



UNIVERSIDAD TÉCNICA DEL NORTE

FACULTAD DE INGENIERÍA EN CIENCIAS APLICADAS CARRERA DE INGENIERÍA AUTOMOTRIZ

TRABAJO DE GRADO PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO AUTOMOTRIZ

TEMA:

**ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS EN FUNDICIÓN
DE HIERRO CON NANOTUBOS DE CARBONO.**

AUTOR:

CAHUASQUÍ MONTALUISA LUIS HÉCTOR

DIRECTOR:

ING. MONTENEGRO SIMANCAS VICTOR JAVIER, MSc.

Ibarra, noviembre 2023

CERTIFICADO

ACEPTACIÓN DEL DIRECTOR

En mi calidad de director del plan de trabajo de grado, previo a la obtención del título de Ingeniería Automotriz, nombrado por el Honorable Consejo Directivo de la Facultad de Ingeniería en Ciencias Aplicadas.

CERTIFICO:

Que una vez analizado el plan de grado cuyo título es "ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS EN FUNDICIÓN DE HIERRO CON NANOTUBOS DE CARBONO" presentado por el señor: Cahuasquí Montaluisa Luis Héctor con número de cédula 1004435457, doy fe que dicho trabajo reúne los requisitos y méritos suficientes para ser sometido a presentación pública y evaluación por parte de los señores integrantes del jurado examinador que se designe.

En la ciudad de Ibarra, a los 6 días del mes noviembre del 2023.

Atentamente


Ing. Víctor Montenegro MSc

DIRECTOR DEL TRABAJO DE GRADO



UNIVERSIDAD TÉCNICA DEL NORTE BIBLIOTECA UNIVERSITARIA

AUTORIZACIÓN DE USO Y PUBLICACIÓN A FAVOR DE LA UNIVERSIDAD TÉCNICA DEL NORTE

1. IDENTIFICACIÓN DE LA OBRA

En cumplimiento del Art. 144 de la Ley de Educación Superior, hago la entrega del presente trabajo a la Universidad Técnica del Norte para que sea publicado en el Repositorio Digital Institucional, para lo cual pongo a disposición la siguiente información:

DATOS DE CONTACTO	
CÉDULA DE IDENTIDAD:	1004435457
APELLIDOS Y NOMBRES:	Cahuasquí Montaluisa Luis Héctor
DIRECCIÓN:	Ibarra, Calle Ernesto Guevara principal. Frente al Subcentro de salud el Tejar.
EMAIL:	lhcahuasquim@utn.edu.ec
TELÉFONO FIJO:	SN
TELÉFONO MÓVIL:	0979836072

DATOS DE LA OBRA	
TÍTULO:	ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS EN FUNDICIÓN DE HIERRO CON NANOTUBOS DE CARBONO
AUTOR (ES):	Cahuasquí Montaluisa Luis Héctor
FECHA: DD/MM/AAAA	6 de noviembre 2023
SOLO PARA TRABAJOS DE GRADO	
PROGRAMA:	<input checked="" type="checkbox"/> PREGRADO <input type="checkbox"/> POSGRADO
TÍTULO POR EL QUE OPTA:	Ingeniería Automotriz
ASESOR /DIRECTOR:	Ing.Victor Montenegro MSc.

2. CONSTANCIAS

El autor (es) manifiesta (n) que la obra objeto de la presente autorización es original y se la desarrolló, sin violar derechos de autor de terceros, por lo tanto, la obra es original y que es (son) el (los) titular (es) de los derechos patrimoniales, por lo que asume (n) la responsabilidad sobre el contenido de la misma y saldrá (n) en defensa de la Universidad en caso de reclamación por parte de terceros.

Ibarra, a los 06... días del mes de Noviembre... de 2023..

EL AUTOR:



Cahuasquí Montaluisa Luis Héctor
1004435457

DEDICATORIA

A mis padres por brindarme el inmenso regalo de la vida. En especial, quiero dedicar a mi madre, Beatriz, quien ha sido una guía amorosa en mi camino académico y personal. Su apoyo incondicional y su confianza en mis capacidades como ser humano han sido fundamentales para alcanzar cada uno de mis logros. Sinceramente, valoro enormemente la confianza que siempre ha depositado en mí y estoy agradecido por todo el respaldo que me ha brindado a lo largo de mi vida.

A mi hermano Paul, por ser un verdadero ejemplo en mi vida y por brindarme siempre su apoyo incondicional. Su presencia y consejos han sido fundamentales en mi crecimiento personal y profesional. A mi hermana Helen por su bondad y carisma, que han sido un bálsamo en momentos de incertidumbre. Su apoyo incondicional me ha dado fuerzas para enfrentar los desafíos que la vida me ha presentado.

Tener a estas personas en mi vida ha sido un regalo invaluable, y estoy profundamente agradecido por contar con su amor y apoyo en cada paso de mi camino.

Luis Héctor Cahuasquí

AGRADECIMIENTO

Quiero agradecer a Dios por haberme dado la salud, la paciencia y las ganas de vivir, estudiar y superarme cada día. Su guía y fortaleza han sido fundamentales en mi camino hacia un mejor futuro y en el deseo de ser un ejemplo para las generaciones venideras.

Así mismo, quiero expresar mi profundo agradecimiento a mis padres. Su constante apoyo, consejos y sacrificio han sido el motor que me ha impulsado a alcanzar todas las metas que me he propuesto.

Agradezco profundamente a la Universidad Técnica del Norte por brindarme una formación íntegra personal y profesional, así puedo con satisfacción considerarla como mi segundo hogar. Especialmente, quiero expresar mi gratitud a los profesores de la carrera de Ingeniería Automotriz, destacando al Ingeniero Víctor Montenegro, MSc., quien ha sido el director de mi tesis, y al Doctor Fernando Ramírez, PhD., por su importante contribución en este trabajo de grado. Su apoyo y orientación ha sido fundamental para mi crecimiento académico y ha impulsado el desarrollo de mi proyecto. Estoy sumamente agradecido por la oportunidad de aprender de ellos y por el impacto positivo que han tenido en mi camino hacia el éxito.

Luis Héctor Cahuasquí

ÍNDICE DE CONTENIDO

	PÁGINA
RESUMEN	XVI
ABSTRACT	XVIII
INTRODUCCIÓN	XIX
CAPÍTULO I	1
1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA	1
1.1 Antecedentes	1
1.2 Situación actual	2
1.3 Prospectiva	3
1.4 Planteamiento del problema	3
1.5 Objetivos	5
1.5.1 Objetivo general	5
1.5.2 Objetivo específico	5
1.6 Alcance	5
1.7 Justificación	6
CAPÍTULO II	8
2. MARCO TEÓRICO	8
2.1 Metalurgia aplicada a la ingeniería automotriz	8
2.2 Metalurgia del hierro	8
2.2.1 Diagrama de fase del hierro – carbono	9
2.2.2 Clasificación de las aleaciones metálicas ferrosas	10
2.2.3 Tipos de fundiciones de hierro colado	11
2.2.4 Aceros al carbono	16
2.2.5 Aleaciones	17
2.3 Proceso de fundiciones de hierro	18
2.3.1 Fundición en alto horno	18
2.3.2 Etapas de fundición en alto horno	19
2.4 Materiales compuestos	23
2.4.1 Clasificación de los materiales compuestos	24
2.4.2 Composición de un material compuesto	25

2.5	Matrices y refuerzos	26
2.5.1	Matrices metálicas	27
2.5.2	Clasificación de los materiales compuestos según la matriz	28
2.5.3	Tipos de refuerzos	28
2.6	Evolución de las partículas a escala nanométrica	30
2.6.1	Aplicaciones de la nanotecnología en el campo automotriz	31
2.7	Nanopartículas	33
2.8	Características y propiedades	33
2.9	Tipos de nanopartículas	34
2.10	Nanopartículas de carbono (ntc's)	35
2.10.1	Tipos de nanopartículas de carbono	36
2.11	Procesos de síntesis de los nanotubos de carbono (ntc's)	38
2.11.1	Deposición química en fase vapor (cvd)	40
2.12	Compuestos de matriz metálica con partículas	40
2.13	Ensayos destructivos y evaluación de las propiedades mecánicas y químicas	41
2.13.1	Espectrometría de emisión por chispa	41
2.13.2	Ensayo de tracción	42
2.13.3	Ensayo de dureza	43
2.13.4	Difracción de rayos x	44
2.13.5	Microscopia electrónica de barrido meb	46
CAPÍTULO III		48
3.	METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN	48
3.1	Enfoque investigativo	48
3.1.1	Tipos de investigación	48
3.1.2	Población y muestra	49
3.1.3	Operación de variables	50
3.1.4	Recolección de información	51
3.1.5	Procesamiento y análisis	52
3.2	Procedimiento	54
3.2.1	Procesos de obtención del material base y material particulado	54
3.2.2	Cálculo de la masa en (gr) del material particulado	55
3.2.3	Condiciones de las probetas	59

3.2.4	Fabricación de las probetas	64
CAPÍTULO IV		70
4.	ANÁLISIS DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN	70
4.1	Recolección de datos	70
4.1.1	Fichas de reporte de ensayos destructivos mecánicos	71
4.2	Discusión de resultados	86
4.2.1	Ensayo destructivo y metalúrgico	87
CAPÍTULO V		94
5.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	94
5.1	Conclusiones	94
5.2	Recomendaciones y trabajos futuros	95
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS		97
ANEXOS		100

ÍNDICE DE TABLAS

	PÁGINA
Tabla 2.1 Propiedades según la ASTM A48 para las clases de fundiciones grises	13
Tabla 2.2 Propiedades según la SAE J431 para los grados de fundiciones grises.	14
Tabla 2.3 Propiedades de materiales compuestos con base en diferentes sectores de aplicación	24
Tabla 2.4 Cronología de la nanotecnología.	31
Tabla 3.1 Propiedades del material particulado	49
Tabla 3.2 Propiedades mecánicas de la matriz metálica	50
Tabla 3.3 Variable independiente	50
Tabla 3.4 Variable dependiente	51
Tabla 3.5 Composición de probetas para ensayos mecánicos destructivos y metalúrgicos	59
Tabla 3.6 Cuadro resumen del total de gramos utilizados para cada configuración	63
Tabla 4.1 Configuración y estratificación del material	70
Tabla 4.2 Resultado de ensayo de tracción grupo 1	71
Tabla 4.3 Resultado de ensayo de tracción grupo 2	72
Tabla 4.4 Resultado de ensayo de tracción grupo 3	74
Tabla 4.5 Resultado de ensayo de dureza material base	76
Tabla 4.6 Resultado de ensayo de dureza primera configuración	78
Tabla 4.7 Resultado de ensayo de dureza segunda configuración	79
Tabla 4.7 Composición química de las muestras	81
Tabla 4.8 Detalles de las fases cristalinas de la muestra	84
Tabla 4.9 Parámetros de ensayo microscopia MEB	84
Tabla 4.10 Datos estadísticos de la resistencia a la tracción de las dos configuraciones	89
Tabla 4.11 Datos estadísticos del mapeo de dureza de las dos configuraciones	91

ÍNDICE DE FIGURAS

	PÁGINA
Figura 1.1 Publicaciones de PMCs, MMCs y CMCs desde 1997 hasta junio del 2020	4
Figura 2.2 Diagrama teórico de las fases Hierro-Carbono	9
Figura 2.3 Clasificación de las aleaciones metálicas	11
Figura 2.4 Microestructura del hierro gris (ferrita y perlita)	12
Figura 2.5 Comparación de la capacidad relativa de amortiguamiento vibracional de a) acero b) fundición gris	13
Figura 2.6 Microestructura de la fundición blanca	14
Figura 2.7 Microestructura de la fundición nodular ferrítico perlítica	15
Figura 2.8 Microestructura de la fundición maleable	16
Figura 2.9 Alto horno capacidad de 250 kg	18
Figura 2.10 Coque metalúrgico	19
Figura 2.11 Moldeo en base de madera	20
Figura 2.12 Molde de las muestras fundidas	21
Figura 2.13 Temperaturas aproximadas del alto horno	22
Figura 2.14 Proyecto de vehículo de nano celulosa - Tokyo motor show 2019	23
Figura 2.15 Clasificación de los materiales compuestos según el tipo de esfuerzo	24
Figura 2.16 Evolución en el consumo mundial de algunos materiales	25
Figura 2.17 Configuración básica de un material compuesto	26
Figura 2.18 Clasificación de materiales compuestos según el tipo matriz	28
Figura 2.19 Matriz reforzada con material particulado	29
Figura 2.20 Estructura material compuesto vs material compuesto tipo sándwich	30
Figura 2.21 Nanotecnología en el campo automotriz	32
Figura 2.22 Consumo global de nanomateriales en millones de dólares durante los años 2004 al 2010	35
Figura 2.23 Nanotubos de carbono a) monocapa y b) multicapa	36
Figura 2.24 Nanotubos de carbono de pared múltiple	37
Figura 2.25 Nanotubos de carbono: zig-zag, chiral y armchair	38
Figura 2.26 Fullerenos	38
Figura 2.27 Esquema representativo de los enfoques top-down y bottom-up	39
Figura 2.28 Clasificación métodos de obtención de nanopartículas enfoque bottom-up	39
Figura 2.29 Fuente de chispa	42

Figura 2.30 Espectrómetro de Chispa marca BRUKER modelo Q4TASMAN	42
Figura 2.31 Montaje de la muestra M23.054.01 en la maquina universal de ensayos	43
Figura 3.1 Diagrama de flujo etapa 1	53
Figura 3.2 Diagrama de flujo etapa 2	54
Figura 3.3 Dimensiones muestra sin mecanizar para ensayos de tracción en (mm)	56
Figura 3.4 Dimensiones probeta para ensayos metalográficos bajo norma ASTM en (mm)	57
Figura 3.5 Dimensiones probeta para análisis XRD	58
Figura 3.6 Dimensiones probeta para análisis MEB	58
Figura 3.7 Moldes para ensayos de tracción según la norma ASTM A48	65
Figura 3.8 Moldes para ensayos metalúrgicos y cristalográficos bajo normativa ASTM	65
Figura 3.9 Arena sílica para moldeo	65
Figura 3.10 Triturador de rodillos	66
Figura 3.11 Orificios de liberación de presión (pequeños), orificios para verter el material fundido (grandes)	66
Figura 3.12 Secado mediante quemador con gas licuado de petróleo (GLP)	67
Figura 3.13 Alto horno de fundición continua	67
Figura 3.14 Fundición de MWCNT's con ASTM A48 clase 20	68
Figura 3.15 Torno paralelo de banco	68
Figura 3.16 Probetas de tracción mecanizadas bajo norma ASTM A48/A48M	69
Figura 3.17 Probetas para ensayos metalúrgicos bajo norma ASTM E3-95	69
Figura 4.1 Esfuerzo máximo probetas a tracción grupo 1	72
Figura 4.2 Esfuerzo máximo probetas a tracción grupo 2	74
Figura 4.3 Esfuerzo máximo probetas a tracción grupo 3	75
Figura 4.4 Escalas transversales	76
Figura 4.5 Resultado mapeo de durezas material base	77
Figura 4.6 Resultado mapeo de durezas material primera configuración	79
Figura 4.7 Resultado mapeo de durezas material segunda configuración	81
Figura 4.8 Difractograma de las muestras de matriz metálica	82
Figura 4.9 Difractograma cualitativo de las muestras de matriz metálica	83
Figura 4.10 Comparación difractograma de las muestras de matriz metálica	83
Figura 4.11 Micrografía del material base a 1000x y 5000x respectivamente	85
Figura 4.12 Micrografía configuración 1 a 1000x y 5000x respectivamente	85
Figura 4.13 Micrografía configuración 2 a 1000x y 5000x respectivamente	85

Figura 4.14 Comparación resistencia a tracción de los 3 grupos	87
Figura 4.15 Esfuerzo máximo vs fuerza máxima a tracción de las dos configuraciones	88
Figura 4.16 Comparación escala Rockwell HRBW	90
Figura 4.17 Comparación escala Rockwell HRBW	91
Figura 4.18 Diagrama de caja y bigote de la comparación del ensayo mapeo de dureza	92

ÍNDICE DE ECUACIONES

	PÁGINA
[2.1] Ecuación de la Ley de Brag	45
[3.1] Ecuación para el cálculo del volumen total	60

ÍNDICE DE ANEXOS

	PÁGINA
ANEXO I	
Norma ASTM A48/A48M para ensayos de tracción de fundición gris	100
ANEXO II	
Norma ASTM E3-95 para preparación de probetas para ensayos metalúrgicos de dureza y composición química	106
ANEXO III	
Norma ASTM E18-15 para ensayos de dureza materiales metálicos	114
ANEXO IV	
Resultado del ensayo destructivo de tracción	152
ANEXO V	
Resultado del ensayo metalográfico de mapeo de durezas	158
ANEXO VI	
Resultado del ensayo de espectrometría de emisión por chispa	162
ANEXO VII	
Resultado del ensayo de microscopia SEM y XRD	165

RESUMEN

El proyecto actual titulado "Estudio de las propiedades mecánicas en fundición de hierro gris con nanotubos de carbono pared" se centra en un área de estudio que abarca tanto aspectos teóricos como experimentales en el campo de los materiales compuestos. Para comenzar, se llevó a cabo una investigación bibliográfica donde se describieron las propiedades físico-químicas y mecánicas tanto de la matriz como de las nanopartículas de manera independiente.

En la siguiente etapa, se procedió a fabricar probetas del material compuesto que consistían en una matriz de hierro gris ASTM A48 clase 20 con la adición de nanotubos de carbono de pared múltiple (MWCNT's). Se aplicó el método de fundición en alto horno con el propósito de garantizar una adecuada adhesión entre la matriz y la intercara de los nanotubos de carbono, evitando la presencia de aire en el interior del material compuesto. Esta precaución fue crucial para evitar la obtención de resultados erróneos durante los ensayos destructivos, ya que la finalidad principal era lograr una completa caracterización mecánica y estructural de cada una de las configuraciones del material compuesto. Estas probetas se sometieron a ensayos destructivos de tracción y ensayos metalúrgicos de composición química y dureza, siguiendo las normativas estándar de ASTM específicas para cada tipo de ensayo y aplicables a materiales compuestos. Además, se consideraron configuraciones específicas en la estratificación volumétrica que se utilizaron en cada caso.

Además, en esta investigación se incluyó un análisis mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y difracción de rayos X (XRD) de las muestras. Estos análisis tuvieron como objetivo realizar un estudio más detallado del comportamiento de las nanopartículas, identificar los diferentes tipos de fallas presentes en el material compuesto y evaluar la adherencia de la matriz metálica con los nanotubos de carbono. Estos métodos de análisis permitieron obtener información más exhaustiva y precisa sobre la microestructura y las propiedades de los materiales compuestos estudiados.

Al concluir la investigación, se procedió a interpretar los datos obtenidos y se realizó una comparación entre las dos configuraciones del material compuesto y el material base. Este análisis permitió determinar cuál de los materiales compuestos presentó las mejores características mecánicas y mejor relación entre la matriz y el refuerzo. La finalidad de esta comparación fue identificar la combinación óptima que ofreciera un rendimiento mecánico

sobresaliente en el material compuesto, lo que a su vez brinda una mayor comprensión y aplicación de estos materiales en diversos campos y aplicaciones industriales.

Palabras Clave: Tracción, Dureza, Metalografía, Nanotubos de Carbono, Fundición Gris.

ABSTRACT

The current project, titled "Study of Mechanical Properties in Gray Iron Casting with Multi Walled Carbon Nanotubes," is focused on a research area that encompasses both theoretical and experimental aspects in the field of composite materials. To begin with, a literature review was conducted, describing the physicochemical and mechanical properties of both the matrix and the nanoparticles independently.

In the subsequent stage, samples of the composite material were manufactured, consisting of a matrix of ASTM A48 Class 20 gray iron with the addition of multi-walled carbon nanotubes (MWCNT's). The blast furnace casting method was employed to ensure proper adhesion between the matrix and the interface of the carbon nanotubes, thus preventing the presence of air inside the composite material. This precaution was crucial to avoid obtaining erroneous results during the destructive tests, as the primary goal was to achieve a comprehensive mechanical and structural characterization of each of the configurations of the composite material. These samples underwent destructive tensile tests and metallurgical tests for chemical composition and hardness, following specific ASTM standard regulations for each type of test applicable to composite materials. Additionally, specific configurations in volumetric stratification were considered for each case.

Moreover, this research included an analysis using scanning electron microscopy (SEM) and X-ray diffraction (XRD) of the samples. The aim of these analyses was to conduct a more detailed study of the behavior of the nanoparticles, identify the various types of flaws present in the composite material, and evaluate the adherence of the metallic matrix with the carbon nanotubes. These analytical methods allowed for obtaining more comprehensive and precise information regarding the microstructure and properties of the studied composite materials.

Upon concluding the research, the obtained data was interpreted, and a comparison was made between the two configurations of the composite material and the base material. This analysis enabled the determination of which of the composite materials exhibited the best mechanical characteristics and a superior relationship between the matrix and the reinforcement. The purpose of this comparison was to identify the optimal combination that provided outstanding mechanical performance in the composite material, thereby offering a greater understanding and application of these materials in various fields and industrial applications.

Keywords: Tensile, Hardness, Metallography, Carbon Nanotubes, Gray Iron.

INTRODUCCIÓN

Desde los orígenes el hombre ha llevado una rutina de innovación gracias al ingenio que lo caracteriza. Según algunos antropólogos el hombre existe desde hace 100 000 años aproximadamente, desde entonces ha venido descubriendo muchos fenómenos físicos, materiales, alimentos, etc. consiguiendo descubrir el fuego y desarrollando todo lo que conocemos hoy en día (Cárdenas, 2018). Por otra parte, el perfeccionamiento de materiales es consecuencia evidente del ingenio del hombre, de tal forma que resulta inevitable admitir que los materiales son imprescindibles para realizar alguna actividad cotidiana e incluso a veces se nos pasa por alto la importancia que tienen la ciencia de los materiales en el desarrollo de la humanidad (Callister, 2009).

En las últimas décadas, la nanotecnología ha emergido como un campo científico y tecnológico de gran relevancia, con un impacto significativo en diversas áreas de la ciencia de materiales e ingeniería. Entre los materiales nanoestructurados más destacados se encuentran los nanotubos de carbono (CNT), una forma única y excepcionalmente versátil del carbono. En particular, los nanotubos de carbono de pared múltiple (MWCNT's) han sido de objeto de estudio exhaustivo debido a sus notables características estructurales y propiedades excepcionales.

La fundición de hierro gris, es una aleación de hierro que contiene grafito en forma de láminas, es ampliamente utilizada en diversas aplicaciones industriales debido a su capacidad de disipar calor y su resistencia mecánica. Engranajes grandes, estructuras de máquinas, soportes, piezas de varillaje, y otras piezas importantes de la máquina están hechas de fundición hierro. Los diversos tipos de grados disponibles abarcan amplios rangos de resistencia, ductilidad, maquinabilidad, resistencia al desgaste, y costo. Estas características son atractivas en muchas aplicaciones (Mott, Vavrek, y Wang, 2018, pág. 52).

Además de investigaciones en el desarrollo de Matrices Metálicas de Nanotubos de Carbono o (MMCN's por sus siglas en inglés) se han enfocado en metales como el Aluminio, Cobre, Níquel, Titanio, Magnesio entre otros se han propuesto utilizarse en la industria automotriz en la elaboración de catalizadores, materiales de alta conductividad, transistores de campo, sensores químicos o en refuerzo de materiales de baja densidad (Nieto et al. 2021)

Sin embargo, existen desafíos inherentes a este material en términos de resistencia mecánica, conductividad térmica y otras propiedades fundamentales. En este contexto, la

incorporación de nanotubos de carbono de pared múltiple en la matriz de la fundición de hierro gris ofrece un potencial intrigante para mejorar sus propiedades y, por lo tanto, expandir su aplicabilidad en una variedad de aplicaciones industriales.

El uso de nanomateriales en la industria automotriz es un campo de investigación y desarrollo relativamente reciente. Aunque la nanociencia y la nanotecnología han existido como campos de estudio desde la década de 1950, la aplicación de nanomateriales en la industria automotriz comenzó a ganar impulso en las últimas décadas, especialmente a partir de los años 2000 (Dávila, Rosas, y Cedeño, 2011).

En este contexto, el presente trabajo de tesis tiene como objetivo explorar en detalle la incorporación de nanotubos de carbono de pared múltiple en la fundición de hierro gris, examinando sus efectos y sus cambios estructurales a escala nanométrica mediante ensayos mecánicos y metalúrgicos.

A través de este estudio, se pretende avanzar en la comprensión de las interacciones entre los nanotubos de carbono y la matriz de fundición de hierro gris, con el fin de optimizar el proceso de incorporación y maximizar las mejoras en las propiedades del material. Este enfoque es fundamental en la búsqueda de soluciones innovadoras que contribuyan al desarrollo de materiales más resistentes y eficientes, lo que tiene un impacto directo en diversas aplicaciones industriales y tecnológicas.

CAPÍTULO I

1. REVISIÓN BIBLIOGRÁFICA

1.1 ANTECEDENTES

Los materiales metálicos han adquirido una enorme importancia en el desarrollo industrial y tecnológico. Estos materiales, como el acero, aluminio, magnesio, zinc, hierro fundido, titanio, cobre, níquel, entre otros, presentan una estructura cristalina con una disposición ordenada de átomos. Además, poseen propiedades deseables como buena conductividad térmica y eléctrica, alta resistencia mecánica, rigidez elevada, ductilidad o conformabilidad, y resistencia al impacto (Gómez, 2010).

El amplio abanico de materiales metálicos disponibles abre diversas posibilidades para desarrollar nuevas aleaciones y, por ende, nuevos materiales metálicos. Al investigar nuevas aleaciones, se pueden manipular dos variables importantes: la composición y la microestructura. Estos parámetros permiten modificar las propiedades de la aleación resultante durante el proceso de producción (Dávila et al., 2011).

Más adelante con el descubrimiento de los nanotubos de carbono y sus propiedades únicas, como alta conductividad térmica, resistencia mecánica y conductividad eléctrica, han sido aplicadas con éxito en el campo farmacéutico, cosmético y área electrónica. Han sido utilizados como tintas para electrónica impresa, en fotodetectores, inversores lógicos, células solares y en electrónica de alta frecuencia 5G. También se han empleado en la síntesis de materiales, como dispositivos flexibles de almacenamiento de energía y en aplicaciones de aprendizaje automático para el descubrimiento de nuevos materiales (Moore, 2022).

En el ámbito de ciencia de materiales, la incorporación de nanopartículas inorgánicas en materiales convencionales ha permitido obtener materiales con mejores propiedades mecánicas, estructurales y funcionales. Estos nuevos materiales encuentran aplicaciones en diversos campos, como aeronáutica, industria automotriz, construcción, fabricación de bienes de consumo, electrónica, industria textil, entre otros (Rivas, Cosme, y Ganzer, 2007).

El uso de nanopartículas de óxidos metálicos como rellenos en matrices poliméricas ha conducido al desarrollo de materiales no metálicos livianos y resistentes, capaces de reemplazar a los materiales tradicionales utilizados en la fabricación de componentes tanto

para aviones como para automóviles. Estos nuevos materiales presentan ventajas como estabilidad química, resistencia al fuego, reducción de peso, ahorro en costes de manufactura y mayor vida útil de las piezas (Dávila et al., 2011).

Además, las nanopartículas se aplican en la fabricación de diversos artículos de consumo, como recubrimientos antirreflejo, celdas solares, materiales termoeléctricos, transductores acústicos, transistores, nanopigmentos, cables ignífugos, tejidos inteligentes, superficies hidrofóbicas, tintas magnéticas, artículos deportivos, entre otros (Olivas y Sámano, 2020).

