalline Materials; Materials Transactions, JIM, 11, 1991, 1042-1047

14. K. Matsuura, Y. Itoh, T. Ohmi, K. Ishii. Paper 3 Evaluation of Grain Shape Distribution in Polycrystalline Materials; Materials Transactions, JIM, 35, 1994, 247-253
15. L.M. Karlsson, L. M. Cruz. Estimation of mean particle size from single sections (p 121 – 132) – Orive, Journal of Microscopy, Volume 186 Issue 2, May 1997.
16. M.V.Kral, M.A.Mangan, G. Spanos, R.O. Rosenberg. Análisis tridimensional de las microestructuras; Material Characterization 45, 2000, 17-23.
17. N. Gao, S.C.Wang. A comparison of grain size determination by lighth microscopy and EBSD analysis. Journal of material Science. Letters, 2005
18. P. Krejčíř, Bene. Estereological Analysis of spatial surface processes (p 185 – 197) Journal of Microscopy, Volume 186 Issue 2, May 1997.
19. Robert W. Cahn, Peter Haasen. Physical Metallurgy; Editorial El SevierScience BV, Impreso en Los países bajos; Volumen III. 1996.
20. Rhines FN, Craig KR, Rouse DA. Measurement of average grain volume and certain topological parameters by serial section analysis. MetallTrans 1976; 7A: 1729-34.
21. Tommy De Cock. Tesis Doctoral, Universidad Complutense De Madrid, Facultad De Ciencias Físicas, Departamento De Física De Materiales. Madrid 2008.
22. Tecnológico de Monterr. <<http://www.mty.itesm.mx/dia/deptos/im/m00-861/Lecturas/LectP6M1.pdf>>
23. Y. Takayama, N. Furushiro, T. Tozawa, H. Kato, S. Hori. A Significant Method for estimation of the Grain Size of Polycrystalline Materials; Materials Transactions JIM, Vol 32, 3, 1991 214-221.
24. Ziolkowski P.M..The three-dimensional shapes of grain boundary precipitates in  $\alpha$   $\beta$  brass. MS Thesis. MichTech, 1985.

# **ANEXO A**

VALORES DE LA DISTRIBUCION DE F DE FISHER

$1 - \alpha = 0.95$   
 $1 - \alpha = P ( F \leq f_{\alpha, v_1, v_2} )$

$v_1$  = grados de libertad del numerador  
 $v_2$  = grados de libertad del denominador