Es importante mencionar que la nanociencia y la nanotecnología se encuentran en una fase temprana de desarrollo, por lo que aún no se conocen completamente sus alcances y limitaciones. Sin embargo, se espera que sus aplicaciones puedan contribuir en la solución de problemas graves que afectan a gran parte de la población mundial, como enfermedades, contaminación ambiental y desafíos energéticos.

1.2 SITUACIÓN ACTUAL

En los últimos años, los avances científicos y tecnológicos han permitido crear y modificar una amplia variedad de materiales en donde se hace uso de nanopartículas y se originan materiales que se utilizan en la nanotecnología ya que poseen propiedades eléctricas, químicas o mecánicas superiores a los materiales convencionales (AzoNano, 2013). En el caso de los materiales y estructuras de escala nanométrica, el tamaño da lugar a que los fenómenos cuánticos no sólo se manifiesten, sino que se vuelvan decisivos, y conduzcan a un comportamiento completamente distinto al que se observa en los materiales volumétricos.

Según Maubert en 1991 el científico Sumio Iijima descubrió la forma de los nanotubos de carbono. Fue el quien pudo observar por primera vez la existencia de moléculas tubulares en el hollín formado a partir de las descargas de arco eléctrico, empleando grafito. Hoy en día permiten fabricar microcontroladores y materiales muy resistentes como la fibra de carbono (Maubert et al., 2009).

El uso comercial de nanomateriales en la industria automotriz se ha ido incrementando en los últimos años a medida que la tecnología ha avanzado y se ha demostrado su potencial para mejorar las propiedades y el rendimiento de los vehículos. Por ejemplo, el uso de nanocompuestos poliméricos en piezas plásticas y recubrimientos de vehículos para mejorar

su resistencia y rigidez, o el uso de nanopartículas en catalizadores para reducir las emisiones contaminantes.

Es importante destacar que el uso de nanotubos de carbono en la industria automotriz aún está en una etapa de investigación y desarrollo, y su implementación a gran escala en la producción de vehículos aún enfrenta desafíos técnicos, económicos y de regulación. Sin embargo, se espera que los nanotubos de carbono y otros nanomateriales sigan siendo objeto de estudio y aplicación en la industria automotriz en el futuro, con el potencial de ofrecer mejoras significativas en términos de rendimiento, eficiencia y sostenibilidad de los vehículos.

1.3 PROSPECTIVA

El desarrollo científico y tecnológico ha promovido y a la vez se ha beneficiado del continuo avance de lo que hoy se conoce como la ciencia e ingeniería de materiales. La conceptualización del uso de los materiales ha pasado de un procesamiento básico de materias primas disponibles en la naturaleza hacia la formulación de materiales con propiedades a la medida, que se obtienen y caracterizan con la ayuda de tecnologías muy sofisticadas de adición de nanopartículas a materiales convencionales para fortalecer sus propiedades químicas y físicas basadas en sus nuevas estructuras (Callister, 2009).

En este contexto, el presente trabajo representa un aporte para aquellos interesados en el desarrollo, caracterización, evaluación y uso de este material en el área de diseño mecánico y simulación en software computacional, en los cuales permiten ingresar nuevos materiales para realizar simulaciones estáticas y dinámicas de elementos sólidos. Con esta finalidad se presentan algunos de los conceptos y ensayos más importantes relacionados con las propiedades mecánicas necesarias para estos análisis, el comportamiento y las futuras aplicaciones que puede tener este nuevo material desarrollado.

1.4 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La industria metalúrgica ha investigado diferentes aleaciones de metales y estructuración de nuevos materiales poliméricos, metálicos y cerámicos, obteniendo grandes resultados en aspectos de conductividad, resistividad a la corrosión, fatiga y a la temperatura (Callister, 2009). Estos materiales han aportado al desarrollo de automóviles con mejor eficiencia energética, resistividad a la corrosión y mayor capacidad de carga.

Todo esto ha permitido el desarrollo de la industria automotriz y otras áreas científicas como la aeronáutica, exploración espacial e inclusive se ha aportado al desarrollo de una tecnología más amigable con el ambiente, pero la adición de nanopartículas a polímeros y metales es una ciencia que se está estudiando recientemente y está en constante investigación y desarrollo.

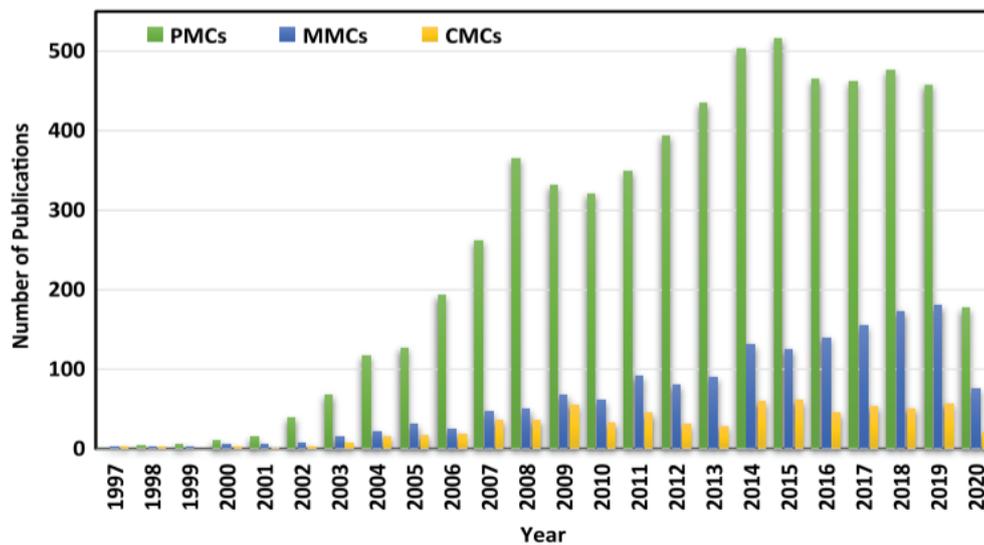


Figura 1.1 Publicaciones de PMCs, MMCs y CMCs desde 1997 hasta junio del 2020

Fuente: (Nieto et al. 2021, pág. 7)

Por otro lado, el estudio de las nanopartículas de carbono es aún más reciente y eso permite la existencia de grandes interrogantes de la composición de estos materiales de matriz polimérica, metálica y cerámica. Es por eso que este proyecto de investigación se centra en analizar y discutir ciertos fenómenos físicos y químicos que se encuentren a medida que se desarrolle el estudio de la adición de nanotubos de carbono de pared múltiple (MWCNT's) en hierro fundido ASTM A48 clase 20, mediante fundición en alto horno.

Es necesario recalcar la importancia de estos nanomateriales ya que permiten la innovación de tecnología más eficiente en el área automotriz, es por eso que se plantea investigar más afondo el comportamiento de estos nanomateriales sintéticos y sus cambios físicos en su microestructura con un análisis de espectrometría de chispa, microscopia electrónica de barrido (MEB), difracción de rayos X y ensayos mecánicos destructivos de tracción y dureza.

1.5 OBJETIVOS

1.5.1 OBJETIVO GENERAL

Estudiar las propiedades mecánicas, estructurales y químicas de hierro fundido ASTM-A48 clase 20 con la adición de nanotubos de carbono multicapa (MWCNT's) con 90 % de pureza, por medio de fundición en alto horno, realización de ensayos destructivos y microscopia electrónica que permitan determinar cambios existentes en las propiedades mecánicas y microestructurales del material.

1.5.2 OBJETIVO ESPECÍFICO

- Añadir nanotubos de carbono de pared múltiple (MWCNT's) mediante fundición continua en alto horno para garantizar la adherencia de las nanopartículas en una matriz metálica.
- Analizar el comportamiento de las propiedades mecánicas de la matriz metálica con nanotubos de carbono multicapa, a través de la realización de ensayos destructivos de tracción y dureza.
- Examinar la microestructura de los cristales formados en el material compuesto de matriz metálica, empleando el análisis de microscopia electrónico de barrido (SEM, por Scanning Electron Microscopy) con el fin de estudiar el comportamiento de la fundición.
- Determinar la composición química del material con la realización del análisis de espectrometría de chispa utilizando el espectrómetro de chispa marca BRUKER modelo Q4TASMAN.
- Comparar los resultados de los ensayos metalográficos y mecánicos destructivos mediante un análisis estadístico con el fin de registrar los cambios obtenidos de las muestras sometidas a estudio.

1.6 ALCANCE

La nanotecnología explota propiedades, fenómenos, procesos y funcionalidades que surgen asociadas con la escala nanométrica, que se desconocen a simple vista pero que se fundamenta en las leyes de la física cuántica. Esto permite perseguir el desarrollo de diferentes tipos de aplicaciones, tales como: catalizadores de alta reactividad que permiten una mejor fusión de materiales metálicos, aislantes mejorados a base de polímeros, además

de disminuir el tamaño de los circuitos electrónicos, eliminación de contaminantes como es el caso de los catalizadores automotrices, bujías trabajadas a nivel nanométrico para mejorar la ignición del combustible, entre otros (Dávila et al., 2011).

Es así que, con la adición de nanotubos de carbono de pared múltiple (MWCNT's) en el hierro gris ASTM A48 clase 20 se pretende estudiar el comportamiento de las nanopartículas y verificar si existe mejoras en las propiedades mecánicas o microestructuras diferentes al hierro fundido base, es por eso que, en este documento se va a analizar las propiedades mecánicas del hierro fundido que se obtuvo añadiendo nanotubos de carbono mediante fundición a alto horno. Además, se quiere realizar análisis de composición química, ensayos mecánicos destructivos para obtener datos de la fundición de su microestructura formada considerando la adición de 0,5 % y 1 % en masa de nanotubos de carbono de pared múltiple al hierro gris estandarizado con la norma ASTM A48.

Además, el análisis de Difracción de Rayos X que se realizará al metal permitirá determinar la composición cristalográfica de los estados de fase del Hierro-Carbono. Esta técnica se basa en la medición de la cantidad de elementos químicos presentes en una muestra metálica conductora mediante la interacción de la muestra con electrorradiación magnética, como la radiación ultravioleta. Esta técnica permite la identificación y cuantificación de los elementos presentes en los metales con alta precisión y sensibilidad (Dávila et al., 2011).

Finalmente, la espectrometría de emisión chispa es un proceso que nos permite analizar simultáneamente muchos elementos químicos de aleaciones, incluyendo elementos ligeros como C, S, B y P (Harvey, 2000). Por lo tanto, se considera una herramienta esencial en la industria metalúrgica, ya que permite el control de calidad de los materiales utilizados en la producción de aceros, fundiciones, aleaciones, etc. y asegurar el cumplimiento de las especificaciones de los materiales utilizados en diversas aplicaciones, como la construcción, industria automotriz, aeroespacial, petroquímica, entre otras.

1.7 JUSTIFICACIÓN

A nivel mundial existe una gran variedad de materiales compuestos en el área metalúrgica que se utilizan en muchas áreas industriales. En el campo automotriz la necesidad de satisfacer la resistencia de los componentes del motor es muy alta, puesto que estos se someten a elevadas temperaturas, fricción y presiones que deterioran el material con el paso del tiempo (Bosch, 2022).

A mediada que la humanidad avanza con investigaciones en otras áreas científicas, también se han enfocado en la investigación de nanotecnología, pues los elementos estudiados se comportan de una manera más extravagante y obtenido grandes resultados en la aplicación de muchas ramas industriales (Rivas, Cosme, y Ganzer, 2007).

Sin embargo, aún existe gran parte de elementos que no se ha investigado a nivel nanométrico, especialmente las aleaciones con nanotubos de carbono (NTC's) esto debido a que estos elementos fueron recientemente descubiertos y están en constante investigación ya que prometen mayor eficiencia en el desarrollo de tecnología más sofisticada (Dávila et al., 2011).

En el Ecuador existe un bajo nivel de investigación científica en la metalurgia a escala nanométrica, es por eso que este proyecto de investigación plantea analizar la nanoestructura de la función de hierro gris ASTM A48 clase 20 con un contenido de carbono $\geq 3,5$ % y silicio $\geq 2\%$ con nanotubos de carbono de pared múltiple (MWCNT's) para verificar que configuración presenta mejoras en las propiedades mecánicas.

Ecuador se destaca como uno de los países que está dando pasos iniciales en el ámbito del cuidado del medio ambiente. Esto se refleja en los objetivos 11 y 12 del eje de transición ecológica del plan nacional de desarrollo "Plan Nacional de Creación de Oportunidades 2021 - 2025", donde se centra en garantizar los derechos de la naturaleza tanto para las generaciones actuales como futuras. Además, hace hincapié en la promoción de buenas prácticas que contribuyan a la reducción de la contaminación, la conservación, la mitigación y la adaptación a los efectos del cambio climático, y además se busca impulsar estas prácticas a nivel global (Consejo nacional de planificación 2021).

Con esto se pretende contribuir al desarrollo de la investigación nanotecnológica en el Ecuador, con el fin de incentivar a las nuevas generaciones a trabajar en esta rama de la ciencia que trae consigo un gran impacto económico, social y/o ambiental en la industria automotriz y otras ramas de la ingeniería.

CAPÍTULO II

En este capítulo se detalla conceptos sintetizados y necesarios basados en una alta revisión bibliográfica de libros, artículos científicos, revistas y páginas web que facilita la comprensión del proyecto de investigación.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 METALURGIA APLICADA A LA INGENIERÍA AUTOMOTRIZ

Los metales existen desde hace 3000 a. C. desde entonces existe una extensa cantidad de aleaciones que ha venido experimentando el hombre. Esto conlleva a generar una de las ramas más antiguas de la ciencia, la metalurgia según (López, 2007), “es la ciencia y la tecnología de la extracción de metales de sus fuentes naturales y de su preparación para usos prácticos”. Es decir que conlleva un proceso de manipulación y dosificación de materiales pesados que se combinan para obtener materiales híbridos con mejores características químicas, físicas y/o eléctricas.

La metalurgia juega un papel importante en la industria automotriz, ya que los materiales utilizados en la fabricación de vehículos deben cumplir con altos estándares de rendimiento, seguridad y eficiencia. Los procesos metalúrgicos se utilizan para la producción y procesamiento de diversos materiales utilizados en la fabricación de componentes automotrices, tales como aceros, aluminio, magnesio, cobre y otros materiales.

La metalurgia en la rama automotriz es una materia multidisciplinaria que involucra la ciencia de los materiales, la ingeniería de procesos, la química y otras disciplinas relacionadas. La investigación y desarrollo continuo en este campo contribuye a la mejora constante de los materiales y procesos utilizados en la fabricación de vehículos, lo que resulta en vehículos más seguros, eficientes y sostenibles (Olivas y Sámano, 2020).

2.2 METALURGIA DEL HIERRO

El hierro es ampliamente utilizado en la industria automotriz debido a su disponibilidad, costo relativamente bajo y propiedades mecánicas adecuadas para diversas aplicaciones. Es el metal de transición más abundante en la corteza terrestre, y cuarto de todos los elementos (López, 2007). Además, abunda en todo el universo, habiéndose encontrado meteoritos en la superficie terrestre que lo contienen.

Es común que se encuentre formando parte de numerosos minerales, entre los que destacan: la hematita (Fe_2O_3), la magnetita (Fe_3O_4), la limonita ($\text{FeO}(\text{OH})$), la siderita (FeCO_3), la pirita (FeS_2), la ilmenita (FeTiO_3), etcétera (Natera, Caña, y Pereira, 2017).

2.2.1 DIAGRAMA DE FASE DEL HIERRO – CARBONO

La solubilidad del carbono en el hierro bajo la forma cristalina cúbica de cuerpo centrado es menor que el 0,02%, mientras que en el hierro bajo la forma cristalina cúbica de caras centradas es hasta el 2%. Se distinguen tres grupos de aceros al carbono: eutectoides, que contienen cerca de un 0,8% de C, cuya estructura está constituida únicamente por perlita; hipoeutectoides, que contienen menos del 0,8% de C, con estructura formada por ferrita y perlita; e hipereutectoides, que contienen del 0,8 al 2% de C y cuya estructura consta de perlita y cementita (López, 2007).

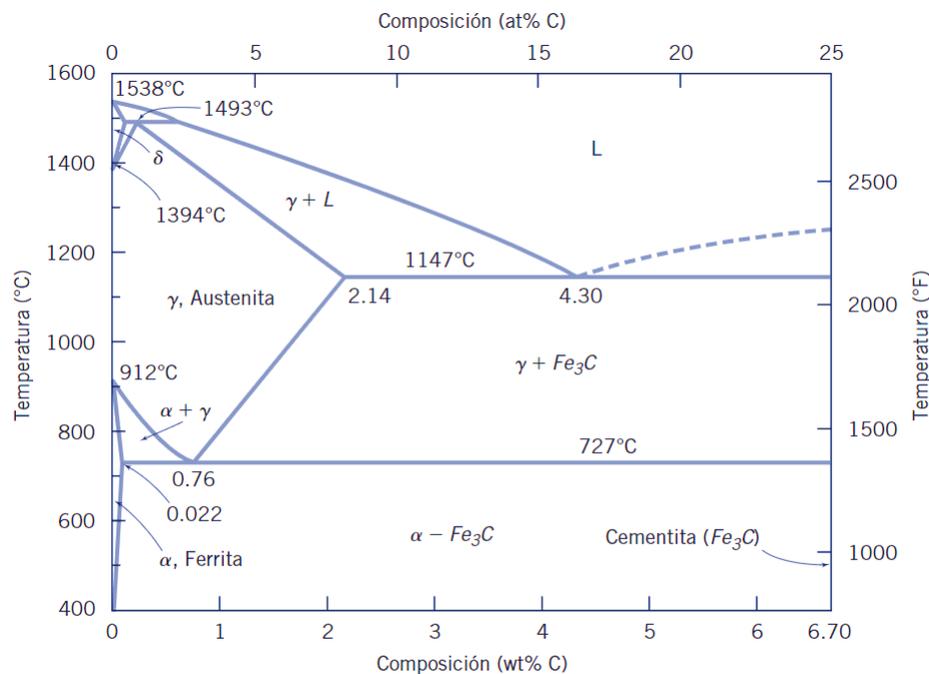


Figura 2.2 Diagrama teórico de las fases Hierro-Carbono

Fuente: (Newell, 2010, pág. 120)

El diagrama de fase hierro - carbono posee una representación gráfica de las diferentes fases o estructuras que pueden formarse en una aleación de hierro y carbono en función de la temperatura y el contenido de carbono. Este diagrama es de gran importancia en la metalurgia y la ciencia de los materiales, ya que proporciona información valiosa sobre las transformaciones de fase que ocurren durante el enfriamiento o calentamiento de una aleación de hierro y carbono.

Este diagrama muestra que, a temperatura ambiente, el hierro puro tiene una estructura cristalina conocida como ferrita, que es suave y dúctil. A medida que se aumenta el contenido de carbono en la aleación, se forman otras fases como perlita, cementita y austenita, en función de la temperatura y la composición de la aleación. Estas fases tienen diferentes propiedades mecánicas, como dureza, resistencia y tenacidad, lo que hace que las aleaciones de hierro y carbono sean adecuadas para una amplia gama de aplicaciones industriales, como la fabricación de aceros para la construcción de estructuras, herramientas, maquinaria, automóviles y muchas otras aplicaciones (Ashby y Jones, 2009).

El diagrama de fase hierro - carbono es una herramienta esencial para entender y controlar las propiedades y el comportamiento de las aleaciones de hierro y carbono en diferentes condiciones de temperatura y composición, lo que permite a los ingenieros y metalurgistas seleccionar y diseñar materiales adecuados para aplicaciones específicas.

2.2.2 CLASIFICACIÓN DE LAS ALEACIONES METÁLICAS FERROSAS

El hierro con los elementos metálicos forma soluciones por sustitución, mientras que con el carbono, nitrógeno e hidrógeno conforma soluciones por inserción. Esta propiedad del metal se aprovecha para desarrollar diferentes materiales tecnológicos como son; fundiciones de hierro, aceros al carbono, aceros especiales, aceros inoxidable, aleaciones, etc. En particular, la solubilidad del carbono en el hierro depende de la forma cristalográfica en que se encuentra el hierro (Askeland y Wright, 2017).

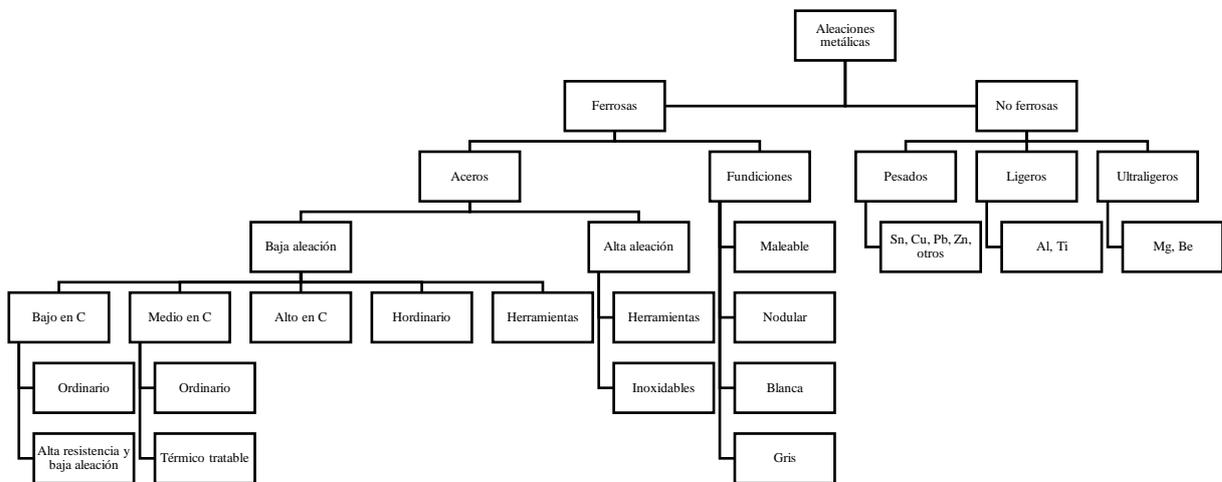


Figura 2.3 Clasificación de las aleaciones metálicas

Fuente: (Callister, 2009, pág. 365)

La solubilidad del hierro con carbono forma diferentes tipos de acero, dependiendo de los porcentajes que se combinen. Los aceros son ampliamente utilizados en la fabricación de componentes automotrices debido a su alta resistencia mecánica, durabilidad y disponibilidad en diferentes formas y grados. La metalurgia juega un papel clave en el desarrollo de aceros especiales con propiedades específicas, como aceros de alta resistencia, aceros inoxidables y aceros con características mejoradas de resistencia a la corrosión, tenacidad y soldabilidad.

2.2.3 TIPOS DE FUNDICIONES DE HIERRO COLADO

Las fundiciones de hierro son aleaciones de hierro con un porcentaje de carbono del 2 al 5%, silicio del 2 al 4%, manganeso hasta 1%, bajo azufre y fósforo. Su principal característica es que se puede vaciar en un horno de fundición para obtener piezas de diferente media y geometría, pero no pueden ser tratadas plásticamente porque son frágiles, no son dúctiles ni maleables y muy poco soldables, pero sí son maquinables, relativamente duras y resistentes a la corrosión y al desgaste (Natera et al., 2017).

Las ventajas de las fundiciones son numerosas y se destacan por:

- Facilidad para el maquinado en comparación con los aceros.
- Capacidad de fabricar piezas de diferentes tamaños y complejidades.
- Menor necesidad de equipos y hornos costosos en su fabricación.
- Absorción de vibraciones mecánicas y acción como autolubricantes.
- Resistencia al choque térmico, corrosión y desgaste.
- Diversidad de tipos de fundiciones según su apariencia de fractura.

De acuerdo con la apariencia de su fractura, las fundiciones pueden ser grises, blancas, atruchadas, aunque también existen las fundiciones maleables, nodulares y especiales o aleadas (López, 2007).

2.2.3.1 Fundición gris

La mayor proporción del carbono presente en el hierro gris se encuentra en forma de escamas o láminas de grafito, las cuales le otorgan al hierro su color característico y sus propiedades deseables. El hierro gris es favorable para el mecanizado, ya que presenta una alta capacidad de templado y una buena fluidez durante el proceso de colado ya que su punto de fusión es de 1200 °C. Sin embargo, es importante destacar que el hierro gris es frágil y posee una resistencia a la tracción relativamente baja (Natera et al., 2017).

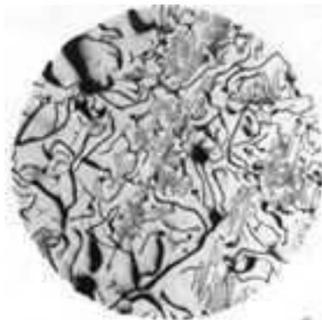


Figura 2.4 Microestructura del hierro gris (ferrita y perlita)

Fuente: (Natera et al., 2017, pág. 67)

Al reducir el contenido de carbono equivalente mediante aleación o tratamiento térmico, se logran obtener resistencias más elevadas en el hierro gris. Aunque las hojuelas de grafito presentes en el material pueden concentrar esfuerzos y disminuir su resistencia y ductilidad, el hierro gris exhibe diversas propiedades atractivas. Entre estas se incluyen una alta resistencia a la compresión, capacidad para ser maquinado de manera efectiva, resistencia

al desgaste por deslizamiento, capacidad de resistir la fatiga térmica, una buena conductividad térmica y la capacidad de amortiguar vibraciones (Askeland y Wright, 2017).

Tabla 2.1 Propiedades según la ASTM A48 para las clases de fundiciones grises

Clase	Resistencia a la tracción	Resistencia a la compresión	Módulo de tracción (E)
20	20 ksi (138 MPa)	33 ksi (227 MPa)	10×10^6 psi (69 GPa)
30	31 ksi (213 MPa)	109 ksi (751 MPa)	14×10^6 psi (96 GPa)
40	42.5 ksi (293 MPa)	140 ksi (965 MPa)	18×10^6 psi (124 GPa)
60	62.5 ksi (430 MPa)	187,5 ksi (1292 MPa)	21×10^6 psi (144 GPa)

Fuente: (Natera et al. 2017, pág. 67)

El hierro gris es ampliamente utilizado en diversas aplicaciones, tales como bases o pedestales para máquinas, herramientas, bastidores para maquinaria pesada, bloques de cilindros para motores de vehículos, discos de frenos, herramientas agrícolas, entre otras (Bosch, 2022). Estas aplicaciones se benefician de las propiedades del hierro gris, como su alta resistencia a la compresión, capacidad para soportar cargas pesadas y su buena resistencia al desgaste. Además, su facilidad de maquinado y su capacidad para amortiguar vibraciones lo hacen una elección popular en estas industrias (Callister, 2009).

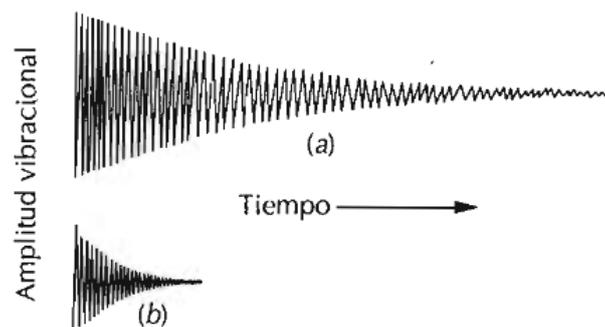


Figura 2.5 Comparación de la capacidad relativa de amortiguamiento vibracional de a) acero b) fundición gris

Fuente: (Callister, 2009, pág. 372)

Es por eso que algunos elementos automotrices se suelen construir en este tipo de material como ejemplo las bancadas para maquina y equipos que vibran mucho lo que permite obtener motores más silenciosos. Adicionalmente, las altas temperaturas de fundición y la fluidez del metal líquido permiten la fabricación de piezas con geometrías complejas, al tiempo que se minimiza la contracción durante el proceso de solidificación. Finalmente, la

fundición gris es uno de los materiales más baratos por lo que lo hace un material más accesible al mercado (Callister, 2009).

Tabla 2.2 Propiedades según SAE J431 para los grados de fundiciones grises.

Grado	Dureza Brinell	t/h ^t	Descripción
G1800	120–187	135	Ferrítica-perlítica
G2500	170–229	135	Ferrítica-perlítica
G3000	187–241	150	Perlítica
G3500	207–255	165	Perlítica
G4000	217–269	175	Perlítica

^t/h = Resistencia a la tracción / Dureza Brinell

Fuente: (Natera et al., 2017, pág. 67)

Para obtener microestructuras distintas se puede disminuir el porcentaje de silicio presente en la fundición o aplicando un tratamiento térmico con enfriado rápido se previene la completa disociación de la austenita a grafito. En estas condiciones, la microestructura consiste en escamas de grafito embebidas en una matriz perlítica (Callister, 2009).

2.2.3.2 Fundición blanca

La formación de la fundición blanca ocurre cuando la fundición de hierro se enfría rápidamente desde su estado líquido, siguiendo el diagrama hierro-cementita metaestable. Durante este proceso de enfriamiento, la austenita se solidifica a partir de la aleación fundida en forma de dendritas. A una temperatura de 1 130°C, el líquido alcanza la composición eutéctica (4,3 % de carbono) y se solidifica como un eutéctico compuesto por austenita y cementita, conocido como ledeburita. En el caso de la fundición blanca, la presencia de cementita en forma de placas finas dispersas en la matriz de austenita confiere a la estructura un aspecto blanquecino, de ahí su nombre (Natera et al., 2017).



Figura 2.6 Microestructura de la fundición blanca

Fuente: (Natera et al., 2017, pág. 63)

Existen diferentes tipos de fundición blanca que depende de la cantidad de carbono en porcentaje de masa y las condiciones de enfriamiento que se dé al material, pero su principal característica es que forma cementita, ledeburita y austenita en sus tres puntos eutécticos; hipoeutéctica, eutéctica e hipereutéctica.

2.2.3.3 Fundición nodular

La fundición nodular, también conocida como fundición dúctil o esferoidal, se obtiene mediante la fusión de arrabio y chatarra en hornos cubilotes, junto con coque y piedra caliza. En este tipo de fundición, la mayor parte del contenido de carbono en el hierro se presenta en forma de esferoides. Para lograr esta estructura nodular, el hierro fundido se inocula con pequeñas cantidades de materiales como magnesio, cerio o ambos (Natera et al., 2017).

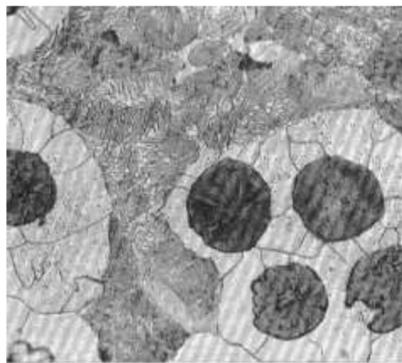


Figura 2.7 Microestructura de la fundición nodular ferrítico perlítica

Fuente: (Natera et al., 2017, pág. 68)

Esta microestructura proporciona propiedades deseables como alta ductilidad, resistencia, facilidad de maquinado, buena fluidez para la colada, capacidad de endurecimiento y tenacidad. Aunque la fundición nodular no puede ser tan dura como la fundición blanca, se puede someter a tratamientos térmicos o superficiales especiales para aumentar su dureza si es necesario (Askeland y Wright, 2017).

2.2.3.4 Fundición atruchada

Según (Güemes y Piris, 2012), las fundiciones atruchadas se encuentran en un punto intermedio entre la fundición blanca y la fundición gris. Durante el proceso de solidificación, siguen el diagrama de equilibrio del hierro - carbono, lo que resulta en la formación de grafito. Sin embargo, antes de que el líquido eutéctico complete su solidificación, pasan al diagrama metaestable y se forma cementita. La microestructura de estas fundiciones está compuesta por escamas o láminas de grafito incrustadas en una matriz, al igual que en la

fundición gris, mientras que la matriz está formada por cementita y perlita, como en la fundición blanca. Debido a su composición y estructura compleja, las fundiciones atruchadas son difíciles de mecanizar, lo que limita su aplicación industrial.

2.2.3.5 Fundición maleable

Los hierros maleables son una variante especial de las fundiciones que se obtienen mediante un proceso de tratamiento térmico aplicado a la fundición blanca. Estas fundiciones se someten a estrictos controles para lograr una microestructura en la cual la mayor parte del carbono se encuentra en forma combinada como cementita. Esto contrasta con la estructura de la fundición blanca, que es dura, quebradiza y presenta dificultades para el mecanizado (Askeland y Wright, 2017).

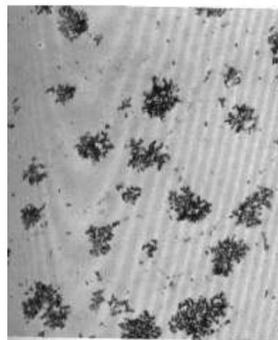


Figura 2.8 Microestructura de la fundición maleable

Fuente: (Natera et al., 2017, pág. 70)

El tratamiento térmico aplicado al hierro maleable permite obtener una microestructura más tenaz y maleable, lo que mejora su maquinabilidad y lo hace más adecuado para ciertas aplicaciones industriales.

2.2.4 ACEROS AL CARBONO

El carbono se encuentra en la naturaleza en diversas formas, como el diamante, el grafito y el carbono amorfo. El diamante es una forma cristalina del carbono que es extremadamente duro y transparente, mientras que el grafito es una forma más blanda y opaca que se utiliza en lápices o como lubricante. El carbono amorfo es una forma desordenada del carbono que se encuentra en sustancias como el hollín y el carbón vegetal (Ashby y Jones, 2009).

Una característica única del carbono es su capacidad de formar enlaces químicos covalentes con otros átomos de carbono y con otros elementos, lo que le permite tener una gran diversidad de formas y estructuras moleculares (Callister, 2009). Esta capacidad de formar

enlaces múltiples y su versatilidad en la formación de compuestos químicos, hace que el carbono sea fundamental en la química orgánica, que es la rama de la química que estudia los compuestos del carbono.

El acero se fabrica a partir de tres materias primarias básicas: mineral de hierro, carbono y piedra caliza. Este elemento metálico consiste de átomos de carbono intersticiales en una matriz de hierro y es muy utilizado en las sociedades avanzadas para el desarrollo de materiales y productos que se utilizan en la vida cotidiana (Newell, 2010).

Los componentes volátiles del carbono se eliminan a través de un proceso llamado coquefacción, y el material rico en carbono resultante es añadido al alto horno. Después del calentamiento, el mineral de hierro se reduce a hierro metálico y se emiten gases de dióxido de carbono y de monóxido de carbono. La piedra caliza pulverizada se agrega al derretimiento y forma una capa de escoria arriba del metal. La escoria ayuda a quitar impurezas del sistema. El metal resultante, llamado hierro bruto, se trata entonces con oxígeno para remover el exceso de carbono y convertirse en acero. En general, la fabricación de 1 tonelada de hierro bruto requiere alrededor de 2 toneladas de mineral de hierro, 1 tonelada de coque y 500 libras de piedra caliza (Víctor Gómez, 2010).

2.2.5 ALEACIONES

Las aleaciones se utilizan en una amplia gama de industrias, incluyendo la automotriz, aeroespacial, construcción, electrónica, energía, y muchas otras. “Las aleaciones son mezclas homogéneas de un metal con uno o más metales o no metales, formando con frecuencia una solución sólida (Newell, 2010). Por ejemplo, las aleaciones de acero se utilizan en la fabricación de automóviles y aviones debido a su alta resistencia y durabilidad.

Las aleaciones de aluminio se emplean en aplicaciones aeroespaciales debido a su baja densidad y alta resistencia a la corrosión. Además, las aleaciones también se utilizan en aplicaciones electrónicas, como en la fabricación de componentes de computadoras y dispositivos móviles, debido a su capacidad de disipar calor.

Al seleccionar cuidadosamente la composición de la aleación y las condiciones de los procesos, los científicos e ingenieros de materiales, pueden desarrollar materiales con un rango más amplio de propiedades que las logradas a partir de los metales puros que se utilizan en el campo automotriz para optimizar la eficiencia de los vehículos de combustión, híbridos y/o eléctricos.

2.3 PROCESO DE FUNDICIONES DE HIERRO

Las fundiciones de hierro son métodos industriales que se dedican a la producción de hierro fundido, también conocido como hierro colado o hierro gris. El hierro fundido es una aleación de hierro con un alto contenido de carbono, lo que le confiere características de fragilidad y alta resistencia a la compresión (Natera et al., 2017).

2.3.1 FUNDICIÓN EN ALTO HORNO

Un alto horno es un reactor químico de gran tamaño que puede operar de forma continua a altas temperaturas. Los hornos más grandes tienen dimensiones superiores a los 60 metros de altura y 14 metros de ancho. Cuando funcionan a plena capacidad, pueden producir hasta 10 000 toneladas de hierro al día. La carga del alto horno se realiza desde la parte superior, utilizando una mezcla de mena de hierro, coque y piedra caliza. El proceso de fundición de hierro en alto horno depende de muchos factores como la temperatura de fundición del hierro, porcentaje de carbón en el material compuesto (López, 2007).



Figura 2.9 Alto horno capacidad de 250 kg

En este procedimiento, se agregan los minerales de hierro junto con coque y carbonato de calcio, CaCO_3 (utilizado como agente fundente). El aire, que es introducido en el horno desde abajo después de ser precalentado, también desempeña un papel crucial, ya que se necesita para la combustión del coque.

El hierro obtenido en el horno puede ser moldeado en forma de lingotes sólidos o laminas; no obstante, la mayor parte se utiliza directamente en la fabricación de acero. Con este propósito, el hierro líquido se transporta al taller siderúrgico. El arrabio, en general, contiene impurezas no deseadas y requiere un proceso de refinamiento en convertidores, que son hornos especiales. En el año 2000, los cinco principales productores de hierro eran China,

Brasil, Australia, Rusia e India, quienes representaban el 70% de la producción mundial (López, 2007)

2.3.2 ETAPAS DE FUNDICIÓN EN ALTO HORNO

2.3.2.1 Preparación del material

Se selecciona y prepara el mineral de hierro, que se suele combinar con otros materiales, como coque (carbón metalúrgico) y fundentes (generalmente piedra caliza), para crear una carga de horno adecuada.



Figura 2.10 Coque metalúrgico

El coque metalúrgico se produce mediante un proceso llamado coquizado, en el cual el carbón mineral se calienta en ausencia de oxígeno, lo que permite eliminar sus componentes volátiles contiene alrededor de 85 a 90 % de carbono. El coque metalúrgico es un tipo de carbón caracterizado por su porosidad, resistencia y bajo contenido de compuestos volátiles (López, 2007).

La piedra caliza, compuesta por CaCO_3 , desempeña un papel fundamental como fuente de óxido básico en la formación de escoria en el alto horno. El aire, que ingresa al horno por la parte inferior después de ser precalentado, también es una materia prima importante, ya que se necesita para la combustión del coque. Para producir 1 kg de hierro crudo, conocido como arrabio, se requieren aproximadamente 2 kg de mena, 1 kg de coque, 0,3 kg de piedra caliza y 1,5 kg de aire (López, 2007).

2.3.2.2 Fusión

La carga se coloca en el alto horno, que es vertical de gran tamaño, y se somete a altas temperaturas para fundir los materiales. Durante este proceso, el coque actúa como combustible y provoca la reducción del mineral de hierro, liberando el hierro líquido y la escoria.

2.3.2.3 Refinado

El hierro líquido se somete a procesos de refinado para ajustar su composición química y eliminar impurezas. Esto se puede hacer mediante métodos como la desgasificación, la desulfuración y la adición de un determinado aleante para obtener las propiedades deseadas en el hierro fundido.

2.3.2.4 Moldeo

El moldeo es un proceso utilizado para fabricar piezas de hierro fundido. Este método consiste en verter el metal líquido en un molde que tiene la forma deseada de la pieza final (Callister, 2009). Este proceso es ampliamente utilizado en la industria para producir una amplia variedad de componentes, como bloques de motor, piezas de maquinaria y elementos estructurales. El moldeo de hierro colado ofrece ventajas como la capacidad de producir piezas de formas complejas, una buena resistencia mecánica y una buena capacidad de mecanizado (López, 2007).

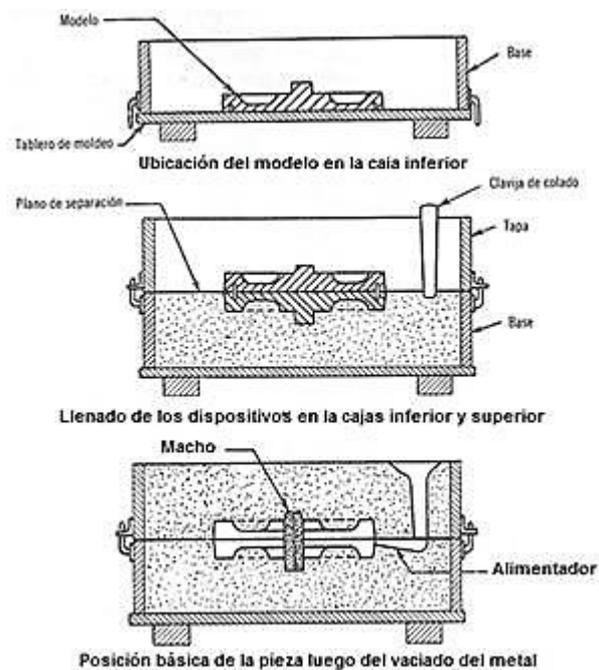


Figura 2.11 Moldeo en base de madera

Fuente: www.wordpress.com

Una vez que el hierro fundido ha sido refinado, se vierte en moldes para darle la forma deseada. Los moldes pueden ser de arena, metal o cerámica, y se utilizan para crear una amplia variedad de productos de hierro fundido, como piezas de maquinaria, componentes de automóviles, tuberías, utensilios de cocina, entre otros.

Según Callister las diferentes técnicas de moldeo son: arena, coquilla y a la cera perdida las cuales se describen a continuación (Callister, 2009).

a) Moldeo en arena

Consiste en crear un molde de arena que tiene la forma deseada de la pieza final. Para ello, se utiliza una mezcla de arena y un aglutinante por lo general silicato sódico hidratado que permite mantener la forma del molde. El proceso comienza con la preparación de una caja de moldeo donde se coloca el modelo o patrón de la pieza. Luego, se compacta la arena alrededor del modelo para obtener la cavidad del molde, posteriormente se extrae toda la humedad y se gasifica con dióxido de carbono CO₂ para crear pequeños orificios por donde se libera la presión. Una vez que el molde está listo, se retira el modelo y se vierte la colada del metal fundido en la cavidad. El moldeo en arena es ampliamente utilizado debido a su versatilidad, ya que permite la producción de piezas de diversas formas y tamaños. Además, es un proceso económico y relativamente rápido, lo que lo hace adecuado para la fabricación en serie (Callister, 2009).



Figura 2.12 Molde de las muestras fundidas

Los metales más comúnmente utilizados en fundiciones son el acero, el hierro gris, el latón, el bronce y el aluminio. Se recomienda un espesor mínimo de aproximadamente 5 mm para la pared de estos materiales, aunque con precauciones especiales es posible obtener secciones más delgadas con algunos de ellos (Budynas, 2020).

b) Moldeo en coquilla

El moldeo en coquilla es un proceso de fabricación utilizado para producir piezas metálicas con alta precisión y acabado superficial. Consiste en utilizar un molde metálico (coquilla) que tiene la forma deseada de la pieza. Se vierte el metal fundido en el molde y se deja solidificar. Una vez enfriado, se extrae la pieza del molde, obteniendo una pieza final de alta calidad. Este método es comúnmente utilizado para la producción de piezas pequeñas y

complejas aleaciones de aluminio, zinc, magnesio como componentes de motores y herramientas de precisión (Callister, 2009).

c) Moldeo de precisión

El moldeo de precisión es un proceso donde se utiliza un molde de alta precisión y un sistema de llenado controlado para verter el metal fundido en el molde. El metal se solidifica y luego se extrae la pieza del molde. Este proceso es ampliamente utilizado en la industria de la joyería, la industria médica y la fabricación de componentes de precisión donde se requiere una alta tolerancia dimensional y una superficie de acabado suave. El moldeo de precisión permite la producción de piezas complejas y detalladas con una excelente reproducibilidad (Callister, 2009).

2.3.2.5 Enfriamiento y desmoldeo

Después de que el hierro fundido se ha solidificado en los moldes, se enfría lentamente y se retira de los moldes en un proceso llamado desmoldeo. A continuación, las piezas de hierro fundido pueden ser sometidas a procesos adicionales, como mecanizado, tratamiento térmico y recubrimiento, para mejorar sus propiedades y características finales (López, 2007).

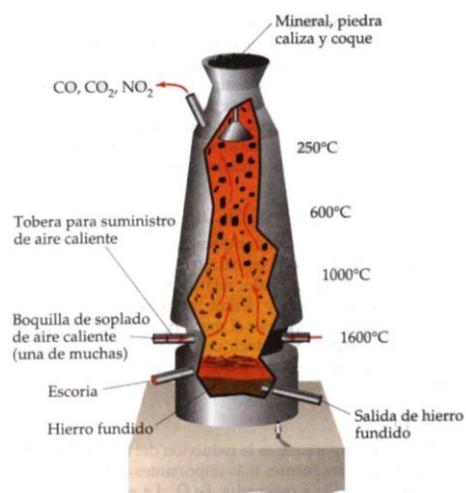


Figura 2.13 Temperaturas aproximadas del alto horno

Fuente: (López, 2007)

Las fundiciones de hierro son una parte importante de la industria metalúrgica y se utilizan en una amplia gama de aplicaciones debido a las propiedades del hierro fundido, como su alta resistencia y durabilidad. Sin embargo, también generan emisiones y desechos, lo que puede tener impactos ambientales. Por lo tanto, las fundiciones de hierro deben operar

cumpliendo con regulaciones y prácticas adecuadas para minimizar su impacto en el medio ambiente.

2.4 MATERIALES COMPUESTOS

Los materiales compuestos se forman cuando dos o más materiales o fases se utilizan juntas para obtener una combinación de propiedades que no se puede lograr de otra manera. Los compuestos se pueden seleccionar para alcanzar combinaciones no usuales de rigidez, peso, densidad, desempeño a altas temperaturas, resistencia a la corrosión, dureza (Askeland y Wright, 2017).



Figura 2.14 Proyecto de vehículo de nano celulosa - Tokyo motor show 2019

Fuente: (Olivas y Sámano, 2020, pág. 1)

Los materiales compuestos (MC) ofrecen una serie de ventajas y propiedades únicas que los hacen valiosos en una amplia gama de aplicaciones en diversas industrias, desde la aeroespacial y automotriz, hasta la construcción, deportes, electrónica y más. Su alta resistencia, rigidez, bajo peso, flexibilidad de diseño y fabricación, y otras propiedades especiales, los convierten en una opción atractiva para desarrollar productos con mejor rendimiento y características avanzadas en numerosas aplicaciones.

2.4.1 CLASIFICACIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS

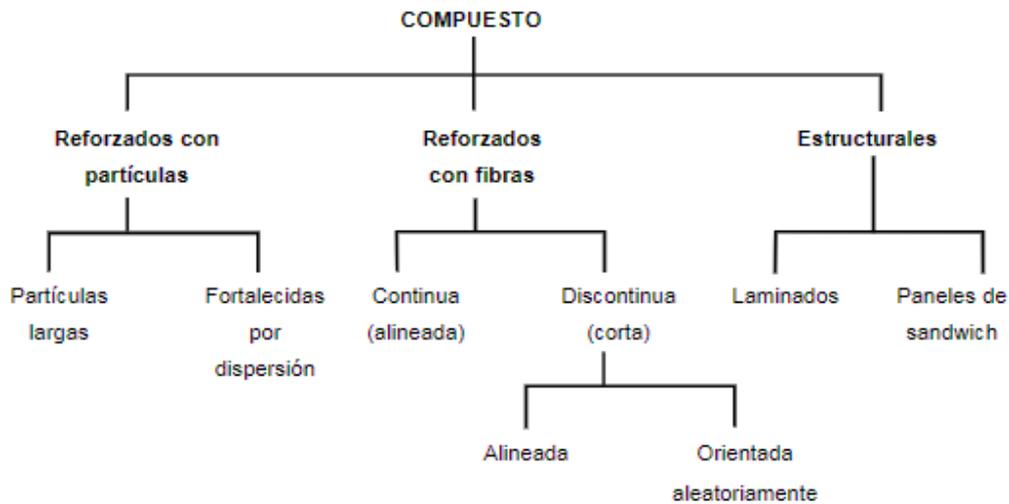


Figura 2.15 Clasificación de los materiales compuestos según el tipo de esfuerzo

Fuente: (Dávila et al., 2011, pág. 59)

Los materiales compuestos fueron sometidos a muchas mejoras para así obtener materiales avanzados, estos nuevos materiales son aquellos que poseen funciones o propiedades mejoradas significativamente en comparación con los materiales convencionales (Dávila et al., 2011). Estos materiales pueden ser completamente nuevos o materiales tradicionales que han sido mejorados mediante la aplicación de técnicas y procesos de fabricación avanzados. El uso de nuevos materiales ha impulsado importantes avances en diversas industrias en la actualidad.

Tabla 2.3 Propiedades de materiales compuestos con base en diferentes sectores de aplicación

	Aeronáutica	Automotriz	Ferrocarriles	Construcción	Industria	I. Naval	Medicina	Electricidad y electrónica	Deportes
	Vida útil								
Rigidez				X		X	X	X	X
Resistencia mecánica				X	X	X	X		X
Resistencia a la fatiga	X					X			
Resistencia a la corrosión	X	X		X		X	X	X	
Impermeabilidad				X	X				
	Seguridad								
Resistencia a los choques		X				X	X		X

Resistencia al fuego	x		x	x	x			x	
Aislamiento térmico				x	x			x	
Aislamiento eléctrico								x	
Amortiguamiento, Vibraciones					x				x
	Diseño								
Integración de funciones	x	x						x	
Formas complejas	x	x	x	x					x
Transparencia ondas electromagnéticas								x	
Disminución del peso de las estructuras	x	x							x

Fuente: (Dávila et al., 2011, pág. 49)

Algunas de las principales industrias que se benefician de los materiales avanzados son la industria automotriz, especialmente en la fabricación de autopartes; la industria aeroespacial y aeronáutica, donde se utilizan en la construcción de aeronaves; la industria de la construcción, en la creación de estructuras más resistentes y sostenibles; la industria petrolera, en la fabricación de equipos y materiales para la exploración y producción de petróleo.

2.4.2 COMPOSICIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO

Según Dávila, un material compuesto es un tipo de material formado por varias fases diferentes, y adquiere las propiedades combinadas de estas fases constituyentes. Como resultado, el material compuesto exhibe características y propiedades mejoradas en comparación con los componentes individuales (Dávila et al., 2011).

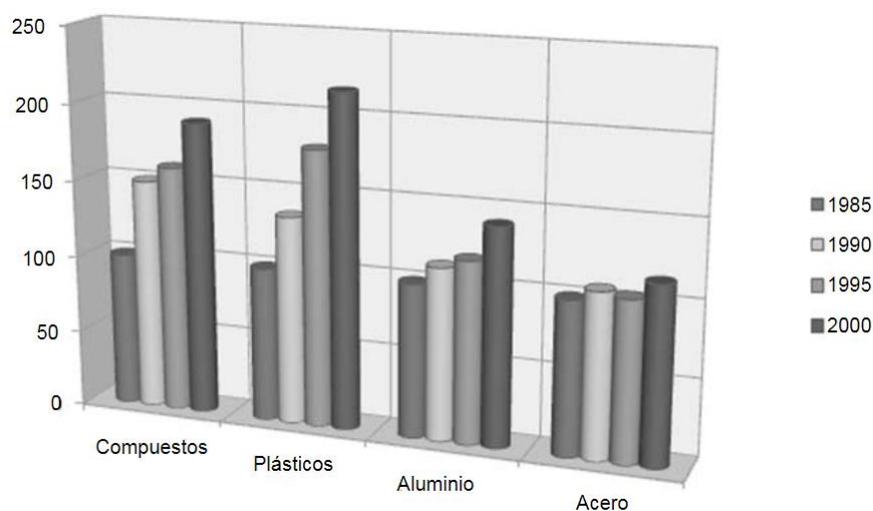


Figura 2.16 Evolución en el consumo mundial de algunos materiales

Fuente: (Dávila et al. 2011, pág. 47)

Es importante mencionar la sinergia de propiedades en este contexto, lo que significa que las propiedades finales del material compuesto no se pueden explicar únicamente sumando las propiedades de cada componente de forma separada. En cambio, estas propiedades estarán determinadas por diferentes parámetros y factores.

2.5 MATRICES Y REFUERZOS

En un material compuesto, se utilizan dos términos para referirse a sus componentes principales: la matriz y el refuerzo. La matriz es el material que envuelve y sostiene al refuerzo, mientras que el refuerzo proporciona resistencia y propiedades adicionales al compuesto. La zona de unión entre la matriz y el refuerzo se conoce como interfaz (Dávila et al., 2011). Además, es posible incorporar agentes de acoplamiento, rellenos y revestimientos con el objetivo principal de mejorar la superficie de la interfaz del material compuesto. Estos aditivos tienen la finalidad de amplificar las propiedades del material en lugar de afectarlas negativamente (Ponce, 2020).

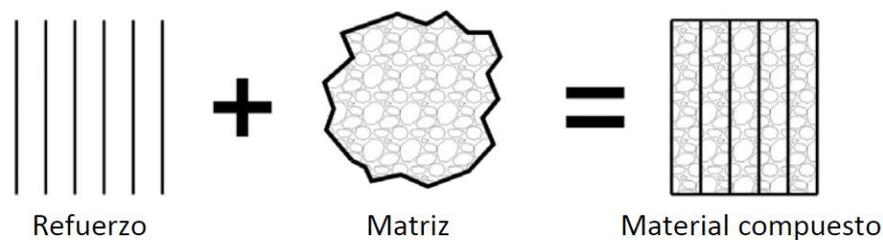


Figura 2.17 Configuración básica de un material compuesto

Fuente: (Dávila et al. 2011, pág. 50)

La matriz en un material compuesto cumple diversas funciones, siendo principalmente la fase continua que envuelve y sostiene los elementos de refuerzo, brindando consistencia y continuidad al material. Entre sus funciones básicas se encuentran: aglutinar los refuerzos, transferir las cargas aplicadas sobre la matriz hacia los refuerzos, proteger la superficie de los refuerzos contra la abrasión mecánica, proveer una barrera contra los efectos del medio ambiente, como la humedad, y en caso de refuerzos de fibras, proporcionar soporte lateral contra el pandeo bajo cargas de compresión. El tipo de matriz utilizado afecta las propiedades físicas, químicas, eléctricas y mecánicas del compuesto (Dávila et al., 2011).