$v_2 \backslash v_1$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20
1	161.446	199.499	215.707	224.583	230.160	233.988	236.757	238.884	240.543	241.882	242.981	243.905	244.690	245.363	245.949	246.466	246.917	247.324	247.688	248.016
2	18.513	19.000	19.164	19.247	19.298	19.329	19.353	19.371	19.385	19.396	19.405	19.412	19.419	19.424	19.429	19.433	19.437	19.440	19.443	19.446
3	10.128	9.552	9.277	9.117	9.013	8.941	8.887	8.845	8.812	8.785	8.763	8.745	8.729	8.715	8.703	8.692	8.683	8.675	8.667	8.660
4	7.709	6.944	6.591	6.388	6.256	6.163	6.094	6.041	5.999	5.964	5.936	5.912	5.891	5.873	5.858	5.844	5.832	5.821	5.811	5.803
5	6.608	5.786	5.408	5.182	5.050	4.950	4.876	4.818	4.772	4.735	4.704	4.678	4.655	4.636	4.619	4.604	4.590	4.579	4.568	4.558
6	5.987	5.143	4.757	4.534	4.387	4.284	4.207	4.147	4.099	4.060	4.027	4.000	3.976	3.956	3.938	3.922	3.908	3.896	3.884	3.874
7	5.581	4.737	4.347	4.120	3.972	3.866	3.787	3.726	3.677	3.637	3.603	3.575	3.550	3.529	3.511	3.494	3.480	3.467	3.455	3.445
8	5.318	4.469	4.066	3.838	3.688	3.581	3.500	3.438	3.388	3.347	3.313	3.284	3.259	3.237	3.218	3.202	3.187	3.173	3.161	3.150
9	5.117	4.266	3.863	3.633	3.482	3.374	3.293	3.230	3.179	3.137	3.102	3.073	3.048	3.025	3.006	2.989	2.974	2.960	2.948	2.936
10	4.965	4.103	3.708	3.478	3.326	3.217	3.135	3.072	3.020	2.978	2.943	2.913	2.887	2.865	2.845	2.828	2.812	2.798	2.785	2.774
11	4.844	3.982	3.587	3.357	3.204	3.095	3.012	2.948	2.896	2.854	2.818	2.788	2.761	2.739	2.719	2.701	2.685	2.671	2.658	2.646
12	4.747	3.885	3.490	3.259	3.106	2.996	2.913	2.849	2.796	2.753	2.717	2.687	2.660	2.637	2.617	2.599	2.583	2.568	2.555	2.544
13	4.667	3.806	3.411	3.179	3.025	2.915	2.832	2.767	2.714	2.671	2.635	2.604	2.577	2.554	2.533	2.515	2.499	2.484	2.471	2.459
14	4.600	3.739	3.344	3.112	2.958	2.848	2.764	2.699	2.646	2.602	2.565	2.534	2.507	2.484	2.463	2.445	2.428	2.413	2.400	2.388
15	4.543	3.682	3.287	3.056	2.901	2.790	2.707	2.641	2.588	2.544	2.507	2.475	2.448	2.424	2.403	2.385	2.368	2.353	2.340	2.328
16	4.494	3.634	3.239	3.007	2.852	2.741	2.657	2.591	2.538	2.494	2.456	2.425	2.397	2.373	2.352	2.333	2.317	2.302	2.288	2.276
17	4.451	3.592	3.197	2.965	2.810	2.699	2.614	2.548	2.494	2.450	2.413	2.381	2.353	2.329	2.308	2.289	2.272	2.257	2.243	2.230
18	4.414	3.555	3.160	2.928	2.773	2.661	2.577	2.510	2.456	2.412	2.374	2.342	2.314	2.290	2.269	2.250	2.233	2.217	2.203	2.191
19	4.381	3.522	3.127	2.895	2.740	2.628	2.544	2.477	2.423	2.378	2.340	2.308	2.280	2.256	2.234	2.215	2.198	2.182	2.168	2.155
20	4.351	3.493	3.098	2.866	2.711	2.599	2.514	2.447	2.393	2.348	2.310	2.278	2.250	2.225	2.203	2.184	2.167	2.151	2.137	2.124
21	4.325	3.467	3.072	2.840	2.685	2.573	2.488	2.420	2.366	2.321	2.283	2.250	2.222	2.197	2.176	2.156	2.139	2.123	2.109	2.096
22	4.301	3.443	3.049	2.817	2.661	2.549	2.464	2.397	2.342	2.297	2.259	2.226	2.198	2.173	2.151	2.131	2.114	2.098	2.084	2.071
23	4.279	3.422	3.028	2.796	2.640	2.528	2.442	2.375	2.320	2.275	2.236	2.204	2.175	2.150	2.128	2.109	2.091	2.075	2.061	2.048
24	4.260	3.403	3.009	2.776	2.620	2.508	2.423	2.355	2.300	2.255	2.216	2.183	2.155	2.130	2.108	2.089	2.070	2.054	2.040	2.027
25	4.242	3.385	2.991	2.759	2.603	2.490	2.405	2.337	2.282	2.236	2.196	2.165	2.136	2.111	2.089	2.069	2.051	2.035	2.021	2.007
26	4.225	3.369	2.975	2.743	2.587	2.474	2.388	2.321	2.265	2.220	2.181	2.149	2.119	2.094	2.072	2.052	2.034	2.018	2.003	1.990
27	4.210	3.354	2.960	2.728	2.572	2.459	2.373	2.305	2.250	2.204	2.166	2.132	2.103	2.078	2.056	2.036	2.018	2.002	1.987	1.974
28	4.198	3.340	2.947	2.714	2.558	2.445	2.359	2.291	2.236	2.190	2.151	2.118	2.089	2.064	2.041	2.021	2.003	1.987	1.972	1.959
29	4.183	3.328	2.934	2.701	2.545	2.432	2.346	2.278	2.223	2.177	2.138	2.104	2.075	2.050	2.027	2.007	1.989	1.973	1.958	1.945
30	4.171	3.316	2.922	2.690	2.534	2.421	2.334	2.266	2.211	2.165	2.126	2.092	2.063	2.037	2.015	1.995	1.978	1.960	1.945	1.932
40	4.085	3.232	2.839	2.606	2.449	2.336	2.249	2.180	2.124	2.077	2.038	2.003	1.974	1.948	1.924	1.904	1.885	1.868	1.853	1.839
50	4.034	3.183	2.790	2.557	2.400	2.288	2.199	2.130	2.073	2.026	1.986	1.952	1.921	1.895	1.871	1.850	1.831	1.814	1.798	1.784
60	4.001	3.150	2.758	2.525	2.368	2.256	2.167	2.097	2.040	1.993	1.952	1.917	1.887	1.860	1.836	1.815	1.796	1.778	1.763	1.748
70	3.978	3.128	2.736	2.503	2.346	2.234	2.143	2.074	2.017	1.969	1.928	1.893	1.863	1.836	1.812	1.790	1.771	1.753	1.737	1.722
80	3.960	3.111	2.719	2.486	2.329	2.217	2.126	2.056	1.999	1.951	1.910	1.875	1.845	1.817	1.793	1.772	1.752	1.734	1.718	1.703