Las propiedades mecánicas, como la resistencia a la tracción y la ductilidad, dependen tanto del tipo de matriz como del tipo de refuerzo y su configuración. El modo de falla del compuesto también se ve influenciado por el tipo de matriz y su compatibilidad con el

refuerzo. Además, la matriz puede conferir propiedades eléctricas o químicas al material compuesto, como aislamiento o conductividad. Por otro lado, el papel principal del refuerzo es mejorar las características de la matriz. El refuerzo soporta la carga y puede contribuir con propiedades adicionales al material compuesto, como conductividad eléctrica, estabilidad térmica y propiedades estructurales. Los refuerzos pueden ser partículas, fibras o elementos estructurales (Dávila et al., 2011).

La clasificación de los materiales compuestos está basada en tres aspectos como son los tipos de matriz, de refuerzo y la geometría con la cual van a estar dispuestos (Ponce, 2020):

a) Dependiendo el refuerzo podemos tener compuestos:

- Con refuerzo de partículas
- Con refuerzo de fibras
- Con refuerzos estructurales

b) Dependiendo la matriz podemos tener:

- Matriz polimérica
- Matriz cerámica
- Matriz metálica

2.5.1 MATRICES METÁLICAS

Los materiales compuestos de matriz metálica son una opción atractiva para diversas aplicaciones de ingeniería debido a su alta resistencia mecánica, rigidez elevada y capacidad para operar en diferentes condiciones. Los materiales de refuerzo comúnmente utilizados incluyen carburo de silicio, óxido de aluminio, carburo de boro, grafito, entre otros, los cuales pueden estar en forma de partículas, whiskers o fibras (Dávila et al., 2011).

Una diferencia importante entre los materiales compuestos de matriz metálica reforzados con fibras, partículas y los materiales metálicos convencionales es la direccionalidad de las propiedades. Específicamente, los compuestos reforzados con partículas y los materiales metálicos convencionales son isotrópicos, mientras que los materiales reforzados con fibras suelen ser anisotrópicos. Los compuestos de matriz metálica reforzados con partículas ofrecen una mayor ductilidad y su naturaleza isotrópica los convierte en una alternativa atractiva (Dávila et al., 2011).

2.5.2 CLASIFICACIÓN DE LOS MATERIALES COMPUESTOS SEGÚN LA MATRIZ

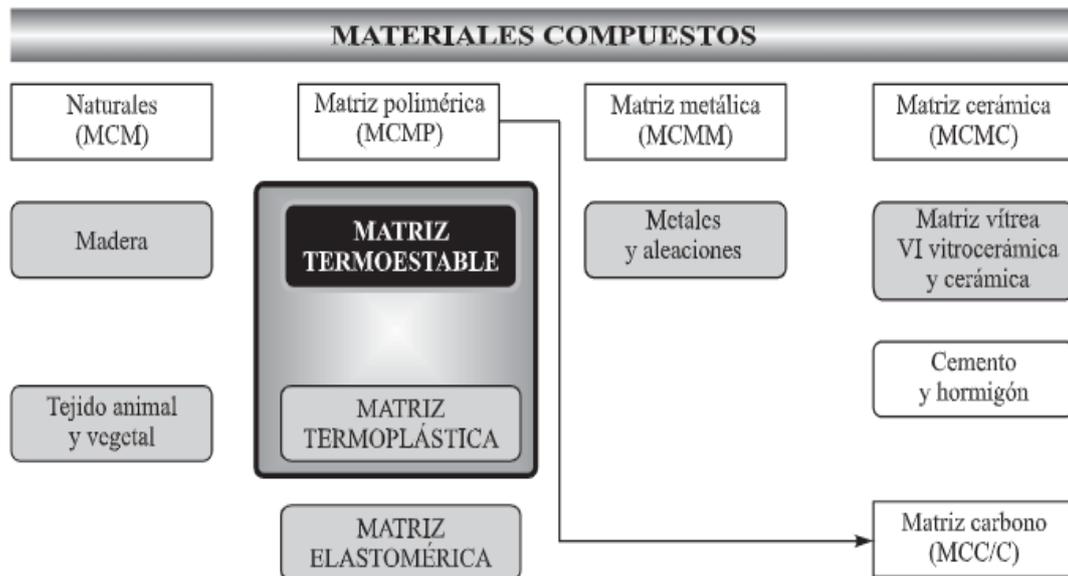


Figura 2.18 Clasificación de materiales compuestos según el tipo matriz

Fuente: (Güemes y Piris, 2012, pág. 461)

2.5.3 TIPOS DE REFUERZOS

2.5.3.1 Partículas

Existen dos tipos principales de partículas en los materiales compuestos: partículas grandes y partículas consolidadas por dispersión. En los compuestos reforzados con partículas grandes, las interacciones entre las partículas y la matriz no pueden ser tratadas a nivel atómico o molecular. Por lo general, la fase de las partículas es más dura y rígida que la matriz. Estas partículas de refuerzo limitan el movimiento de la matriz cerca de cada partícula, lo que resulta en que la matriz transfiera parte de la carga aplicada a las partículas, que a su vez soportan una fracción de la carga. El grado de refuerzo y mejora del comportamiento mecánico depende de la adherencia entre la matriz y las partículas. Sin embargo, es importante destacar que las partículas no son un refuerzo eficiente en términos de propiedades mecánicas. Se utilizan principalmente para mejorar otras propiedades o para incorporar características multifuncionales en el material (Dávila et al., 2011).

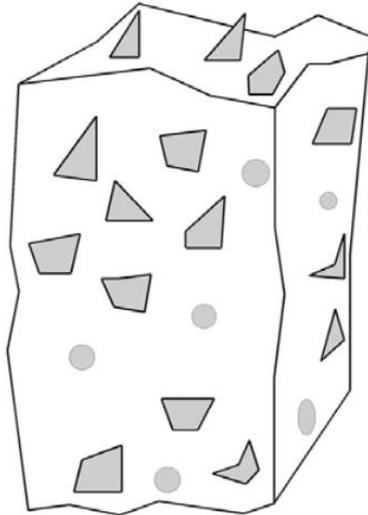


Figura 2.19 Matriz reforzada con material particulado

Fuente: (Dávila et al. 2011, pág. 50)

En los materiales compuestos reforzados con partículas consolidadas por dispersión, es importante destacar que estas partículas suelen tener diámetros entre 10 y 100 nm (Dávila et al. 2011). Mientras la matriz es responsable de soportar la mayor parte de la carga aplicada, las partículas dispersadas dificultan o impiden el movimiento de dislocaciones, especialmente en el caso de las matrices metálicas (Ashby y Jones, 2009). Por lo general, la fase dispersa consiste en compuestos metálicos como óxidos metálicos. En este caso, las interacciones entre las partículas y la matriz ocurren a nivel atómico o molecular.

2.5.3.2 Fibras

En el caso de las fibras, se trata de materiales policristalinos o amorfos que tienen diámetros pequeños pero una gran longitud. Los materiales utilizados para fabricar las fibras suelen ser polímeros o cerámicos, como aramidas, vidrio, carbono, boro, óxido de aluminio y carburo de silicio. También se emplean fibras naturales como el abacá, la cabuya y el coco, que se incorporan como elementos de refuerzo en una matriz polimérica. Estos materiales ofrecen diversas ventajas, entre las cuales destaca la reducción de costos de fabricación y su menor impacto ambiental (Dávila et al., 2011).

2.5.3.3 Elementos estructurales

Las propiedades de los compuestos mencionados no solo se basan en las propiedades individuales de los materiales que los componen, sino que también están estrechamente relacionadas con la geometría de los elementos estructurales. Dos ejemplos comunes de

compuestos estructurales son los compuestos laminados y los paneles tipo sándwich. Estos compuestos presentan características particulares debido a su estructura y diseño específicos (Dávila et al., 2011).

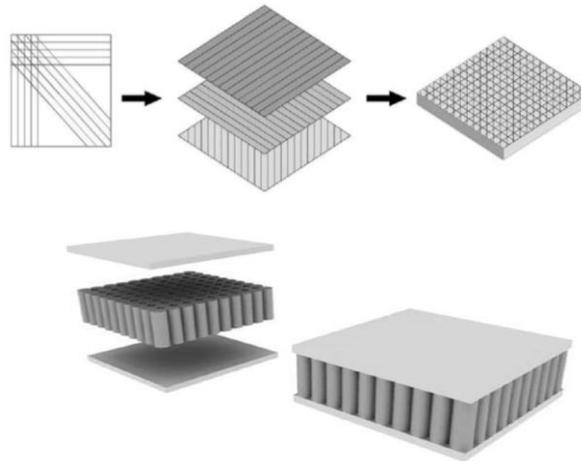


Figura 2.20 Estructura material compuesto vs material compuesto tipo sándwich

Fuente: (Dávila et al., 2011, pág. 58)

Los compuestos laminados obtienen alta resistencia en dos dimensiones gracias a un refuerzo orientado, como en el caso de la madera. Por otro lado, los compuestos tipo sándwich adquieren rigidez, fuerza, bajo peso y densidad debido a su estructura estratificada con capas de diferentes materiales. Esta configuración estructural en capas permite combinar las propiedades de rigidez y resistencia del material central con la ligereza y resistencia de las capas exteriores (Dávila et al., 2011).

2.6 EVOLUCIÓN DE LAS PARTÍCULAS A ESCALA NANOMÉTRICA

La nanotecnología ha despertado un interés generalizado en los últimos años, especialmente entre 1996 y 1998, cuando se llevó a cabo un estudio a nivel mundial bajo los auspicios del Centro de Evaluación de la Tecnología Mundial (WTEC) y con la financiación de la Fundación Nacional de Ciencias y otras agencias federales. Este estudio tuvo como objetivo evaluar las investigaciones y el desarrollo en el campo de la nanotecnología, con el propósito de valorar su potencial en la innovación tecnológica (Poole y Owens 2007).

A continuación, en la tabla 2.1 se presenta un breve resumen de los acontecimientos de la evolución de la nanotecnología:

Tabla 2.4 Cronología de la nanotecnología.

Fecha	Acontecimiento
Años 40	Von Neuman estudia la posibilidad de crear sistemas que se autoreproducen como una forma de reducir costes.
1959	Richard Feynman habla por primera vez en una conferencia sobre el futuro de la investigación científica: “A mi modo de ver, los principios de la Física no se pronuncian en contra de la posibilidad de maniobrar las cosas átomo por átomo”.
1966	Se realiza la película “Viaje alucinante” que cuenta la travesía de unos científicos a través del cuerpo humano. Ellos reducen su tamaño al de una partícula y se introducen en el interior del cuerpo de un investigador para destrozarse el tumor que le está matando. Por primera vez en la historia, se considera esto como una verdadera posibilidad científica. La película es un gran éxito.
1985	Se descubren los buckminsterfullerenos.
1986	Sir Harry Kroto gana el Premio Nobel por haber descubierto los fullerenos.
1989	Se realiza la película “Cariño, encogí a los niños”, una película que cuenta la historia de un científico que inventa una máquina que puede reducir el tamaño de las cosas utilizando láser.
1991	Sumio Iijima descubrió en 1991 la forma de los nanotubos de carbono (NTC’s).
1997	Se fabrica la guitarra más pequeña del mundo. Tiene el tamaño aproximadamente de una célula roja de sangre.
1998	Se logra convertir a un nanotubo de carbón en un nano lápiz que se puede utilizar para escribir.
2001	James Gimzewski entra en el libro de récords Guinness por haber inventado la calculadora más pequeña del mundo.
2013	Investigadores de la Universidad de Stanford desarrollan el primer equipo de nanotubos de carbono.

Fuente: (Maubert et al., 2009)

Aunque la nanotecnología en la industria automotriz es una disciplina relativamente nueva, se ha utilizado en diversas aplicaciones. Estas incluyen la construcción de automóviles más ligeros para mejorar el ahorro de combustible en motores de combustión interna, el diseño de baterías eficientes en vehículos eléctricos, sistemas para reducción de contaminantes, sensores electrónicos, armazones anticorrosivos, pinturas contra la abrasión, entre otros.

2.6.1 APLICACIONES DE LA NANOTECNOLOGÍA EN EL CAMPO AUTOMOTRIZ

El tema de la reducción de peso en los vehículos es ampliamente discutido debido a que puede mejorar el rendimiento en el consumo de combustible y reducir los costos de producción. Sin embargo, es importante asegurar que la disminución de peso no afecte la estabilidad y resistencia mecánica del vehículo en caso de impactos. Por ejemplo, el motor y el sistema de transmisión son partes del vehículo que suelen ser pesadas.

Con la introducción de nuevas aleaciones que incluyen nanomateriales ligeros, como los nanotubos de carbono, se podría lograr un consumo más eficiente de gasolina. Los nanotubos de carbono son significativamente más ligeros y más fuertes que el acero, que es el material principal utilizado en las partes mencionadas anteriormente de un automóvil. Además, la adición de nanocompuestos poliméricos ligeros de arcilla con polipropileno, poliamida y policarbonatos se utiliza en la fabricación de partes cercanas al motor debido a su alta resistencia térmica. Otra forma de reducir el peso de un vehículo es mediante la modificación del material utilizado en la estructura externa (Olivas y Sámano, 2020).



Figura 2.21 Nanotecnología en el campo automotriz

Fuente: invdes.com.mx

Es cierto que la mayoría de los automóviles utilizan chasis o carrocerías hechas de acero y/o aleaciones de aluminio. El aluminio es más ligero y resistente a la corrosión en comparación con el acero, pero también tiene un mayor costo, por lo que generalmente se utiliza en vehículos de lujo o en aplicaciones específicas. Además, las aleaciones de aluminio deben tener una composición muy precisa durante el proceso de fundición y templado para asegurar una alta resistencia a la deformación mecánica.

La incorporación de nanopartículas de cobre (Cu), óxido de itrio (Y_2O_3) u óxido de aluminio (Al_2O_3) embebidas en aleaciones de magnesio ha mostrado mejoras en las propiedades mecánicas de los materiales. Estos nanocompuestos han demostrado tener una mayor resistencia y una menor ductilidad, lo que los hace adecuados para aplicaciones en la industria automotriz. Los nanocompuestos hechos principalmente con magnesio también han demostrado tener una mayor dureza y compresibilidad, así como una menor susceptibilidad al desgaste y a la fatiga bajo esfuerzos, lo que los hace interesantes para su uso en componentes automotrices (Olivas y Sámano, 2020).

2.7 NANOPARTÍCULAS

Los nanomateriales y estructuras a escala nanométrica tienen propiedades únicas y diferentes a los materiales convencionales debido a los efectos cuánticos que se manifiestan a esa escala. Por ejemplo, los nanomateriales pueden tener una mayor resistencia mecánica, mayor conductividad eléctrica o térmica, mayor reactividad química, mayor capacidad de absorción o adsorción, y propiedades ópticas y magnéticas diferentes a los materiales convencionales (Dávila et al. 2011). Además, los nanomateriales pueden ser modificados en su tamaño, forma y composición para obtener propiedades específicas y controlar su comportamiento en diferentes aplicaciones.

El estudio y la manipulación de los nanomateriales y estructuras a escala nanométrica han abierto nuevas oportunidades en diversos campos, como la electrónica, la medicina, la energía, la industria automotriz, la ciencia de los materiales y muchos otros. La nanotecnología ha permitido el desarrollo de materiales con propiedades superiores y nuevas funcionalidades, lo que ha llevado a la creación de productos innovadores y aplicaciones tecnológicas prometedoras en diversos sectores de la industria y la ciencia.

2.8 CARACTERÍSTICAS Y PROPIEDADES

Las propiedades de los nanomateriales pueden variar significativamente con el tamaño de grano o la estructura a escala nanométrica, incluso si tienen la misma composición química. Esto se debe a que las propiedades de los nanomateriales están fuertemente influenciadas por las agrupaciones atómicas y/o moleculares en su estructura, así como por las interacciones entre las nanopartículas.

Por ejemplo, en los nanomateriales, las fuerzas de Van der Waals, las interacciones polares y electrostáticas, y las interacciones covalentes pueden tener un papel crucial en la determinación de sus propiedades físicas y químicas (Dávila et al., 2011).

Entre las características y propiedades más importantes de las nanopartículas se consideran las siguientes:

- Tamaño y forma
- Aglomeración
- Porosidad
- Composición química
- Cristalinidad

- Propiedades térmicas
- Propiedades mecánicas
- Propiedades ópticas
- Propiedades electromagnéticas

La energía de superficie es una medida de la cantidad de energía requerida para aumentar el área superficial de un material. A escalas nanométricas, la alta relación superficie-volumen implica que una mayor proporción del material se encuentra en la superficie, lo que puede dar lugar a un aumento en la energía de superficie en comparación con los materiales convencionales. Esto se debe a que los átomos o moléculas en la superficie de los nanomateriales tienen menos vecinos para interactuar en comparación con los átomos o moléculas en el interior del material, lo que resulta en una mayor energía de superficie (Olivas y Sámano, 2020).

Estos efectos en la energía de superficie pueden tener implicaciones importantes en las propiedades y el comportamiento de los nanomateriales, como su reactividad química, estabilidad, capacidad de adsorción o absorción, y propiedades mecánicas, entre otros. Por lo tanto, la comprensión y control de la energía de superficie es crucial al manipular y utilizar nanomateriales en diversas aplicaciones tecnológicas y científicas.

2.9 TIPOS DE NANOPARTÍCULAS

En el ámbito de la nanotecnología, las nanopartículas se pueden clasificar según su tamaño y se utilizan diferentes tipos de nanoestructuras para diversas aplicaciones (Dávila et al., 2011):

- a) Los nanoclusters.** - son partículas con al menos una dimensión entre 1 y 10 nanómetros y una distribución de tamaño limitado.
- b) Los nano polvos.** - son agregados de nanopartículas y/o nanoclusters.
- c) Los nanocristales.** - son agrupaciones cristalinas de cientos o miles de partículas de tamaño nanométrico.
- d) Las nanopartículas sólidas lipídicas.** - son sistemas coloidales utilizados para la entrega controlada de fármacos, donde se incorpora el fármaco en una matriz lipídica estabilizada por surfactantes.
- e) Las nanopartículas poliméricas.** - estas se obtienen a partir de polímeros naturales o sintéticos y tienen un diámetro promedio de 1 μm .

- f) **Las estructuras de carbono.** - son estructuras huecas con arquitecturas en forma de jaula estas incluyen nanotubos de carbono y fullerenos.
- g) **Las estructuras metálicas.** - son partículas metálicas o de óxidos metálicos que presentan dimensiones nanométricas.

Las nanopartículas poseen propiedades únicas y distintivas derivadas de su forma, tamaño y estructura interna, lo cual les confiere una amplia gama de aplicaciones y potenciales usos en diversos campos. Estas áreas incluyen la física, química, medicina, ciencia de materiales, microelectrónica, fotónica, agricultura, industria aeroespacial y telecomunicaciones, entre otras. Como resultado, en los últimos años ha habido un rápido aumento en el consumo de nanomateriales a nivel mundial. En el año 2010, la producción anual alcanzó las 10.3 millones de toneladas, con un valor que supera los 20.5 billones de dólares (Dávila et al., 2011).

2.10 NANOPARTÍCULAS DE CARBONO (NTC'S)

Las nanopartículas de carbono son estructuras cilíndricas huecas compuestas principalmente de átomos de carbono dispuestos en una forma de jaula. Hay varios tipos de nanopartículas de carbono, incluyendo los nanotubos de carbono de pared simple, multicapa y los fullerenos (Nieto et al., 2021).

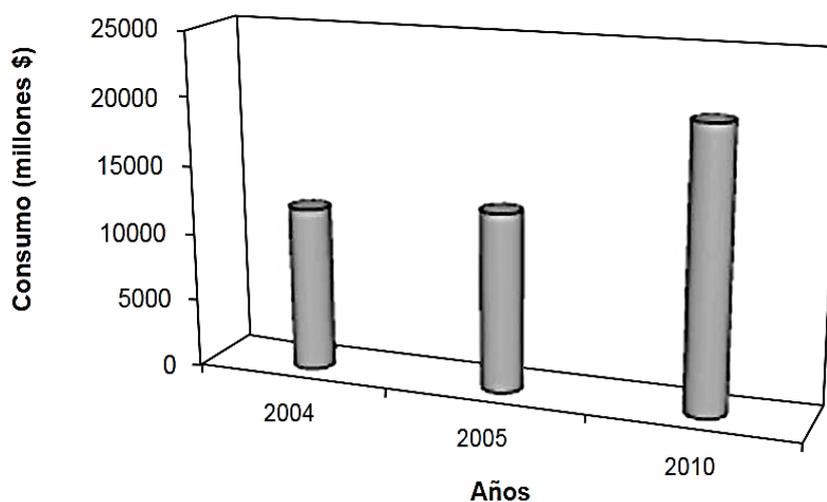


Figura 2.22 Consumo global de nanomateriales en millones de dólares durante los años 2004 al 2010

Fuente: (Dávila et al., 2011, pág.162)

Otra de las propiedades físicas que se puede modificar es su capacidad de dispersión, lo cual es crucial para potenciar sus aplicaciones en campos biológicos y médicos. Estas aplicaciones incluyen la administración de fármacos y la detección de metabolitos biológicos, y su continua mejora hace que sean cada vez más prometedoras (Andrade, López, y Sáenz, 2012).

En general, los nanotubos de carbono y los fullerenos son nanomateriales con propiedades únicas y prometedoras aplicaciones en una amplia gama de áreas tecnológicas y científicas debido a su estructura y propiedades peculiares a nivel nanométrico.

2.10.1 TIPOS DE NANOPARTÍCULAS DE CARBONO

2.10.1.1 Nanotubos de carbono de pared múltiple (MWNT's)

Los nanotubos de carbono de pared simple son tubos cilíndricos formados por una sola capa de átomos de carbono dispuestos en una estructura hexagonal. Tienen un diámetro en el orden de 1 nanómetro (nm), lo que los hace extremadamente delgados a nivel nanométrico. Los nanotubos de carbono de pared simple exhiben una amplia gama de propiedades únicas, como una alta resistencia mecánica, alta conductividad eléctrica y térmica, y propiedades ópticas interesantes, lo que los hace atractivos para una amplia gama de aplicaciones, como en la electrónica, nanocomposites, materiales compuestos, catálisis y aplicaciones biomédicas, entre otros (AzoNano, 2013).

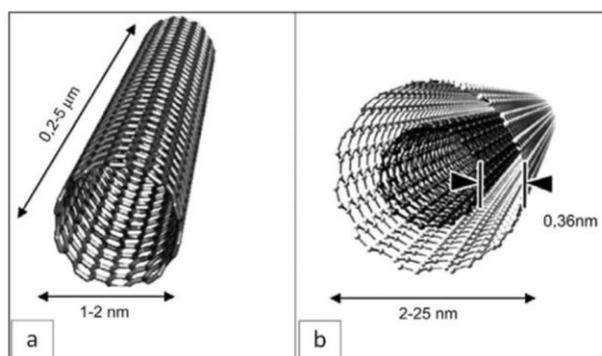


Figura 2.23 Nanotubos de carbono a) monocapa y b) multicapa

Fuente: (Dávila et al. 2011, pág. 343)

Los nanotubos de carbono tienen el potencial de ser la base para la creación de nuevos materiales, y esto puede lograrse de dos maneras distintas. Por un lado, los nanotubos pueden agruparse para formar haces, lo que les confiere propiedades únicas y permite su aplicación en diversas áreas. Por otro lado, también es posible mezclar los nanotubos con otros

materiales para crear compuestos, que a su vez pueden ser denominados "nanocompuestos" debido a que al menos uno de los materiales en su composición posee dimensiones nanométricas. Esta mezcla de nanotubos y otros materiales puede resultar en propiedades mejoradas o características novedosas, abriendo así un amplio campo de aplicaciones (Rivas et al., 2007).

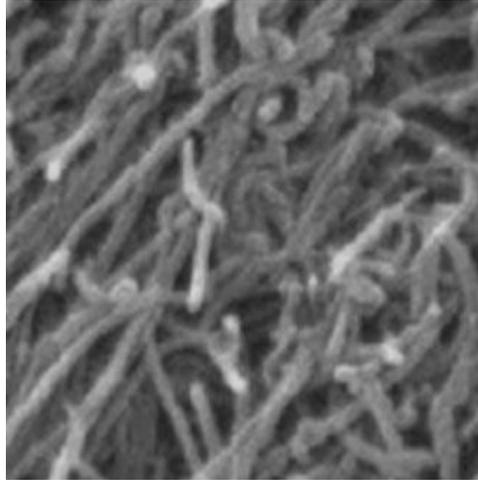


Figura 2.24 Nanotubos de carbono de pared múltiple

Fuente: www.ssnano.com

Los nanotubos de carbono son conocidos por ser hidrófobos, lo que significa que repelen el agua. Esta propiedad hidrófoba puede ser aprovechada para desarrollar compuestos que también exhiban esta característica. Al mezclar los nanotubos de carbono con otros materiales, es posible crear compuestos que hereden esta capacidad de repeler el agua. La característica hidrófoba de los nanotubos de carbono abre nuevas posibilidades en el desarrollo de materiales con propiedades especiales relacionadas con la repulsión del agua (Rivas et al., 2007).

2.10.1.2 Nanotubos de carbono de pared simple (SWNT's)

Los nanotubos de carbono multicapa son tubos cilíndricos compuestos por varias capas concéntricas de átomos de carbono. El diámetro de los nanotubos de carbono multicapa puede variar dependiendo del número de capas que tengan en su estructura, y puede ser de varios nanómetros. Los nanotubos de carbono multicapa también exhiben propiedades interesantes, aunque diferentes de los nanotubos de pared simple, y encuentran aplicaciones en áreas como materiales compuestos, almacenamiento de energía, y catálisis, entre otros (Andrade et al., 2012).

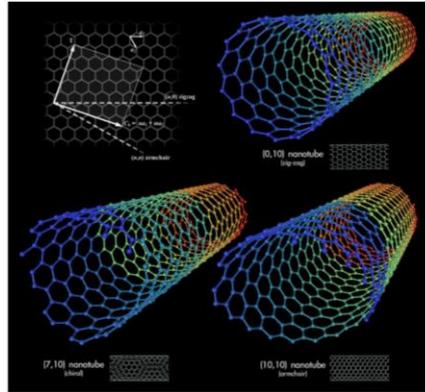


Figura 2.25 Nanotubos de carbono: zig-zag, chiral y armchair

Fuente: (Olivas y Sámano, 2020, pág. 8)

2.10.1.3 Fullerenos

Los fullerenos, también conocidos como “buckyballs”, son estructuras esféricas o elipsoidales compuestas por átomos de carbono dispuestos en una forma de jaula cerrada. Los fullerenos pueden tener diferentes tamaños y formas, y suelen tener un diámetro en el orden de 1 nm. Los fullerenos también poseen propiedades únicas, como alta estabilidad, alta capacidad de absorción y capacidad para formar compuestos con otras sustancias, lo que los hace interesantes para aplicaciones en áreas como la nanotecnología, la medicina y la electrónica, entre otros (Dávila et al. 2011).

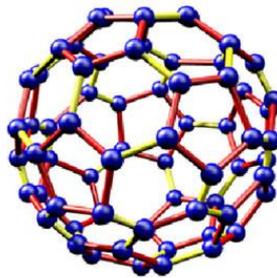


Figura 2.26 Fullerenos

Fuente: www.teliga.net

2.11 PROCESOS DE SÍNTESIS DE LOS NANOTUBOS DE CARBONO (NTC'S)

Según Dávila existen dos enfoques principales utilizados en la producción de materiales nanoparticulados: el enfoque "top-down" (de arriba hacia abajo) y el enfoque "bottom-up" (de abajo hacia arriba) (Dávila et al., 2011).

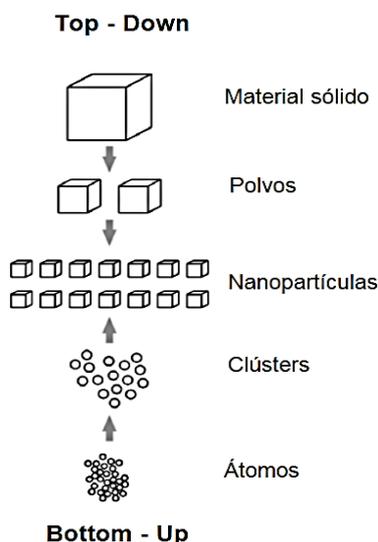


Figura 2.27 Esquema representativo de los enfoques top-down y bottom-up

Fuente: (Dávila et al., 2011, pág. 165)

El enfoque "top-down" se centra en obtener nanopartículas a partir de materiales sólidos de mayor tamaño. Esto se logra mediante procesos termomecánicos, como molienda, pulido, corte o técnicas más avanzadas como el afinado por haz de iones, mientras que el enfoque "bottom-up" permite la obtención de partículas con tamaño nanométrico a partir de átomos o moléculas individuales. Este enfoque implica procesos de deposición física y química, donde los átomos o moléculas se agrupan y ensamblan para formar las nanopartículas deseadas (Dávila et al. 2011).

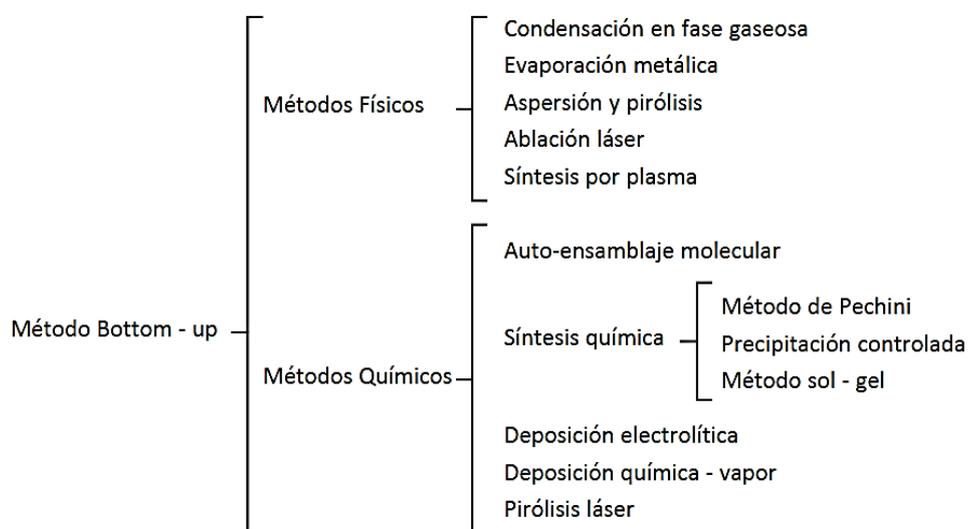


Figura 2.28 Clasificación métodos de obtención de nanopartículas enfoque bottom-up

Fuente: (Dávila et al., 2011, pág. 167)

2.11.1 DEPOSICIÓN QUÍMICA EN FASE VAPOR (CVD)

La deposición química en fase vapor (CVD, por sus siglas en inglés) es un método que implica la introducción de reactivos gaseosos, como metano e hidrógeno, en un horno de alta temperatura (aproximadamente 600-800 °C) junto con un sustrato catalítico. Los reactivos se descomponen en la superficie del sustrato, y los nanotubos de carbono crecen a partir de los catalizadores en el sustrato. Este método permite un mayor control sobre la morfología y la estructura de los nanotubos de carbono (Maubert et al., 2009).

La eficiencia de este método varía entre el 20 y 100 %, lo cual demuestra su alto rendimiento al aplicarse a nivel industrial. Esta técnica podría ser utilizada para la producción de nanotubos de carbono largos, los cuales son necesarios en las fibras empleadas en materiales compuestos. Sin embargo, una de las desventajas es que los nanotubos fabricados de esta manera suelen tener múltiples capas y a veces presentan defectos. Además, estos nanotubos poseen solo una décima parte de la resistencia a la tracción en comparación con aquellos fabricados mediante descarga de arco (Alcca, 2005).

La síntesis de grandes cantidades de nanotubos y/o nanofibras de carbono con morfología y estructura específicas es esencial para muchas aplicaciones, ya que las propiedades de estos materiales están fuertemente ligadas a su estructura. Cada método de síntesis tiene sus ventajas y desventajas en términos de pureza, control sobre la morfología y estructura, y escalabilidad, y la elección del método adecuado depende de las necesidades específicas de la aplicación deseada (Dávila et al., 2011).

2.12 COMPUESTOS DE MATRIZ METÁLICA CON PARTÍCULAS

En los materiales compuestos que contienen partículas, la mejora en resistencia que proporciona el relleno es significativamente menor. Aunque puede haber un ligero aumento en la rigidez, la resistencia y la tenacidad, está muy lejos de lo que se logra con un material compuesto que contiene fibras. La atracción de estos materiales radica más en su bajo costo y en la capacidad de resistir el desgaste gracias a la incorporación de un relleno duro (Ashby y Jones, 2009).

El uso de refuerzos en forma de partículas es comúnmente aplicado para mantener propiedades favorables en condiciones de alta temperatura y durante períodos prolongados de trabajo. Estas partículas también ayudan a reducir la contracción experimentada por los materiales después de un proceso de moldeo, así como a incrementar su dureza y resistencia

a la compresión. Además, si las partículas son de naturaleza suave, pueden mejorar la lubricidad y la resistencia al desgaste. Es importante destacar que las partículas generalmente tienen una baja solubilidad en la matriz y no deben provocar reacciones químicas entre los componentes. La incorporación de las partículas en la matriz se lleva a cabo mediante un proceso mecánico (Dávila et al., 2011).

2.13 ENSAYOS DESTRUCTIVOS Y EVALUACIÓN DE LAS PROPIEDADES MECÁNICAS Y QUÍMICAS

En la caracterización de materiales compuestos, la determinación de las propiedades mecánicas se basa en la realización de un número específico de probetas, las cuales son sometidas a ensayos destructivos para evaluar su comportamiento.

El objetivo de estos ensayos es observar cómo se comporta el material en diferentes pruebas y comparar sus propiedades mecánicas con las de los materiales tradicionales disponibles en el mercado. Por lo general, se espera que las propiedades mecánicas del material compuesto sean similares o incluso mejores que las de los materiales convencionales en términos de peso, resistencia a la tracción y compresión, elasticidad, plasticidad, ductilidad, fragilidad, entre otros.

Al realizar los ensayos destructivos, se busca obtener información precisa y confiable sobre las propiedades mecánicas de la fundición. Esto es crucial para garantizar su idoneidad en aplicaciones específicas y para respaldar su uso en reemplazo de materiales tradicionales en diferentes industrias.

2.13.1 ESPECTROMETRÍA DE EMISIÓN POR CHISPA

La espectrometría de chispa es un método ampliamente utilizado en la industria del metal para el análisis directo de muestras metálicas. Este método permite determinar varios elementos químicos presentes en aleaciones, incluso aquellos de baja masa atómica. Según Harvey, se emplea una fuente de chispa que produce emisiones breves, con una duración de unos pocos microsegundos. En este proceso, la muestra actúa como uno de los electrodos, mientras que el otro electrodo está hecho de tungsteno. Estos electrodos se encuentran separados por un espacio de 3-6 mm. Se aplica un potencial que puede oscilar desde 300 a 500 voltios hasta incluso 1020 kilovoltios. La frecuencia de las chispas se encuentra en el rango de 100 a 500 por segundo. Dentro del plasma, la temperatura puede alcanzar niveles

intensos, lo que resulta en la emisión tanto de líneas espectrales de átomos como de iones formados en el plasma (Harvey, 2000).

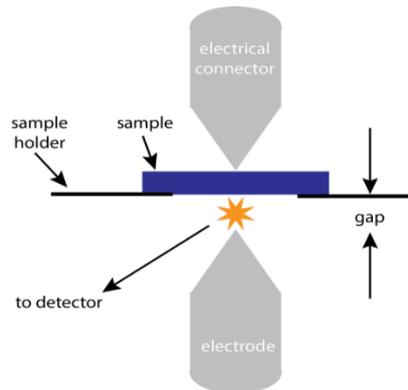


Figura 2.29 Fuente de chispa

Fuente: (Harvey, 2000, pág. 149)

La cuantificación de los metales presentes en las tres muestras se realizó empleando el Espectrómetro de Chispa marca BRUKER modelo Q4TASMAN y se reportan los datos con tres cifras decimales.



Figura 2.30 Espectrómetro de Chispa marca BRUKER modelo Q4TASMAN

Fuente: Laboratorio de metalurgia Universidad Politécnica Nacional.

El estallido estelar naranja muestra la ubicación donde se forma el plasma y donde tiene lugar la emisión como se muestra en la figura 2.29. La emisión del plasma generado por la fuente de chispa se captura y analiza utilizando los mismos tipos de sistemas ópticos descritos en la sección anterior sobre la espectroscopía de emisión atómica en llamas y fuentes de plasma.

2.13.2 ENSAYO DE TRACCIÓN

El ensayo de tracción de un material implica someter una placa conocida como probeta, con dimensiones normalizadas, a una fuerza uniaxial de estiramiento a lo largo de su eje

principal. Esta fuerza se incrementa gradualmente hasta alcanzar el punto de fractura de la probeta. El propósito de este ensayo es determinar la resistencia elástica, resistencia máxima y plasticidad del material.

La norma ASTM A48 se utiliza para realizar el ensayo de tracción en materiales metálicos de fundición de hierro. Este ensayo se lleva a cabo utilizando una máquina universal de ensayos, siguiendo los procedimientos y parámetros establecidos en dicha norma. El objetivo es evaluar las propiedades mecánicas del material, como la resistencia a la tracción, la elasticidad y la deformación en el punto de rotura, entre otros.



Figura 2.31 Montaje de la muestra M23.054.01 en la maquina universal de ensayos

Fuente: Laboratorio de ensayos destructivos Universidad Politécnica Nacional.

Las probetas utilizadas para el ensayo deben cumplir con las dimensiones específicas establecidas en la norma mencionada anteriormente. Además, es necesario que las probetas estén libres de defectos visibles, tales como fisuras o imperfecciones, en sus superficies. Esto garantiza que el ensayo se realice de manera precisa y que los resultados obtenidos sean representativos de las propiedades mecánicas del material analizado (Ponce, 2020).

2.13.3 ENSAYO DE DUREZA

El ensayo de dureza es una prueba mecánica utilizada para determinar la resistencia de un material a la deformación plástica localizada, generalmente mediante la aplicación de una carga estática o dinámica. El objetivo principal del ensayo de dureza es medir la capacidad del material para resistir la penetración, la abrasión o la indentación (Askeland y Wright, 2017).

Existen diferentes métodos y escalas de dureza, cada uno adecuado para diferentes tipos de materiales y aplicaciones. Algunos de los métodos de ensayo de dureza más comunes incluyen:

- **Dureza Brinell (HB):** Se utiliza una bola de acero endurecido o carburo de tungsteno y se mide la huella dejada en el material.
- **Dureza Rockwell (HR):** Se aplica una carga y se mide la profundidad de penetración de un penetrador cónico o esférico.
- **Dureza Vickers (HV):** Se utiliza un penetrador con forma de pirámide de diamante y se mide la longitud de las diagonales de la indentación.
- **Dureza Knoop (HK):** Similar a la dureza Vickers, pero utiliza un penetrador con forma de pirámide alargada.

El ensayo de dureza que se utilizó está basado en la norma ASTM E18 y la preparación de las muestras bajo la norma ASTM E3-95, está ampliamente utilizada en la industria para evaluar la calidad de los materiales, determinar su dureza, resistencia al desgaste, comparar diferentes materiales, controlar la producción y fabricación de componentes. Este ensayo fue realizado con el equipo Durómetro Universal Novotest de la Universidad Politécnica Nacional de Quito.

2.13.4 DIFRACCIÓN DE RAYOS X

La difracción de rayos X es un fenómeno caracterizado por la interferencia constructiva, el cual ocurre cuando un haz de rayos X incide sobre un material sólido. Para que este proceso ocurra, se deben cumplir dos condiciones: la ley de Bragg y una disposición ordenada de los átomos dentro de la estructura del material (Dávila et al., 2011).

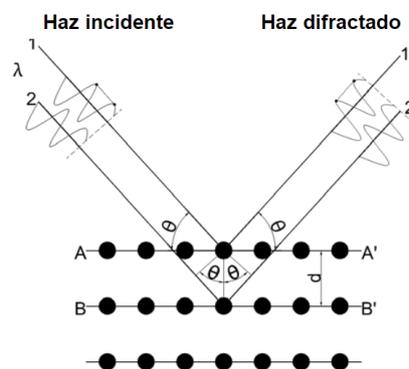


Figura 2.32 Esquema de la difracción de los rayos X por los planos de un cristal

Fuente: (Dávila et al., 2011)

La generación de rayos X se produce en un tubo de vidrio que contiene un vacío extremadamente bajo. En este tubo, se coloca un filamento de wolframio como cátodo, el cual genera un haz de electrones. Frente al cátodo se encuentra el ánodo, que puede ser de

hierro, molibdeno o cobre. Al encender el cátodo, se genera una diferencia de potencial entre él y el ánodo, creando un campo eléctrico que dirige los electrones hacia el ánodo. En el ánodo, ocurre la colisión y se generan los rayos X en todas las direcciones. Para direccionar los rayos X, se utilizan ventanas de berilio (Dávila et al., 2011).

La difracción de rayos X se utiliza para analizar muestras cristalinas y permite identificar las fases cristalinas presentes en la muestra. La intensidad de radiación que llega al detector se representa en un difractograma, que es la huella dactilar única de cada sustancia cristalina. Para realizar el análisis, las muestras deben ser polvos cristalinos finos o soportadas en láminas delgadas, con un porcentaje de minerales cristalinos mayor al 1%. Esta técnica encuentra aplicaciones en campos como química inorgánica, cristalografía, física del estado sólido, ciencia de materiales, entre otros. En el ámbito de la nanotecnología, la difracción de rayos X permite determinar la cristalinidad, el parámetro de red y la estequiometría de nanopartículas y películas delgadas, lo que ayuda a evaluar la calidad y pureza de los materiales sintetizados (Harvey, 2000).

2.13.4.1 Ley de Bragg

La ley de Bragg establece una relación entre la longitud de onda de los rayos X, la distancia interatómica y el ángulo de incidencia del haz sobre la muestra. Según esta ley, la distancia entre los átomos debe ser un múltiplo exacto de la longitud de onda de los rayos X para que se produzca la interferencia constructiva. La interferencia constructiva neta solo ocurre cuando se cumple la ecuación de Bragg (Güemes y Piris, 2012).

$$n\lambda = 2d\sin\theta \quad [2.1]$$

Donde:

n : orden de las reflexiones (tomadas para ser 1)

λ : longitud de onda del haz de rayos X

d : espacio interplanar

θ : ángulo de incidencia

Los órdenes de reflexión más grandes que 1 son contabilizados por los índices de Miller

2.13.4.2 Índice de Miller

Los índices de Miller son una notación utilizada en cristalografía para describir los planos cristalinos y las direcciones en un cristal. Se representan mediante tres números enteros (hkl) y proporcionan información sobre la orientación de los planos cristalinos en relación con los ejes de coordenadas. Estos índices son útiles para analizar y comunicar la información en cristalografía, facilitando el estudio de la simetría, la estructura y las propiedades de los materiales cristalinos. Estos índices son esenciales para comprender la disposición atómica en un cristal y su influencia en las características del material (Newell, 2010).

El proceso de determinar los índices de Miller de un plano implica los siguientes pasos: primero, se identifica dónde el plano intercepta las líneas de coordenadas x, y, y z utilizando los parámetros de la red cristalina. Luego, se toma la recíproca de estos tres puntos. A continuación, se simplifican las fracciones obtenidas, pero sin reducir los resultados. Por último, se agregan los resultados entre paréntesis (Newell, 2010).

2.13.5 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO MEB

En esencia, existen dos tipos principales de microscopios electrónicos: el microscopio electrónico de barrido y el microscopio electrónico de transmisión. Ambos utilizan electrones como fuente de iluminación y emplean lentes electromagnéticas para enfocar el haz de electrones sobre la muestra. Además, cuentan con lentes objetivos que permiten la ampliación de la imagen y lentes protectores que posibilitan la observación de la forma, la estructura interna y el ordenamiento atómico de la muestra analizada (Ponce, 2020).

El principio de funcionamiento del microscopio electrónico de barrido implica que un haz de electrones de diámetro entre 1 y 100 nm y una tensión de 10 a 40 keV incide sobre la muestra, realizando un escaneo punto por punto en su superficie. Los electrones secundarios o retro dispersos generados por la interacción con la muestra son recogidos por un detector conectado a un amplificador, el cual envía señales digitales a una pantalla para visualizar la forma y textura de los materiales en tres dimensiones. Este microscopio permite observar aumentos de hasta 100.000 veces y objetos con dimensiones típicamente entre 15 y 100 nm (Dávila et al., 2011).

En el campo de la microscopía electrónica, es necesario acelerar los electrones mediante altos voltajes y operar el sistema en condiciones de alto vacío, es decir, con presiones muy bajas. Esto se hace para evitar que los electrones, que siguen una trayectoria predefinida

desde la fuente hasta la muestra, se desvíen debido a la presencia de átomos o moléculas ajenas que no forman parte de la muestra analizada (Ponce, 2020).

CAPÍTULO III

3. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

3.1 ENFOQUE INVESTIGATIVO

En esta investigación se empleó una metodología que combinó enfoques cuantitativos y cualitativos. En primer lugar, se realizaron ensayos destructivos para obtener datos numéricos sobre las propiedades del material, como resistencia, dureza y tenacidad.

Además, se llevaron a cabo análisis microestructurales para examinar las fases de la formación de cristales en las muestras de la fundición metálica, lo cual proporcionó información cualitativa sobre la estructura y composición del material. Estos datos, tanto cuantitativos como cualitativos, fueron cuidadosamente verificados y organizados en tablas, gráficos y diagramas para su posterior análisis e interpretación.

3.1.1 TIPOS DE INVESTIGACIÓN

3.1.1.1 Exploratoria

La investigación adoptó un enfoque exploratorio al realizar una investigación exhaustiva sobre la formación de materiales compuestos con partículas y sus propiedades mecánicas, químicas y/o eléctricas. Se llevó a cabo una indagación profunda para determinar las fracciones volumétricas adecuadas para la disposición del material y se identificó el método más adecuado para incorporar las partículas a la matriz metálica. Además, se estableció la disposición y longitud adecuadas de los moldes, lo que permitió calcular la cantidad necesaria de matriz y material particulado para fabricar las probetas.

3.1.1.2 Descriptiva

La investigación se clasifica como descriptiva, ya que se centró en identificar y describir las distintas fases del material particulado. Además, se realizaron ensayos destructivos para evaluar cuál de las dos configuraciones de nanotubos de carbono multicapa (MWNTC's) en la matriz metálica de hierro fundido ASTM A48 clase 20 presenta mejoras en las propiedades mecánicas.

3.1.1.3 Bibliográfica

Para llevar a cabo este estudio, fue fundamental realizar una exhaustiva búsqueda en diversas fuentes de investigación, como artículos científicos, revistas, libros, tesis y otros recursos relevantes. El objetivo principal era garantizar la confiabilidad de la información recopilada y asegurar que contribuyera de manera efectiva al desarrollo del tema de investigación establecido. De esta manera, se pudo obtener información pertinente y adecuada al tema de estudio, lo cual fue esencial para el avance y la efectividad de la investigación.

3.1.1.4 Experimental

La metodología utilizada en este estudio fue de naturaleza experimental, enfocándose en la realización de ensayos destructivos para obtener información detallada sobre las propiedades de tracción y dureza. Además, se llevaron a cabo análisis químicos y microestructurales para identificar la presencia y composición química de los nanotubos de carbono multicapa en la matriz metálica. Estos resultados proporcionaron información valiosa que puede contribuir a futuras investigaciones en el campo de los materiales compuestos con matriz metálica.

3.1.2 POBLACIÓN Y MUESTRA

A continuación, se presenta las características y porcentajes de composición de la fundición metálica de una matriz metálica con material particulado:

Tabla 3.1 Propiedades del material particulado

Variable	Cuantía
Nombre	Nanotubos de carbono multicapa MWNTC's
Pureza	> 90% en peso
Contenido de -OH	~ 0.7% en peso
Diámetro exterior	30- 50 nm
Diámetro interior	5-10 nm
Longitud	5-15
mmm SSA	>> 200 m ² /g
Ceniza	< 3.5% en peso
Conductividad eléctrica	> 100 s/cm
Resistencia a la tracción	10 – 60 GPa
Método de fabricación	Método de fabricación

Fuente: www.ssnano.com

Tabla 3.2 Propiedades mecánicas de la matriz metálica

Variable	Cuantía
Nombre	Fundición gris ASTM A48 clase 20 (GG20)
Resistencia a la tracción	138 [N/mm ²]
Dureza Brinell	HB30 170-210 [Kg/mm ²]
Módulo de elasticidad	100 [kN/mm ²]
Resistencia a la compresión	800 [N/mm ²]
% de carbono (C)	3.20-3.40 [%]
% de Silicio (Si)	2.10-2.30 [%]

Fuente: www.iron-foundry.com

La matriz metálica consiste principalmente en hierro fundido ASTM A48 clase 20 con una proporción de 99.5 % y 99%. Esta matriz metálica constituye la estructura base del material compuesto y contribuye a sus propiedades generales.

El material particulado utilizado en la composición está compuesto por MWNTC's con un porcentaje de 0.5% y 1%. Estas partículas se dispersan dentro de la matriz metálica con el propósito de mejorar ciertas propiedades específicas del material compuesto.

Estos valores son esenciales para comprender la composición y la proporción de los componentes presentes en la fundición metálica con matriz metálica y material particulado.

3.1.3 OPERACIÓN DE VARIABLES

3.1.3.1 Variable independiente

Matriz metálica de hierro gris ASTM A48 clase 20 con nanotubos de carbono de pared múltiple (MWNTC's).

Tabla 3.3 Variable independiente

Variable	Contextualización	Categorías	Indicadores	Índices	Técnicas e instrumentos
Matriz metálica de hierro gris ASTM A48 clase 20 con nanotubos de carbono de pared múltiple (MWNTC's).	Un material compuesto se compone de dos o más materiales o elementos que, al unirse, crean un nuevo material con características únicas y mejoradas, ya sea	Material metálico con partículas cilíndricas de carbono de pared múltiple.	Método de fusión del material Fracción volumétrica	Fundición en alto horno 0,5 % y 1 % de MWNTC's	-Investigación bibliográfica -Registro de datos -Observación -Medición -Normas

	en sus propiedades mecánicas, químicas y/o eléctricas.		Estratificación	Manual	ASTM A48 tracción ASTM E3-95 metalurgia ASTM E18-15 dureza Difracción de rayos X Microscopia electrónica de barrido MEB
--	--	--	-----------------	--------	---

3.1.3.2 Variable dependiente

Valores de las propiedades mecánicas y microestructurales de la matriz metálica con MWNTC's.

Tabla 3.4 Variable dependiente

Variable	Contextualización	Categorías	Indicadores	Índices	Técnicas e instrumentos
Datos que se determinan mediante ensayos metalúrgicos y destructivos	Estos ensayos se realizan para evaluar el comportamiento del material bajo distintas condiciones y cargas, proporcionando información esencial para su diseño y aplicación en diversos campos de la ingeniería.	Propiedades mecánicas Análisis metalúrgico y microestructurales	Tracción Dureza Difracción de rayos X Espectrometría de emisión por chispa Microscopia electrónica de barrido MEB	Resistencia a la tracción () Módulo de elasticidad () Dureza Composición química, cristalográfica y microestructural del material	- Investigación bibliográfica - Investigación de campo -Fichas y datos de los ensayos

3.1.4 RECOLECCIÓN DE INFORMACIÓN

La información utilizada en esta investigación se obtuvo a través de un exhaustivo estudio bibliográfico que abarcó diversas fuentes como libros, tesis, artículos científicos y revistas científicas. Estas fuentes proporcionaron datos de investigaciones previas que sirvieron como base y respaldo para el trabajo realizado. Además, se recopilaron datos a partir de ensayos específicos como tracción y dureza prestando especial atención a los parámetros

relevantes para el estudio. Por otro lado, se realizaron análisis metalúrgicos en las muestras, lo que permitió evaluar la adherencia entre la matriz metálica y las nanopartículas de carbono.

3.1.5 PROCESAMIENTO Y ANÁLISIS

3.1.5.1 Procesamiento y análisis de información

Se procedió a analizar los datos recopilados de los ensayos de tracción y dureza, así como del análisis metalúrgico, microscopia electrónica y difracción de rayos X realizados en el material compuesto. Estos datos fueron procesados de la siguiente manera:

- Se examinaron detalladamente los datos obtenidos para seleccionar la información más relevante y organizarla de forma clara.
- Se crearon fichas técnicas que resumieron y procesaron los datos obtenidos de los ensayos realizados.
- Los resultados obtenidos fueron analizados e interpretados para extraer conclusiones significativas.
- Se elaboraron cuadros comparativos que permitieron identificar el material que mostraba las mejores propiedades en base a los resultados obtenidos.

3.1.5.2 Análisis e interpretación de resultados

Después de llevar a cabo los ensayos de tracción y dureza en el laboratorio, se procedió a analizar e interpretar los resultados. Se utilizaron un total de 3 probetas para cada muestra de ensayos de tracción y 1 probeta de cada muestra para los análisis metalúrgicos siguiendo las pautas establecidas por las normas ASTM correspondientes a cada ensayo, esto se hizo con el fin de obtener datos más precisos. Durante esta etapa, se evaluó la viabilidad de la configuración y la fracción volumétrica utilizada en las probetas, así como las propiedades mecánicas del nuevo material cuando se somete a dichas pruebas. Luego, se llevó a cabo el análisis metalúrgico de composición química, difracción de rayos x y microscopia electrónica de barrido para determinar la adherencia entre los distintos componentes (matriz metálica más nanotubos de carbono de pared múltiple MWNTC's) utilizados en el material sintetizado. Además, se recopilaron y tabularon los resultados obtenidos en los ensayos del nuevo material, lo que permitió realizar una comparación precisa entre las dos configuraciones y determinar cuál presentaba la mejoras en las propiedades mecánicas y estructurales.

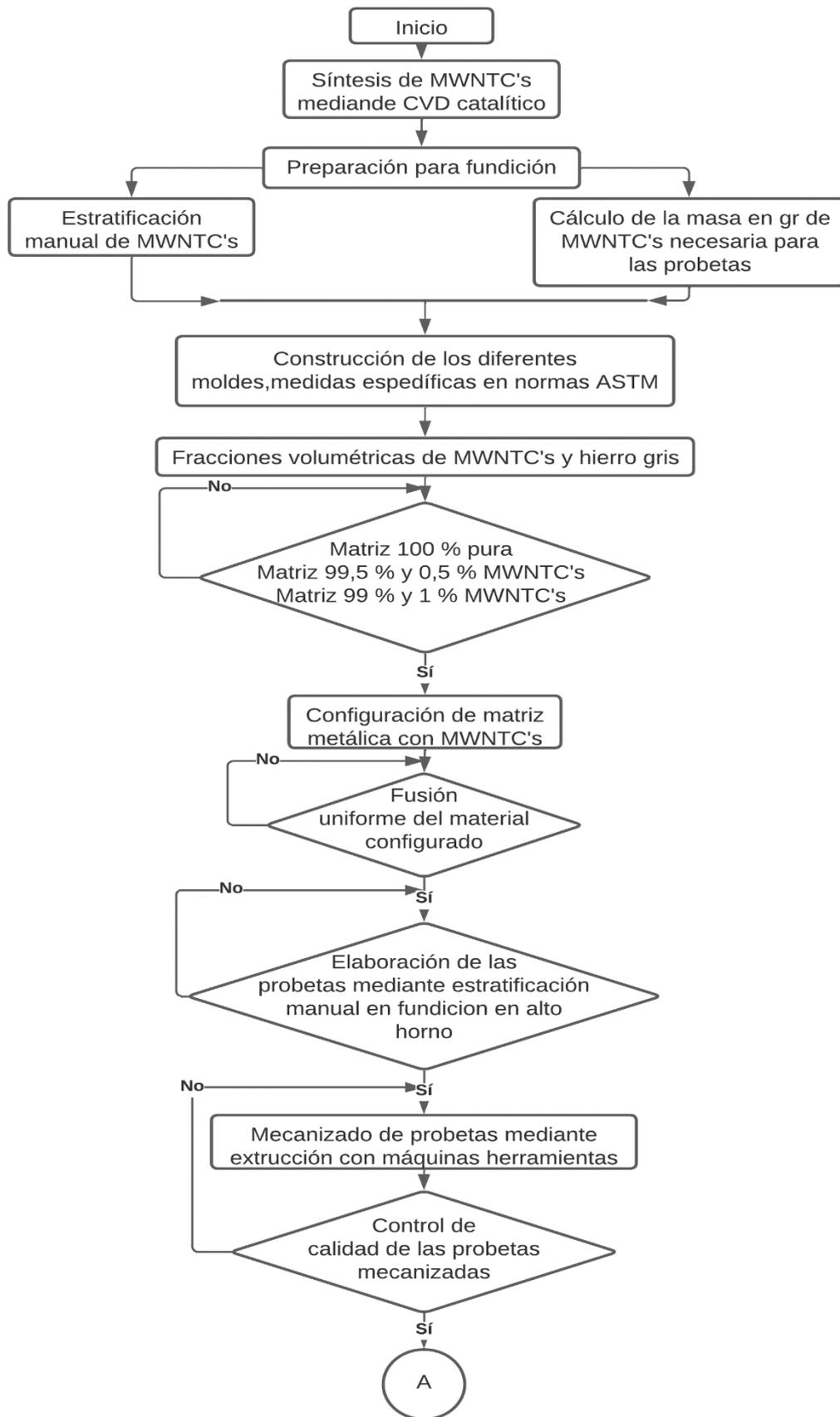


Figura 3.1 Diagrama de flujo etapa 1

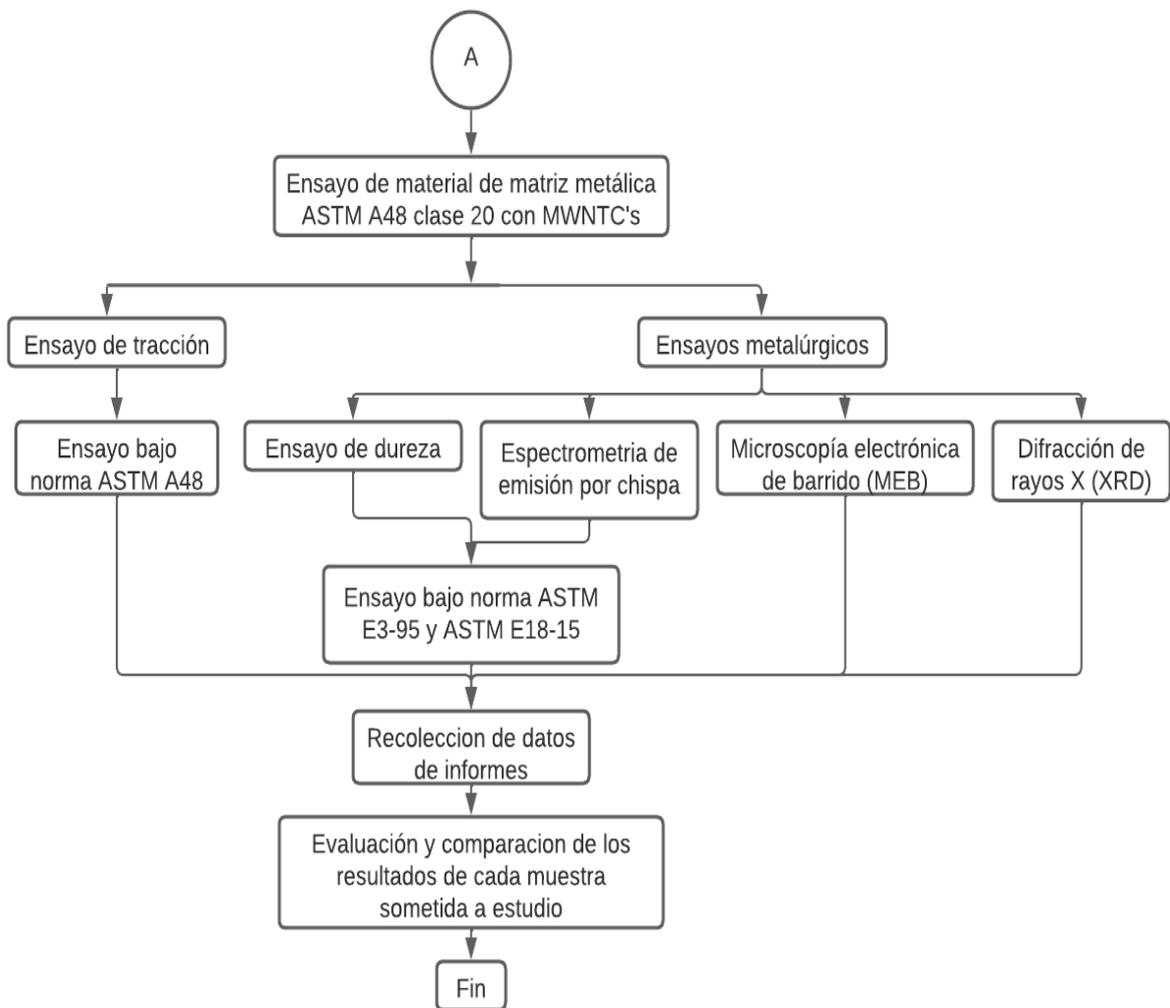


Figura 3.2 Diagrama de flujo etapa 2

3.2 PROCEDIMIENTO

3.2.1 PROCESOS DE OBTENCIÓN DEL MATERIAL BASE Y MATERIAL PARTICULADO

3.2.1.1 Síntesis de MWNTC's mediante CVD catalítico

La síntesis de nanotubos de carbono de pared múltiple (MWNTC's) mediante CVD catalítico es un proceso ampliamente utilizado para producir nanotubos de carbono de alta calidad y alta pureza. En este método, se introduce un precursor de carbono gaseoso, como el metano, en presencia de un catalizador metálico, como el hierro, el níquel o el cobalto, en una cámara de reacción a altas temperaturas (Maubert et al., 2009).

El catalizador actúa como un núcleo de crecimiento para los nanotubos de carbono, favoreciendo la descomposición del precursor y la deposición de carbono en forma de nanotubos en su superficie. A medida que los nanotubos crecen, se forman estructuras tubulares concéntricas de pared múltiple. Este proceso permite controlar el diámetro, la longitud y la estructura de los nanotubos de carbono producidos, lo que los hace adecuados para una amplia gama de aplicaciones en campos como la electrónica, la nanotecnología y los materiales compuestos (Alcca, 2005).

3.2.1.2 Fundición de hierro gris ASTM A48 clase 20

La fundición de hierro gris ASTM A48 clase 20 se realizó mediante la fundición en alto horno con material reciclado de las mismas características de dicho material. En este proceso se utilizó aire caliente a presión para agilizar la fundición del metal. Además, se tuvo un riguroso control en las cantidades de silicio y carbono mineral que fue añadido durante su producción para obtener un material con las condiciones de dicha norma. Finalmente se calculó la cantidad que debía ser depositada en el cubilote para fusionarlo con los MWNTC's

3.2.2 CÁLCULO DE LA MASA EN (GR) DEL MATERIAL PARTICULADO

Para realizar los cálculos y determinar la masa (g) de los nanotubos de carbono de pared múltiple (MWNTC's) y la matriz metálica de hierro gris ASTM clase 20, se requirió obtener las dimensiones precisas de las probetas. Además, fue necesario establecer las fracciones volumétricas que se utilizarían en los diferentes grupos de probetas para cada uno de los ensayos. Estos datos son fundamentales para llevar a cabo las mediciones y análisis requeridos en la investigación.

3.2.2.1 Volumen de las probetas a tracción

Las probetas utilizadas en los ensayos de tracción se obtuvieron con una muestra cilíndrica basada en las dimensiones establecidas por la normativa ASTM A48 para probetas tipo A.

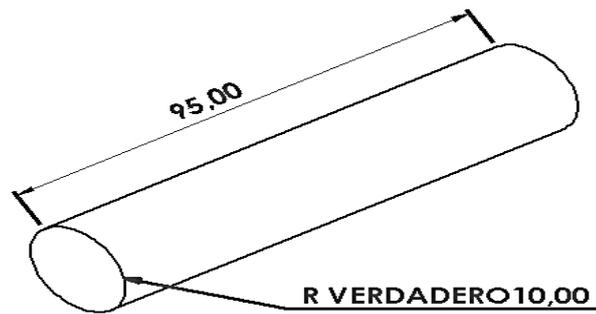


Figura 3.3 Dimensiones muestra sin mecanizar para ensayos de tracción en (mm)

Fuente: (American Society for Testing and Materials, 2016, pág. 5)

Con estas dimensiones se procede a calcular el volumen de las probetas para ensayos de tracción.

Cálculo del volumen

$$V = \pi * r^2 * h$$

Donde:

r = radio de la cara de la probeta (mm)

h = altura de la probeta (mm)

$$V = \pi * 10^2 * 95$$

$$V = 29\,845,13 \text{ mm}^3$$

$$V = 29,85 \text{ cm}^3$$

3.2.2.2 Volumen de las probetas para análisis metalúrgicos y composición química.

Las probetas utilizadas en los análisis metalográficos se colocan según las directrices establecidas en la normativa ASTM E3-95 y ASTM E18-15.

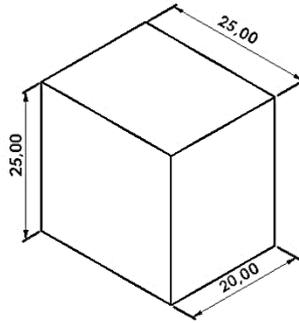


Figura 3.4 Dimensiones probeta para ensayos metalográficos bajo norma ASTM en (mm)

Fuente: (American Society for Testing and Materials, 2017)

Utilizando las dimensiones proporcionadas en la figura 3.4, calculamos el volumen total de las probetas que serán sometidas a análisis metalúrgicos de dureza y composición química.

Cálculo del volumen

$$V = l * l * l$$

Donde:

l = lado de la probeta (mm)

$$V = 25 * 25 * 20$$

$$V = 12\,500 \text{ mm}^3$$

$$V = 12,5 \text{ cm}^3$$

3.2.2.3 Volumen de las probetas para difracción de rayos X

Las probetas utilizadas en los análisis de difracción de rayos x se colocan según las directrices recomendadas por el laboratorio.

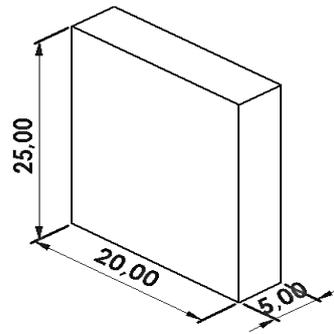


Figura 3.5 Dimensiones probeta para análisis XRD

Utilizando las dimensiones proporcionadas en la figura 3.5, calculamos el volumen total de las probetas que serán sometidas a análisis de difracción de rayos x.

Cálculo del volumen

$$V = l * l * l$$

Donde:

l = lado de la probeta (mm)

$$V = 25 * 20 * 5$$

$$V = 2\,500 \text{ mm}^3$$

$$V = 2,5 \text{ cm}^3$$

3.2.2.4 Volumen de las probetas para microscopia de barrido MEB

Las probetas utilizadas en los análisis de microscopia electrónica de barrido MEB se colocan según las directrices recomendadas por el laboratorio.

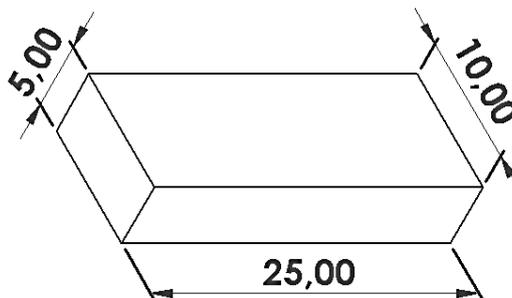


Figura 3.6 Dimensiones probeta para análisis MEB

Utilizando las dimensiones proporcionadas en la figura 3.6, calculamos el volumen total de las probetas que serán sometidas a análisis de microscopia electrónica de barrido.

Cálculo del volumen

$$V = l * l * l$$

Donde:

l = lado de la probeta (mm)

$$V = 25 * 10 * 5$$

$$V = 1\ 250\ mm^3$$

$$V = 1,25\ cm^3$$

3.2.3 CONDICIONES DE LAS PROBETAS

Las fracciones volumétricas que se utilizarán en los análisis corresponden a las previamente determinadas en el perfil del tema de estudio.

Las fracciones volumétricas son:

- Matriz 100 % pura
- Matriz 99,5 % / material particulado 0,5 %
- Matriz 99 % / material particulado 1%

Uno de los aspectos fundamentales a tener en cuenta es la situación de las nanopartículas, las cuales se añadirán a través de un proceso de fundición en alto horno de forma continua, y se dispersarán por toda la matriz metálica de cada probeta. También se realizará una estratificación manual utilizando una balanza electrónica para asegurar la adición del peso preciso de material particulado.

Tabla 3.5 Composición de probetas para ensayos mecánicos destructivos y metalúrgicos

Ensayo	Grupo	Fracción volumétrica	Tipo de fusión	Estratificación	N° de probetas
Tracción	1	Matriz metálica 100 % pura	Fundición en alto horno continuo	Manual	3
	2	Matriz 99,5 % / material particulado 0,5 %			3
	3	Matriz 99 % / material particulado 1%			3
Dureza y análisis de	1	Matriz metálica 100 % pura	Fundición en alto	Manual	2
	2	Matriz 99,5 % / material particulado 0,5 %			2

composición química	3	Matriz 99 % / material particulado 1%	horno continuo		2
Difracción de rayos x	1	Matriz metálica 100 % pura	Fundición en alto horno continuo	Manual	1
	2	Matriz 99,5 % / material particulado 0,5 %			1
	3	Matriz 99 % / material particulado 1%			1
Microscopia electrónica de barrido	1	Matriz metálica 100 % pura	Fundición en alto horno continuo	Manual	1
	2	Matriz 99,5 % / material particulado 0,5 %			1
	3	Matriz 99 % / material particulado 1%			1
Total de probetas					21

3.2.3.1 Cálculos para obtener la masa total de materiales para realizar las probetas

Las muestras fueron fabricadas utilizando una matriz metálica y material particulado en tres configuraciones distintas para los diferentes ensayos. Se determinó la cantidad precisa de cada tipo de material en gramos requerida en este proyecto, como se muestra a continuación.

Datos:

Densidad (ρ_g) del hierro gris = 7,25 g/cm³ (Bosch, 2022)

Densidad promedio (ρ_c) de los nanotubos de carbono de pared múltiple = 1,37 g/cm³ (Alcca, 2005)

a) Probetas a tracción

Para el cálculo de la masa de las probetas a tracción se debe conocer la densidad del material base y material particulado. Además, el volumen de cada probeta y el número de probetas que se va a realizar.

Para calcular el volumen total de la muestra para cada configuración de matriz metálica de fundición gris ASTM A48 clase 20 con nanotubos de carbono de pared múltiple es necesario utilizar la siguiente ecuación:

$$V = (v1 * N1) + (v2 * N2) + (v3 * N3) + (v4 * N4) \quad [3.1]$$

Donde:

$v1$ = volumen total unitario de las probetas de tracción es de 29,85 cm³

v_2 = volumen total unitario de las probetas para análisis metalúrgicos es de $12,5 \text{ cm}^3$

v_3 = volumen total unitario de las probetas para análisis cristalográfico de difracción de rayos x es de $2,5 \text{ cm}^3$

v_4 = volumen total unitario de las probetas para análisis de microscopia electrónica es de $1,5 \text{ cm}^3$

N_1 = Número de probetas para ensayos tracción

N_2 = Número de probetas para ensayos metalúrgicos de dureza y composición química

N_3 = Número de probetas para análisis de difracción de rayos x

N_4 = Número de probetas para análisis de microscopia electrónica de barrido

Cálculo

$$V = (v_1 * N_1) + (v_2 * N_2) + (v_3 * N_3) + (v_4 * N_4)$$

$$V = (29,85 * 3) + (12,5 * 2) + (2,5 * 1) + (1,5 * 1)$$

$$V = 89,55 + 25 + 2,5 + 1,5$$

$$V = 118,55 \text{ cm}^3$$

El volumen de la muestra para todas las probetas por cada fracción volumétrica y tipo de configuración son:

- Fracción volumétrica de matriz metálica 100 % pura que corresponde a $118,55 \text{ cm}^3$ del material base y 0 cm^3 de material particulado
- Fracción volumétrica de matriz metálica 99,5 % que corresponde a 118 cm^3 y 0,5 % que corresponde a $0,6 \text{ cm}^3$ de material particulado
- Fracción volumétrica de matriz metálica 99 % que corresponde a $117,4 \text{ cm}^3$ y 1 % que corresponde a $1,19 \text{ cm}^3$ de material particulado

La masa de material base y particulado para cada muestra con su respectiva configuración es:

Material base del grupo 1

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$$m = \rho * v$$

$$m = 7,25 \left(\frac{g}{cm^3} \right) * 118,55 cm^3$$

$$m(b1) = 859,49 g$$

El material particulado del grupo 1 es 0, porque su configuración es 100 % puro de material base

$$m(p1) = 0 g$$

Material base del grupo 2

$$m = \rho * v$$

$$m = 7,25 \left(\frac{g}{cm^3} \right) * 118 cm^3$$

$$m(b2) = 855,5 g$$

Material particulado del grupo 2

$$m = \rho * v$$

$$m = 7,25 \left(\frac{g}{cm^3} \right) * 0,6 cm^3$$

$$m(p2) = 4,35 g$$

Material base del grupo 3

$$m = \rho * v$$

$$m = 7,25 \left(\frac{g}{cm^3} \right) * 117,4 cm^3$$

$$m(b3) = 851,15 g$$

Material particulado del grupo 3

$$m = \rho * v$$

$$m = 7,25 \left(\frac{g}{cm^3} \right) * 1,19 cm^3$$

$$m(p3) = 8,62 g$$

Entonces para obtener la masa total del material base que será utilizado para realizar las probetas está dado por:

Cálculo

$$m(Tb) = m(b1) + m(b2) + m(b3)$$

$$m(Tb) = 859,49 + 855,5 + 851,15$$

$$m(Tb) = 2566,14 \text{ g}$$

$$m(Tb) = 2,57 \text{ kg}$$

Entonces para obtener la masa total del material particulado que será utilizado para realizar las probetas esta dado por:

Cálculo

$$m(Tp) = m(p1) + m(p2) + m(p3)$$

$$m(Tp) = 0 + 4,35 + 8,62$$

$$m(Tp) = 12,97 \text{ g}$$

$$m(Tp) = 0,013 \text{ kg}$$

La fracción másica que se va a utilizar para realizar las probetas que se someterán a ensayos mecánicos destructivos y metalúrgicos es de: 2566,14 g de material base de fundición gris ASTM A48 clase 20 y 12,97 g de material particulado de nanotubos de carbono de pared múltiple MWNTC's.

A continuación, se presenta un cuadro general que muestra el uso en gramos de Fundición gris ASTM A48 clase 20 y MWNTC's para las diferentes probetas utilizadas en los ensayos de tracción, ensayos metalúrgicos y análisis cristalográfico y microscópico:

Tabla 3.6 Cuadro resumen del total de gramos utilizados para cada configuración

Ensayo	N° de probetas	Configuración	Material base (g)	Material particulado (g)
Tracción	3	Matriz metálica 100 % pura	671,3	0
	3	Matriz 99,5 % / material particulado 0,5 %	667,9	3,4
	3	Matriz 99 % / material particulado 1%	664,5	6,7
Dureza y análisis de composición química	2	Matriz metálica 100 % pura	187,5	0
	2	Matriz 99,5 % / material particulado 0,5 %	186,6	0,9
	2	Matriz 99 % / material particulado 1%	185,6	1,9
	1	Matriz metálica 100 % pura	18,8	0

Difracción de rayos x	1	Matriz 99,5 % / material particulado 0,5 %	18,7	0,1
	1	Matriz 99 % / material particulado 1%	18,6	0,2
Microscopía electrónica de barrido	1	Matriz metálica 100 % pura	11,3	0
	1	Matriz 99,5 % / material particulado 0,5 %	11,2	0,06
	1	Matriz 99 % / material particulado 1%	11,1	0,1

Nota: Los valores específicos en gramos para cada tipo de material en cada ensayo deben ser proporcionados en el cuadro según los requerimientos y cálculos determinados en el proyecto ya que en la tabla se consideró solo un decimal.

Tabla 3.7 Total de los gramos utilizados para cada configuración de todas las probetas

Material	Total (g)
MWNTC's	12,97
ASTM A48 clase 20	2566,14

3.2.4 FABRICACIÓN DE LAS PROBETAS

3.2.4.1 Fabricación de los moldes

Se siguieron las normativas ASTM A48, ASTM E3-95 y ASTM E18-15 para la fabricación de los moldes utilizados en los ensayos de tracción y los ensayos metalúrgicos de mapeo de durezas y composición química. Para los ensayos de cristalografía y microscopía electrónica, se elaboraron probetas según las indicaciones específicas del laboratorio.

Los moldes fueron construidos utilizando madera común, siguiendo las dimensiones establecidas en las normativas correspondientes. Se utilizó madera con un ancho de 70 mm, 400 mm de largo y un espesor de 20 mm para garantizar una remoción eficiente de material durante el proceso de moldeo. El método utilizado fue el moldeo en arena silícica, utilizando moldes de madera como se muestra a continuación:

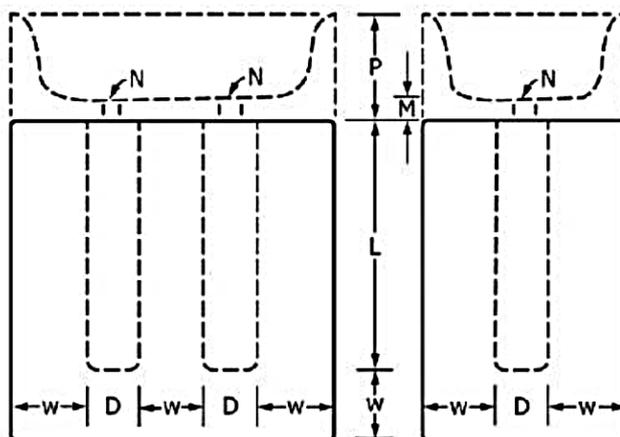


Figura 3.7 Moldes para ensayos de tracción según la norma ASTM A48

Fuente: (American Society for Testing and Materials, 2016, pág. 5)

Se utilizó un molde de tres probetas para cada grupo y su respectiva configuración, es decir se utilizaron tres moldes de tres probetas con normativa ASTM A48. Las dimensiones están detalladas en el Anexo 1.

Para los demás ensayos se utilizó tres planchas de molde en arena sílica como se muestra a continuación:

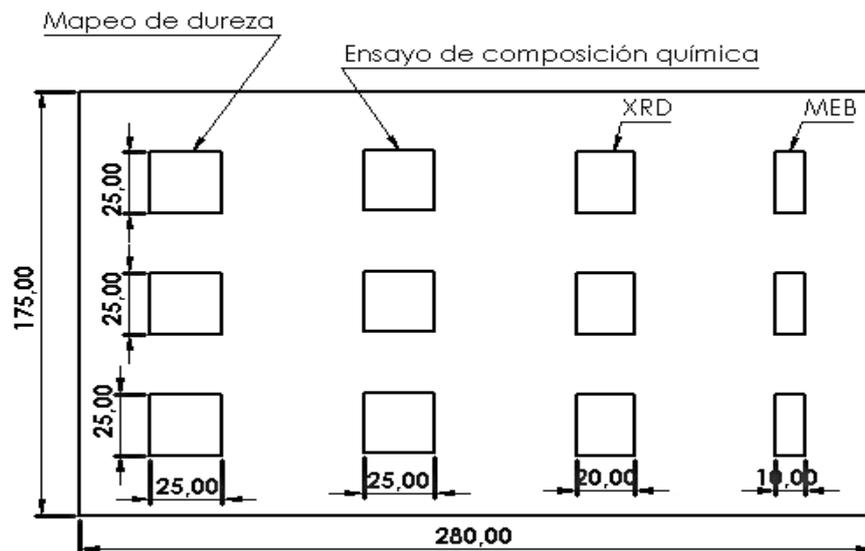


Figura 3.8 Moldes para ensayos metalúrgicos y cristalográficos bajo normativa ASTM

3.2.4.2 Moldeo en arena sílica con CO₂

- a) La arena silícica es agrupada en un depósito libre de humedad y partículas que pueden interferir en el moldeo.



Figura 3.9 Arena sílica para moldeo

- b) Triturar de la arena sílica reduciendo el tamaño de los granos de arena, evitando la formación de grumos que podrían afectar negativamente la calidad y precisión de las

piezas fundidas. La trituración se lleva a cabo utilizando equipos específicos que desintegran la arena, obteniendo partículas más finas y uniformes. De esta manera, se garantiza una distribución homogénea de la arena durante el moldeo.



Figura 3.10 Triturador de rodillos

- c) Utilizar arena sílica para dar forma a las piezas. Se procede a compactar firmemente la arena encima del molde, asegurando una distribución uniforme. Para evitar la acumulación excesiva de presión durante la colada del material fundido, se suministra CO_2 en diferentes partes del molde. Esto crea orificios que permiten la liberación controlada de la presión, evitando posibles explosiones del molde. Este paso es crucial para garantizar un moldeo seguro y exitoso de las piezas.



Figura 3.11 Orificios de liberación de presión (pequeños), orificios para verter el material fundido (grandes)

- d) Secar el molde quemando la superficie del lado del moldeo mediante el uso de un quemador convencional. Esto se realiza para eliminar cualquier humedad residual que pueda estar presente en el molde. Es fundamental evitar que el agua entre en

contacto con el material fundido, ya que esto podría resultar en una explosión del molde. La temperatura utilizada para este proceso es de aproximadamente 1200 °C.



Figura 3.12 Secado mediante quemador con gas licuado de petróleo (GLP)

- e) Una vez que los moldes están preparados, se inicia el proceso de fundición en el horno. Es importante asegurarse de que el horno tenga las condiciones adecuadas para fundir el metal. Esto implica el uso de aire caliente a presión y coque mineral como combustible para generar altas temperaturas. Además, se agrega piedra caliza como fundente, lo que ayuda a lograr una estratificación adecuada y producir hierro gris conforme a la norma ASTM A48 clase 20. Este proceso garantiza que el metal fundido adquiera las características deseadas para las pruebas y ensayos posteriores.



Figura 3.13 Alto horno de fundición continua

- f) Una vez que el material se encuentra fundido, se procede a verterlo en el cubilote en la cantidad volumétrica necesaria para cada configuración de prueba. Previamente, se añade la cantidad específica de cada fracción de peso de MWNTC's para lograr una dispersión uniforme en la matriz metálica. Una vez que se ha preparado la mezcla adecuada, se vierte en los moldes hasta que estén completamente llenos. Este paso es crucial para asegurar que cada probeta tenga la composición y distribución

de nanopartículas deseada en su matriz metálica, lo cual es fundamental para los ensayos y análisis posteriores.



Figura 3.14 Fundición de MWNTC's con ASTM A48 clase 20

- g) Después de verter el material en los moldes, se permite que reposen durante 24 horas para evitar la formación de cristales no deseados. Durante este período, se realiza un enfriamiento lento a temperatura ambiente. Este proceso de enfriamiento controlado es importante para asegurar la estructura deseada del material fundido y evitar la formación de defectos en las probetas. Al permitir que los moldes se enfríen gradualmente, se promueve la formación de una microestructura más uniforme y se minimiza la posibilidad de tensiones o grietas en el material.
- h) Después de que los moldes estén preparados, se lleva a cabo un proceso de pulido para eliminar cualquier imperfección en las probetas. Para ello, se utilizan máquinas herramientas como un torno y una cortadora eléctrica. Estas herramientas permiten realizar cortes y eliminar el exceso de material de manera precisa, asegurando que las probetas queden en un estado óptimo para llevar a cabo los ensayos. El pulido es fundamental para obtener superficies lisas y uniformes, lo cual es crucial para garantizar resultados precisos y confiables en los ensayos mecánicos y metalúrgicos.



Figura 3.15 Torno paralelo de banco

- i) Obtención de probetas para ensayos de tracción.



Figura 3.16 Probetas de tracción mecanizadas bajo norma ASTM A48/A48M

- j) Obtención de probetas para ensayos metalúrgicos de mapeo de durezas y metalúrgicos.



Figura 3.17 Probetas para ensayos metalúrgicos bajo norma ASTM E3-95

CAPÍTULO IV

4. ANÁLISIS DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 RECOLECCIÓN DE DATOS

En el proyecto de investigación, se realizaron ensayos mecánicos destructivos de dureza y tracción para determinar las propiedades de un material con la presencia de material particulado en la matriz metálica. Se utilizaron normas de la ASTM (American Society for Testing and Materials) para materiales metálicos y fundiciones gris, que establecen estándares de diseño de las probetas para cada ensayo.

Además de los ensayos de tracción, dureza y espectrometría de emisión por chispa realizados en la Universidad Politécnica Nacional, se empleó una máquina de ensayos universales propia para materiales compuestos. Por otro lado, los ensayos de difracción de rayos X y microscopía MEB (Microscopía Electrónica de Barrido) se llevaron a cabo en la Escuela Superior Politécnica del Litoral en el Centro de Investigación y Desarrollo en Nanotecnología (CIDNA). Estos ensayos permitieron observar el comportamiento y la estructura del material a nivel microscópico.

Los datos obtenidos en los ensayos se organizaron en tablas clasificadas por el tipo de ensayo realizado y las diferentes configuraciones establecidas. Esto facilita la interpretación de los resultados y permite analizar las propiedades del material en función de las variables estudiadas.

Tabla 4.1 Configuración y estratificación del material

Disposición y configuración del material		
Material	Grupo	Configuración
Fundición gris ASTM A48 clase 20 con nanotubos de carbono de pared múltiple MWNTC's	Grupo 1	Matriz metálica 100 % pura
	Grupo 2	Matriz 99,5 % / material particulado 0,5 %
	Grupo 3	Matriz 99 % / material particulado 1%

4.1.1 FICHAS DE REPORTE DE ENSAYOS DESTRUCTIVOS MECÁNICOS

4.1.1.1 Ensayos a tracción

Tabla 4.2 Resultado de ensayo de tracción grupo 1

FICHA DE RECOLECCIÓN DE DATOS					
PARÁMETROS DE ENSAYO					
Tipo de ensayo:	Tracción	Norma:	ASTM A48/48M		
Orientación:	Disperso	Estratificación:	Manual por fundición en alto horno		
Material base:	ASTM A48 clase 20	Fracción volumétrica:	100 %		
Material particulado:	MWNTC's	Fracción volumétrica:	0 %		
Diámetro promedio:	12,78 mm	N° de probetas:	3		
Temperatura:	25,2 ± 1,1 °C	Humedad relativa:	38,5 ± 4,0 %		
RESULTADOS					
Numeración de probeta	Diámetro promedio (mm)	Carga máxima registrada (N)	Resistencia a la tracción (MPa)	Tipo de falla	
M23.054.01	12,73	24 515	192,6	AGT	
M23.054.02	12,81	24 772	192,2	AGT	
M23.054.03	12,79	22 361	174,0	AGT	
Promedio	12,78	23 882,67	186,27	-	
Des. Estándar	0,042	1324.1	10,63	-	
EVALUACIÓN Y OBSERVACIÓN					
Esfuerzo máximo promedio:			186,27		
Módulo de elasticidad:			Comportamiento de un material frágil		
FOTOGRAFÍAS DEL ENSAYO					
					
DESCRIPCIÓN DEL TIPO DE FALLA					
Primer carácter		Segundo carácter		Tercer carácter	
L	Lateral	A	En el agarre	T	Parte superior
G	Agarre	I	Dentro del agarre	B	Fondo
A	Angular	G	Zona calibrada	M	Medio

En la tabla 4.2 se presentan los resultados del ensayo destructivo a tracción para la primera configuración, con el propósito de evaluar las condiciones del material base que actúa como matriz metálica. En dicha tabla, se muestran los valores individuales del esfuerzo máximo obtenido para cada probeta, así como el esfuerzo promedio del grupo. Este análisis permite verificar la variabilidad de los resultados entre las probetas y obtener una medida representativa del comportamiento del material bajo cargas de tracción.

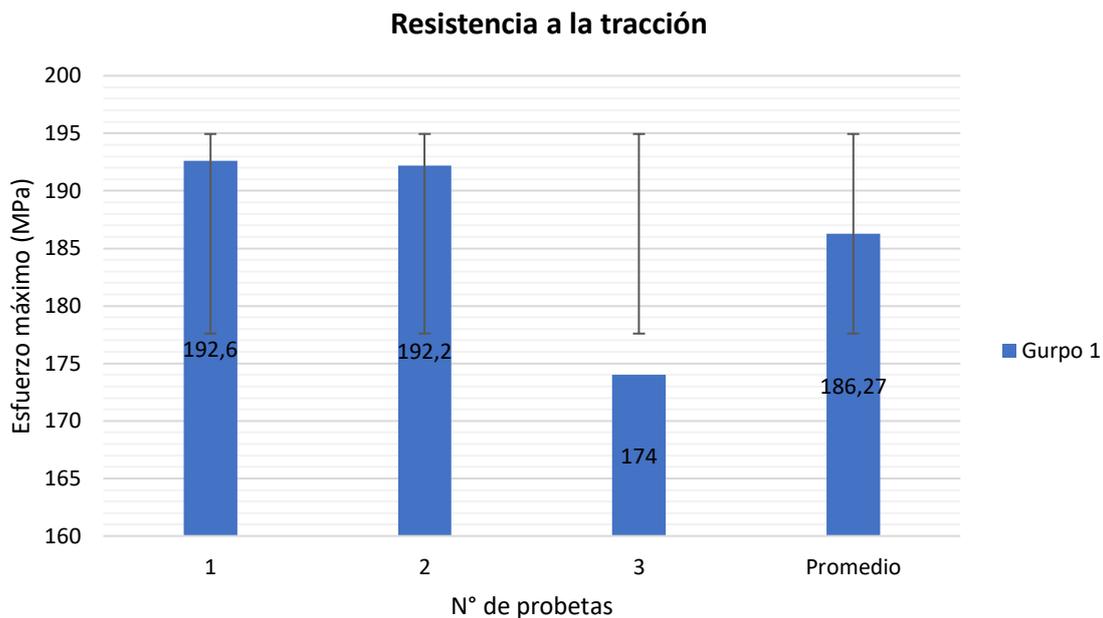


Figura 4.1 Esfuerzo máximo probetas a tracción grupo 1

En la figura 4.1 se observa que los valores del esfuerzo máximo obtenido para cada probeta son similares entre sí. Esto indica que las muestras del grupo 1 se encuentran cercanas a la media del esfuerzo máximo, lo que sugiere que el material se encuentra dentro del rango correspondiente a la clase 20 de la norma de fundiciones grises ASTM A48. Debido a que este material es altamente frágil, no se puede apreciar un porcentaje de alargamiento confiable antes de la rotura.

Otros estudios han demostrado que a las fundiciones grises se les atribuye un índice de alargamiento muy bajo, que corresponde a una cantidad definida o establecida de deformación unitaria. Usualmente, se utiliza un valor de alargamiento del 0.2% de la longitud calibrada original ($E = 0.002$), aunque en algunas ocasiones también se emplean valores como 0.01%, 0.1% y 0.5% (Budynas, 2020). En este ensayo, se determinó la ausencia de la zona plástica antes de la ruptura, lo cual concuerda con las características típicas de las fundiciones grises.

Tabla 4.3 Resultado de ensayo de tracción grupo 2

FICHA DE RECOLECCIÓN DE DATOS			
PARÁMETROS DE ENSAYO			
Tipo de ensayo:	Tracción	Norma:	ASTM A48/48M
Orientación:	Disperso	Estratificación:	Manual por fundición en alto horno

Material base:	ASTM A48 clase 20	Fracción volumétrica:	99,5 %		
Material particulado:	MWNTC's	Fracción volumétrica:	0,5 %		
Diámetro promedio:	12,78 mm	N° de probetas:	3		
Temperatura:	25,2 ± 1,1 °C	Humedad relativa:	38,5 ± 4,0 %		
RESULTADOS					
Numeración de probeta	Diámetro promedio (mm)	Carga máxima registrada (N)	Resistencia a la tracción (MPa)	Tipo de falla	
M23.054.07	12,78	16 702	130,2	AGM	
M23.054.08	12,77	18 205	142,1	AGT	
M23.054.09	12,78	18 112	141,2	AGT	
Promedio	12,78	17673	137,8	-	
Des. Estándar	0,006	842,2	6,63	-	
EVALUACIÓN Y OBSERVACIÓN					
Esfuerzo máximo promedio:		137,8			
Módulo de elasticidad:		Comportamiento de un material frágil			
FOTOGRAFÍAS DEL ENSAYO					
					
DESCRIPCIÓN DEL TIPO DE FALLA					
Primer carácter		Segundo carácter		Tercer carácter	
L	Lateral	A	En el agarre	T	Parte superior
G	Agarre	I	Dentro del agarre	B	Fondo
A	Angular	G	Zona calibrada	M	Medio

En la tabla 4.3 se encuentran los resultados del ensayo destructivo a tracción para la segunda configuración, con el objetivo de evaluar las condiciones del material base que funciona como matriz metálica. En esta tabla, se presentan los valores individuales del esfuerzo máximo obtenido para cada probeta, así como el esfuerzo promedio del grupo. Estos datos permiten analizar la variabilidad de los resultados entre las diferentes probetas y obtener una medida representativa del comportamiento del material frente a las cargas de tracción.

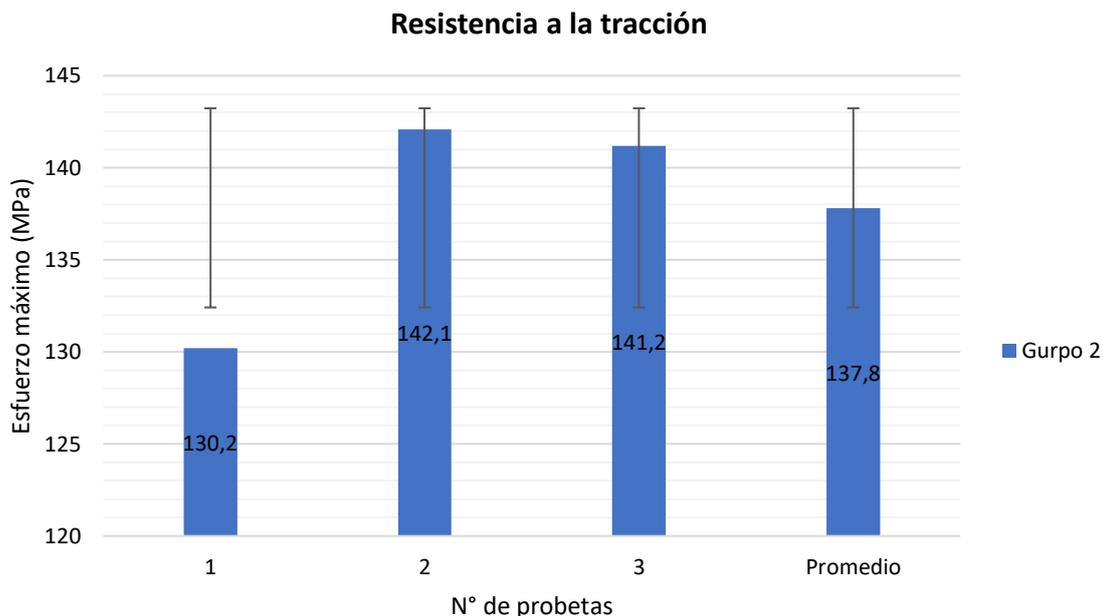


Figura 4.2 Esfuerzo máximo probetas a tracción grupo 2

En la figura 4.2 se puede observar que los valores del esfuerzo máximo obtenido para cada probeta son similares entre sí. Esto sugiere que las muestras del grupo 2 se encuentran cercanas a la media del esfuerzo máximo. Sin embargo, debido a la naturaleza altamente frágil del material, no es posible apreciar de manera confiable un porcentaje de alargamiento antes de la rotura. Esta característica del material indica que presenta una baja ductilidad y una mayor propensión a la fractura sin una deformación plástica significativa. Es importante considerar estos resultados al evaluar la resistencia y las propiedades mecánicas del material en la segunda configuración.

Tabla 4.4 Resultado de ensayo de tracción grupo 3

FICHA DE RECOLECCIÓN DE DATOS				
PARÁMETROS DE ENSAYO				
Tipo de ensayo:	Tracción	Norma:	ASTM A48/48M	
Orientación:	Disperso	Estratificación:	Manual por fundición en alto horno	
Material base:	ASTM A48 clase 20	Fración volumétrica:	99 %	
Material particulado:	MWNTC's	Fración volumétrica:	1 %	
Diámetro promedio:	12,78 mm	N° de probetas:	3	
Temperatura:	25,2 ± 1,1 °C	Humedad relativa:	38,5 ± 4,0 %	
RESULTADOS				
Numeración de probeta	Diámetro promedio (mm)	Carga máxima registrada (N)	Resistencia a la tracción (MPa)	Tipo de falla
M23.054.07	12,78	15 836	123,4	AGT
M23.054.08	12,77	15 386	120,1	AGM
M23.054.09	12,8	11 668	90,7	AGT

Promedio	12,78	14 296,7	111,4	-	
Des. Estándar	0,02	2 287,6	18	-	
EVALUACIÓN Y OBSERVACIÓN					
Esfuerzo máximo promedio:			111,4		
Módulo de elasticidad:			Comportamiento de un material frágil		
FOTOGRAFÍAS DEL ENSAYO					
					
DESCRIPCIÓN DEL TIPO DE FALLA					
Primer carácter		Segundo carácter		Tercer carácter	
L	Lateral	A	En el agarre	T	Parte superior
G	Agarre	I	Dentro del agarre	B	Fondo
A	Angular	G	Zona calibrada	M	Medio

En la tabla 4.4 se encuentran los resultados del ensayo destructivo a tracción para la tercera configuración, con el objetivo de evaluar las condiciones del material base que funciona como matriz metálica. En esta tabla, se presentan los valores individuales del esfuerzo máximo obtenido para cada probeta, así como el esfuerzo promedio del grupo. Estos datos permiten analizar la variabilidad de los resultados entre las diferentes probetas y obtener una medida representativa del comportamiento del material frente a las cargas de tracción.

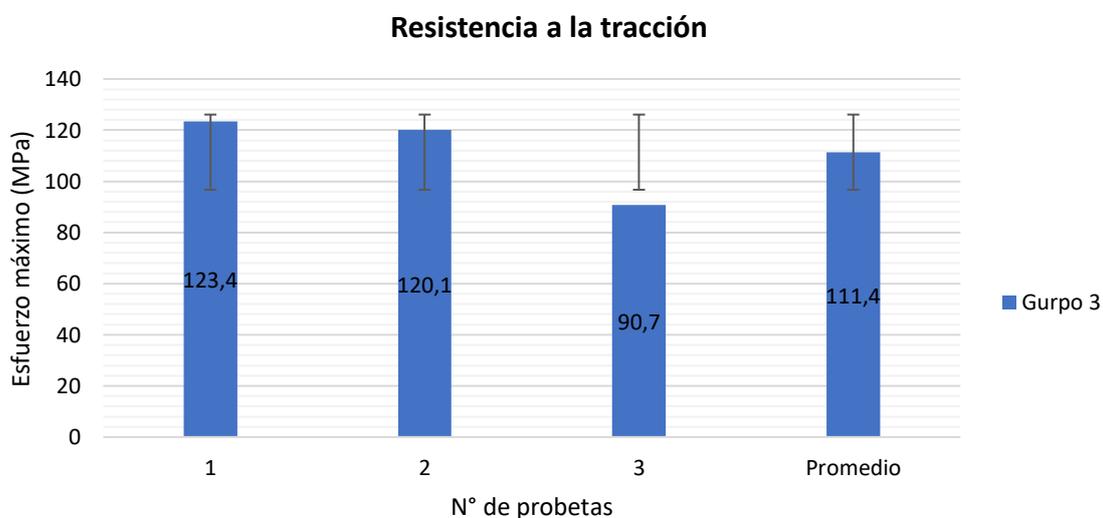


Figura 4.3 Esfuerzo máximo probetas a tracción grupo 3

En la figura 4.3 se puede observar que los valores del esfuerzo máximo obtenido para cada probeta son similares entre sí. Esto sugiere que las muestras del grupo 3 se encuentran

cercanas a la media del esfuerzo máximo. Sin embargo, debido a la naturaleza altamente frágil del material, no es posible apreciar de manera confiable un porcentaje de alargamiento antes de la rotura. Esta característica del material indica que presenta una baja ductilidad y una mayor propensión a la fractura sin una deformación plástica significativa. Es importante considerar estos resultados al evaluar la resistencia y las propiedades mecánicas del material en la tercera configuración.

4.1.1.2 Ensayo metalográfico de mapeo de dureza

Se realizaron pruebas de mapeo de dureza en las muestras 23-045 utilizando un Durómetro Universal Novotest, siguiendo la Norma ASTM E18-22. Estas pruebas se llevaron a cabo de manera transversal en cada una de las muestras, como se ilustra en la figura 4.4.

Elemento 23-045

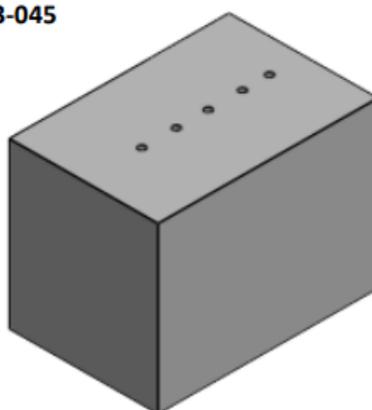


Figura 4.4 Escalas transversales

Los resultados de estas pruebas se presentan en las siguientes tablas:

Tabla 4.5 Resultado de ensayo de dureza material base

FICHA DE RECOLECCIÓN DE DATOS			
PARÁMETROS DE ENSAYO			
Tipo de ensayo:	Mapeo de dureza	Norma:	ASTM E3-95, ASTM E-18
Orientación:	Disperso	Estratificación:	Manual por fundición en alto horno
Material base:	ASTM A48 clase 20	Fracción volumétrica:	100 %
Material particulado:	MWNTC's	Fracción volumétrica:	0 %
Medidas:	Largo 26,05 mm, ancho 27,90 mm y altura de 20,2 mm	N° de probetas:	1
Temperatura:	25,2 ± 1,1 °C	Humedad relativa:	38,5 ± 4,0 %
RESULTADOS			
Muestra	Dureza		
	Escala	HRBW	HB
	1	89,8	182,4

23-045-B	2	86,8	169,8
	3	87,8	174,0
	4	89,8	182,4
	5	87,3	171,9
Promedio	-	88,1	175,4
Des. Estándar	-	1,5	6,4
EVALUACIÓN Y OBSERVACIÓN			
Dureza Brinell promedio:		175,4	
Dureza Rockwell promedio:		88,1	
FOTOGRAFÍAS DEL ENSAYO			
			

En la tabla 4.5 se encuentran los resultados del ensayo metalúrgico de mapeo de durezas realizado en el material puro ASTM A48 clase 20. Estos resultados concuerdan con las características establecidas en la norma ASTM A48/48M, lo cual valida el estudio realizado en la matriz metálica con MWNTC's. En esta tabla se muestran los valores individuales de dureza obtenidos utilizando el método de dureza Rockwell (HRBW) y dureza Brinell (HB) para verificar los resultados. El análisis de estas mediciones de dureza es importante para comprender la resistencia del material y su capacidad para resistir daños y deformaciones en aplicaciones donde se requiere una alta resistencia a la abrasión y al desgaste.

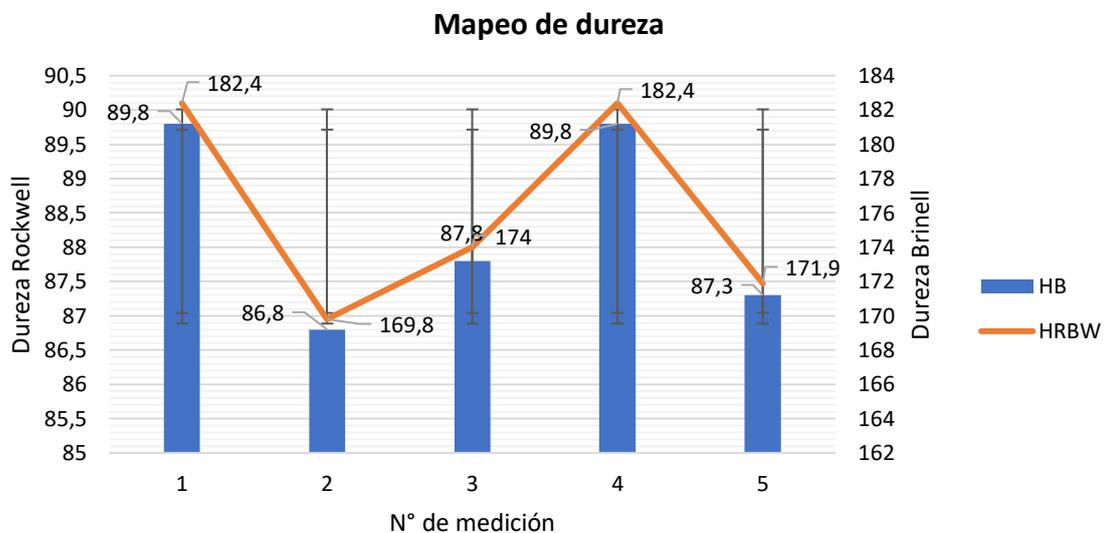


Figura 4.5 Resultado mapeo de durezas material base

En la figura 4.5 se pueden observar los valores de dureza obtenidos en cada escala del mapeo de dureza Rockwell y dureza Brinell. Se destaca que los valores máximos de dureza obtenidos para cada escala son similares entre sí. Esta observación sugiere que las muestras del material presentan una uniformidad en su composición y propiedades a lo largo de toda su área. Es importante tener en cuenta estos resultados al evaluar la resistencia a las rayaduras y las propiedades mecánicas del material base. La uniformidad en la dureza puede indicar una consistencia en la calidad y la resistencia del material, lo cual es relevante para su aplicación en situaciones donde se requiere una buena resistencia a las rayaduras y un comportamiento mecánico predecible.

Tabla 4.6 Resultado de ensayo de dureza primera configuración

FICHA DE RECOLECCIÓN DE DATOS			
PARÁMETROS DE ENSAYO			
Tipo de ensayo:	Mapeo de dureza	Norma:	ASTM E3-95, ASTM E-18
Orientación:	Disperso	Estratificación:	Manual por fundición en alto horno
Material base:	ASTM A48 clase 20	Fracción volumétrica:	99,5 %
Material particulado:	MWNTC's	Fracción volumétrica:	0,5 %
Medidas:	Largo 29,95 mm, ancho 26,85 mm y altura de 19,60 mm	N° de probetas:	1
Temperatura:	25,2 ± 1,1 °C	Humedad relativa:	38,5 ± 4,0 %
RESULTADOS			
Muestra	Dureza		
	Escala	HRBW	HB
23-045-A	1	79,0	143,9
	2	80,1	147,2
	3	78,0	133,0
	4	81,1	150,2
	5	80,5	148,4
Promedio	-	79,0	141,4
Des. Estándar	-	1,1	7,4
EVALUACIÓN Y OBSERVACIÓN			
Dureza Brinell promedio:		141,4	
Dureza Rockwell promedio:		79,0	
FOTOGRAFÍAS DEL ENSAYO			
			

En la tabla 4.6 se presentan los resultados del ensayo metalúrgico de mapeo de durezas realizado en el material en su primera configuración. Estos resultados son de gran importancia para comprender la variación causada por la adición de un 0,5 % en masa de MWNTC's a la matriz metálica. El análisis de estas mediciones de dureza permite evaluar la resistencia del material y su capacidad para resistir deformaciones, especialmente en aplicaciones donde se requiere una alta resistencia a la abrasión y al desgaste.

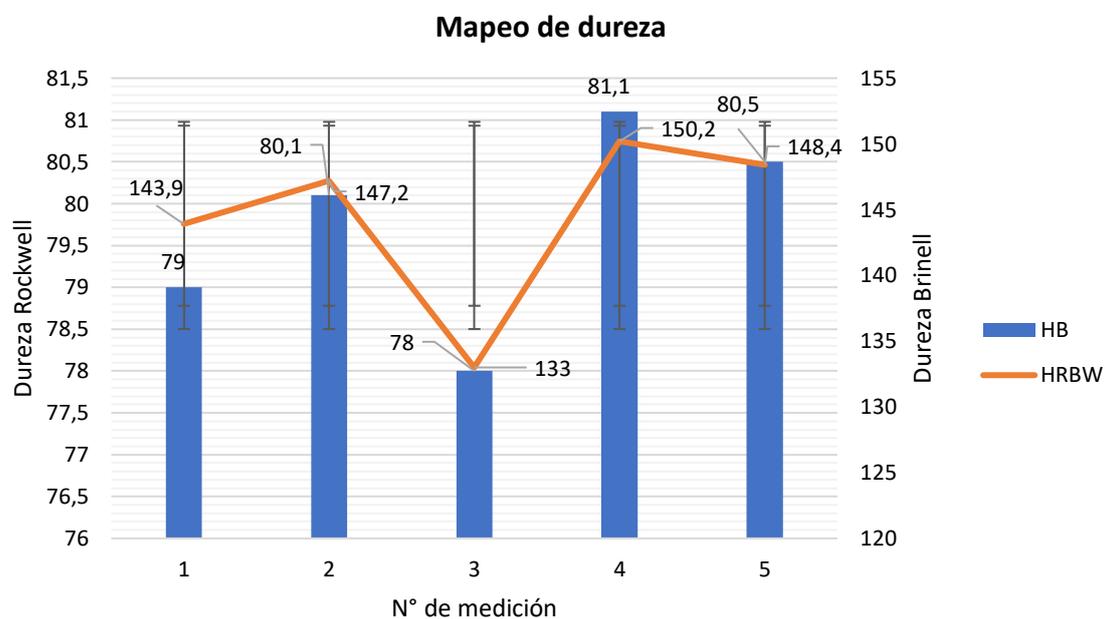


Figura 4.6 Resultado mapeo de durezas material primera configuración

En la figura 4.6 se muestran los valores de dureza obtenidos en cada escala del mapeo de dureza Rockwell y dureza Brinell. Se puede apreciar que los valores máximos de dureza obtenidos para cada escala son similares entre sí. Esto indica que las muestras del material exhiben una uniformidad en su composición y propiedades en toda su extensión. La similitud en los valores máximos de dureza sugiere que no hay variaciones significativas en la resistencia del material a lo largo de las áreas evaluadas.

Tabla 4.7 Resultado de ensayo de dureza segunda configuración

FICHA DE RECOLECCIÓN DE DATOS			
PARÁMETROS DE ENSAYO			
Tipo de ensayo:	Mapeo de dureza	Norma:	ASTM E3-95, ASTM E-18
Orientación:	Disperso	Estratificación:	Manual por fundición en alto horno
Material base:	ASTM A48 clase 20	Fracción volumétrica:	99 %
Material particulado:	MWNTC's	Fracción volumétrica:	1 %

Medidas:	Largo 25,35 mm, ancho 31,35 mm y altura de 20,9 mm	N° de probetas:	1
Temperatura:	25,2 ± 1,1 °C	Humedad relativa:	38,5 ± 4,0 %
RESULTADOS			
Muestra	Dureza		
	Escala	HRBW	HB
23-045-C	1	83,3	156,9
	2	82,4	154,2
	3	85,4	163,8
	4	84,7	161,1
	5	84,5	160,5
Promedio	-	83,7	158,3
Des. Estándar	-	1,5	5
EVALUACIÓN Y OBSERVACIÓN			
Dureza Brinell promedio:		158,3	
Dureza Rockwell promedio:		83,7	
FOTOGRAFÍAS DEL ENSAYO			
			

En la tabla 4.7 se presentan los resultados del ensayo metalúrgico de mapeo de durezas realizado en el material en su segunda configuración. En esta tabla, se muestran los valores individuales de dureza obtenidos utilizando el método de dureza Rockwell (HRBW) y dureza Brinell (HB). Estos resultados son de gran importancia para comprender la variación causada por la adición de un 1 % en masa de MWNTC's a la matriz metálica. El análisis de estas mediciones de dureza permite evaluar la resistencia del material y su capacidad para resistir deformaciones, especialmente en aplicaciones donde se requiere una alta resistencia a la abrasión y al desgaste.

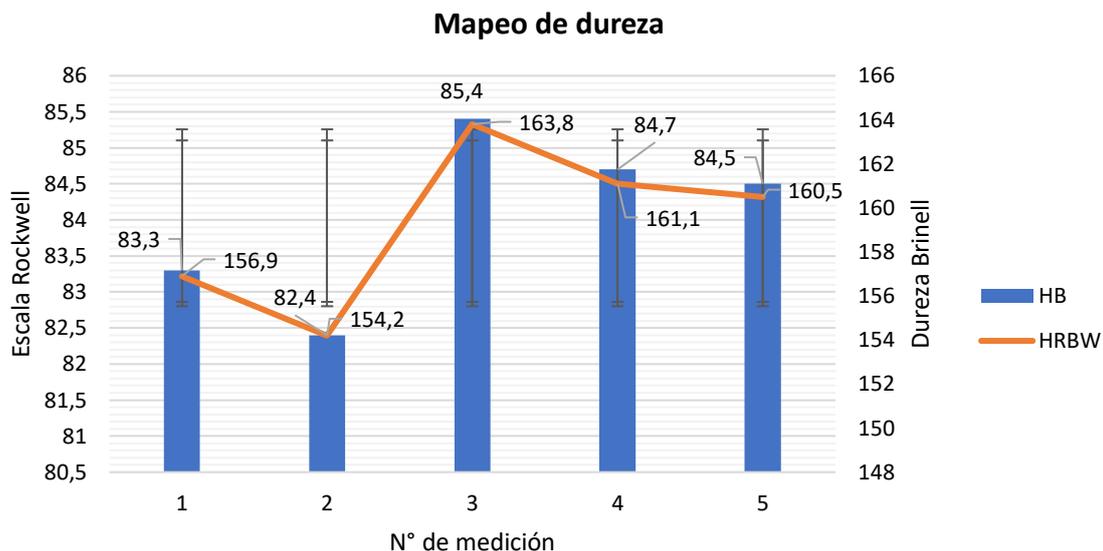


Figura 4.7 Resultado mapeo de durezas material segunda configuración

En la figura 4.7 se muestran los valores de dureza obtenidos en cada escala del mapeo de dureza Rockwell y dureza Brinell. Se puede apreciar que los valores máximos de dureza obtenidos para cada escala son similares entre sí. Esto indica que las muestras del material exhiben una uniformidad en su composición y propiedades en toda su extensión. La similitud en los valores máximos de dureza sugiere que no hay variaciones significativas en la resistencia del material a lo largo de las áreas evaluadas.

4.1.1.3 Ensayo de espectrometría de emisión por chispa

La cuantificación de los metales presentes en la muestra se realizó empleando el Espectrómetro de Chispa marca BRUKER modelo Q4TASMAN A continuación, los resultados obtenidos:

Tabla 4.7 Composición química de las muestras

Elemento	Puro (%)	Primera configuración (%)	Segunda configuración (%)
Carbono (C)	4,394	4,200	4,366
Silicio (Si)	1,824	1,823	1,857
Manganeso (Mn)	0,501	0,539	0,532
Fósforo (P)	0,002	0,005	0,006
Azufre (S)	0,032	0,041	0,051
Cromo (Cr)	0,219	0,235	0,201
Molibdeno (Mo)	0,031	0,015	0,013
Níquel (Ni)	0,085	0,048	0,047
Cobre (Cu)	0,235	0,229	0,212
Cerio (Ce)	0,152	0,150	0,147
Estaño (Sn)	0,025	0,020	0,018

Titanio (Ti)	0,021	0,020	0,020
Vanadio (V)	0,013	0,010	0,010
Hierro (Fe)	92,38	92,59	92,44

En la tabla mostrada se pueden apreciar los porcentajes de los elementos metálicos presentes en las muestras. Los resultados indican que las tres muestras tienen características similares, lo cual confirma que el material base cumple con las especificaciones de un hierro gris ASTM A48 clase 20, debido a su contenido de hierro, carbono y silicio. Los demás elementos metálicos constituyen una proporción pequeña de la muestra, que puede considerarse insignificante.

4.1.1.4 Ensayo de difracción de rayos X

El método se utilizó para analizar las fases cristalinas presentes en diversos materiales, como cerámicos, metales y polímeros semicristalinos. En el caso específico mencionado, se utilizó un difractómetro de rayos X modelo X'Pert Pro de la marca Panalytical.

Las condiciones de operación del difractómetro fueron configuradas con una tensión de 45 kV y una corriente de 30 mA. El paso utilizado para el escaneo fue de 0.05° , con un tiempo de escaneo de 20 segundos por paso. La abertura del incidente se estableció en 1/4 mm y se utilizó una máscara de 10 mm. El rango de ángulos de medición fue desde 5° hasta 90° (2θ).

Estas condiciones experimentales permitieron obtener datos precisos sobre los patrones de difracción de los materiales analizados, lo que a su vez facilita la identificación y caracterización de las fases cristalinas presentes en ellos.

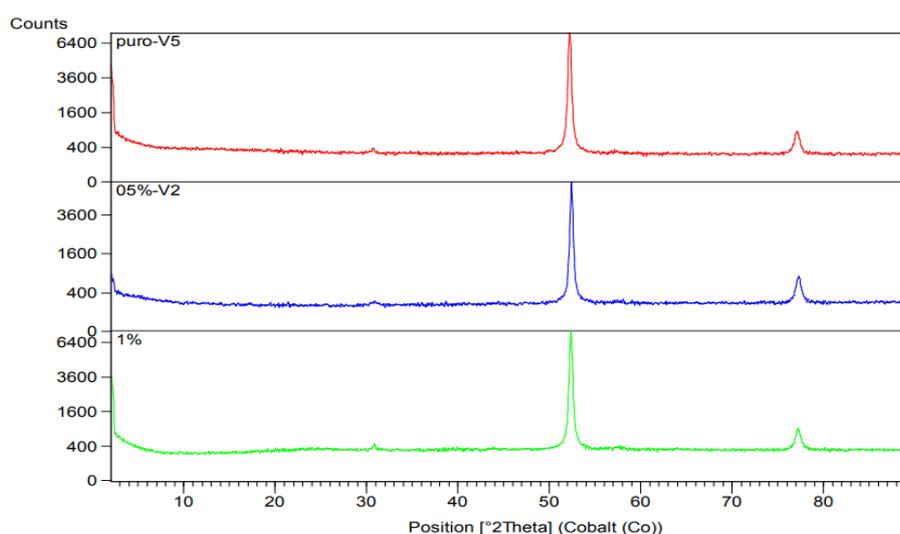


Figura 4.8 Difractograma de las muestras de matriz metálica

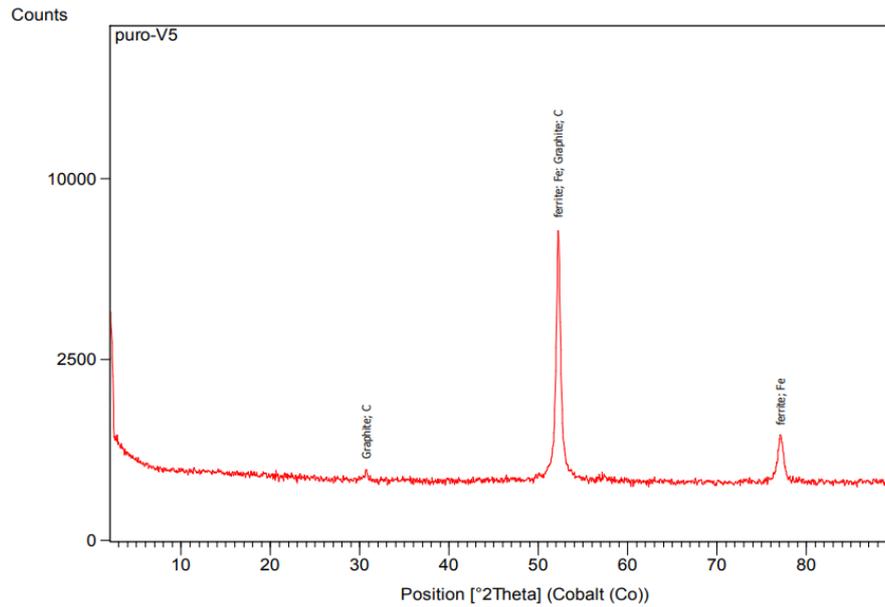


Figura 4.9 Difractograma cualitativo de las muestras de matriz metálica

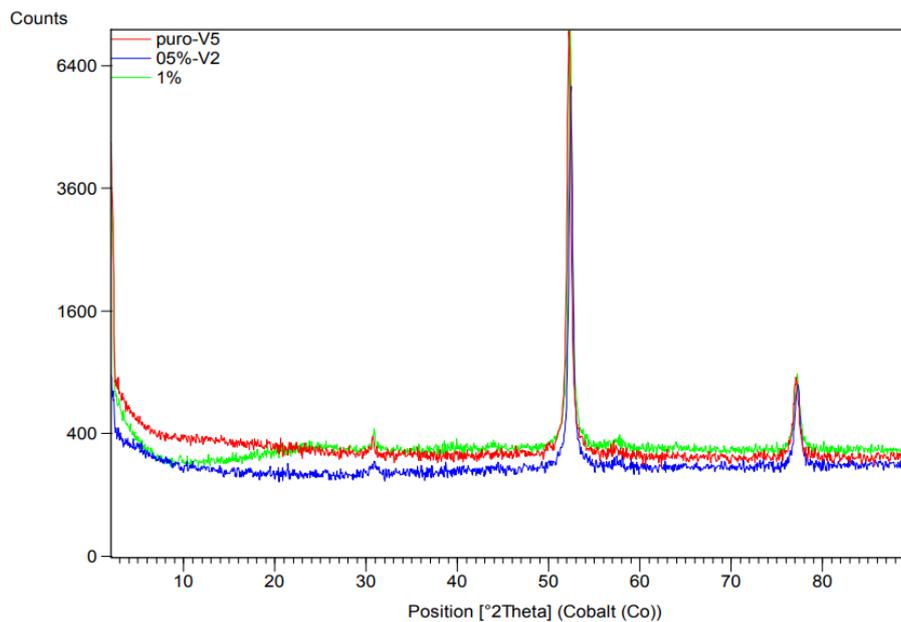


Figura 4.10 Comparación difractograma de las muestras de matriz metálica

Según Dávila, en general, las partículas utilizadas en materiales compuestos tienen baja solubilidad en la matriz y no suelen presentar una adhesión eficiente en la interfaz entre las partículas y la matriz. Esto impide que no se produzcan reacciones químicas significativas entre los componentes. Es importante destacar que la introducción de las partículas en la matriz se realice mediante un proceso mecánico con el objetivo de distribuir las de manera uniforme en la matriz metálica (Dávila et al., 2011).

Por consiguiente, los resultados obtenidos revelan la presencia de tres picos distintivos en las tres muestras analizadas. Estos picos indican la existencia de cristales similares en todas las muestras, lo que sugiere que no se produjo una fusión a nivel molecular, tal como lo menciona José Dávila en su libro. Es decir, las nanopartículas están dispersas dentro de la matriz metálica sin formar nuevos cristales. Los cristales formados en la fundición se pudieron identificar como grafito y ferrita como se muestra a continuación:

Tabla 4.8 Detalles de las fases cristalinas de la muestra

Código de referencia	Puntuación	Nombre del compuesto	Factor de escala	Formula química
00-006-0696	70	Ferrita	0,971	α -Fe
00-012-0212	13	Grafito	0,041	C

En la tabla 4.8 muestra que el material base contiene un 97.1% de hierro alfa o ferrita, junto con un 0.4% de grafito. Esta composición confirma que el material cumple con las características de un hierro gris ASTM A48 clase 20, de acuerdo a los requisitos de composición química establecidos en dicha norma.

4.1.1.5 Ensayo de microscopia electrónica de barrido

En este proyecto se empleó un método ampliamente utilizado para examinar la morfología de diversos materiales, y para ello se utilizó un microscopio electrónico de barrido de la marca FEI, modelo Inspec S50. Los parámetros operativos utilizados en el equipo se detallan a continuación en la tabla 4.9.

Tabla 4.9 Parámetros de ensayo microscopia MEB

Modo de atmosfera	Voltaje	Spot	Detector
Alto vacío	15,5 – 25,0 V	3,5	Imágenes con electrones retrodispersados y composición empleando un detector BSED (Back Scattering Electron Detector).

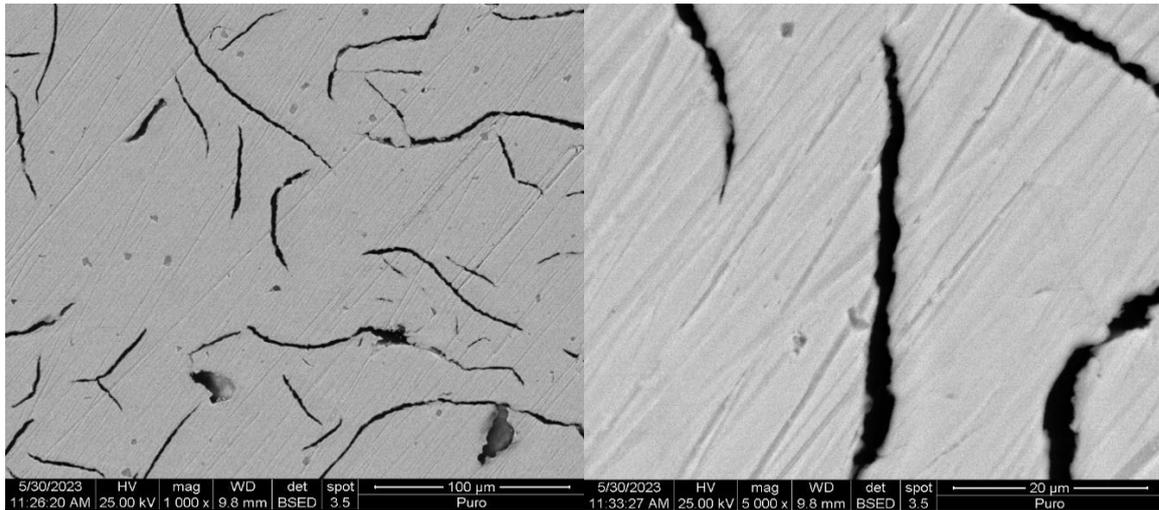


Figura 4.11 Micrografía del material base a 1000x y 5000x respectivamente

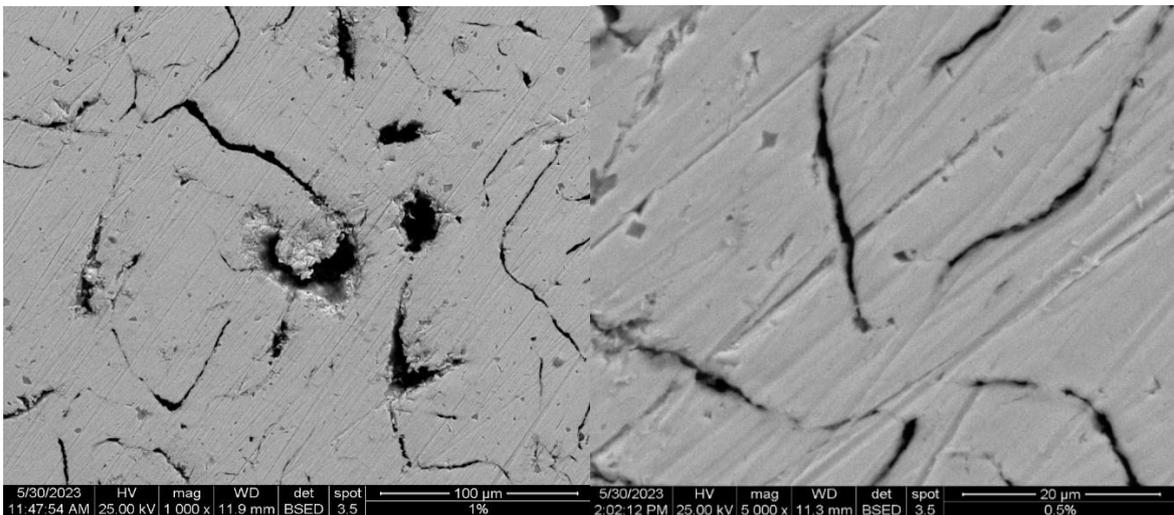


Figura 4.12 Micrografía configuración 1 a 1000x y 5000x respectivamente

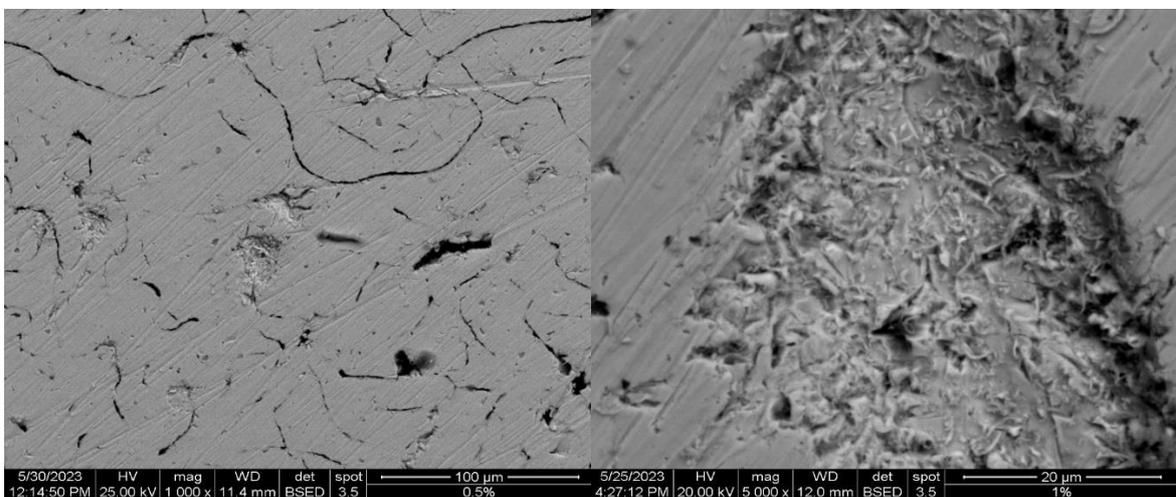


Figura 4.13 Micrografía configuración 2 a 1000x y 5000x respectivamente

Según Ashby, en el caso de los metales sólidos frágiles, su resistencia a la compresión es aproximadamente 15 veces mayor que su resistencia a la tracción. Las grietas en un material sometido a compresión se propagan de manera estable y, a medida que avanzan, giran cambiando su orientación original para propagarse de forma paralela al eje de la fuerza de compresión. En este tipo de fractura, no es la propagación rápida de una sola fisura lo que causa la fractura, sino la lenta extensión de múltiples fisuras que se unen para formar una zona agrietada (Ashby y Jones, 2009).

Así, en las micrografías se pueden apreciar acumulaciones de material particulado distribuidas de manera aleatoria en diferentes sectores. A medida que aumenta la fracción volumétrica de material particulado se forman cúmulos más pronunciados. Es evidente que los MWNTC's (nanotubos de carbono de pared múltiple) no presentan una adherencia compacta similar al material base, y se observa un incremento en los puntos de fractura en respuesta a fuerzas de tracción. Sin embargo, es importante destacar que esta formación característica puede beneficiar directamente la resistencia a la compresión del material.

4.2 DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Después de llevar a cabo los ensayos destructivos y metalúrgicos, se procedió a analizar e interpretar los resultados obtenidos en los ensayos de tracción y dureza. Esto permitió evaluar las propiedades mecánicas de los diferentes materiales y configuraciones, con el objetivo de identificar el material que presentara el mejor comportamiento mecánico.

Para realizar la interpretación de los resultados, se utilizó análisis estadístico y complementado con el diagrama de caja y bigote. Este método nos permite visualizar la distribución de los datos a lo largo de una línea numérica, dividiéndolos en cuartiles. De esta manera, podemos analizar la dispersión y simetría de los datos, así como identificar la mediana, que representa la media aritmética de los resultados obtenidos en los ensayos destructivos. Esta información nos ayuda a comparar y seleccionar el mejor material compuesto y su respectiva configuración.

El diagrama de caja y bigote se representa mediante una caja rectangular, cuyos lados más largos muestran el rango intercuartílico, y dos brazos o bigotes que se extienden desde cada extremo de la caja, representando los valores mínimos y máximos del conjunto de datos.

4.2.1 ENSAYO DESTRUCTIVO Y METALÚRGICO

4.2.1.1 Ensayo destructivo a tracción

Se analiza la resistencia a la tracción del material en sus dos configuraciones para comparar los resultados de la configuración de 0,5 % y 1 % con el material base que fue analizado previamente:

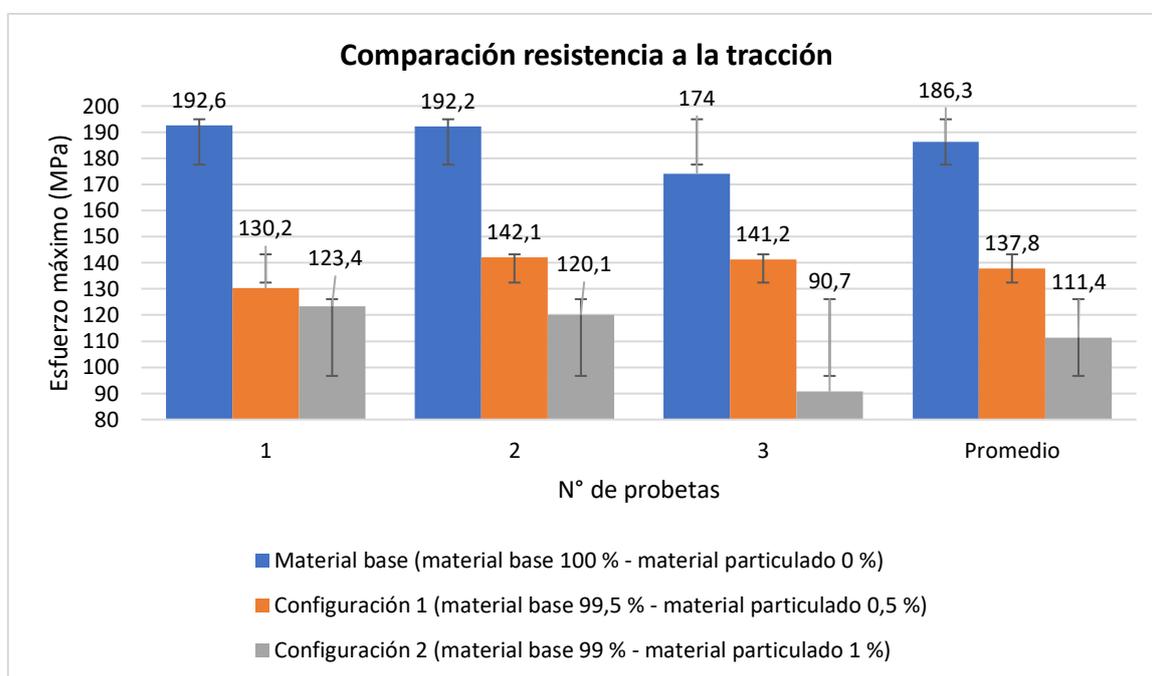


Figura 4.14 Comparación resistencia a tracción de los 3 grupos

La figura 4.14 muestra claramente que el material con una incorporación de 0,5 % de MWNTC's exhibe una mayor resistencia a la tracción en comparación con el material que contiene una fracción volumétrica del 1 % de material particulado. Este fenómeno puede explicarse considerando los siguientes factores:

a) Distribución y dispersión del material

Cuando se añade una mayor cantidad de material particulado a la matriz metálica, existe una mayor probabilidad de que se generen agrupamientos o aglomeraciones de partículas. Estos agrupamientos pueden actuar como puntos de concentración de tensiones, lo cual reduce la resistencia del material y aumenta la probabilidad de fractura bajo cargas de tracción. Por otro lado, con una menor cantidad de material añadido (0,5% en este caso), es posible obtener una dispersión más uniforme de las partículas en la matriz, lo que puede contribuir a una mayor resistencia a la tracción.

b) Efectos de la interfaz matriz-partícula

La presencia de material particulado en la matriz metálica crea interfaces entre las partículas y la matriz. Estas interfaces pueden afectar la transferencia de carga y el comportamiento mecánico del material. Si la adhesión y la transferencia de carga en estas interfaces son menos eficientes con una mayor cantidad de material añadido, esto puede debilitar la resistencia a la tracción del material.

c) Efectos de la fractura y propagación de grietas

La presencia de material particulado disperso en la matriz metálica puede crear sitios de concentración de tensiones y puntos de iniciación de grietas. Durante la tracción, estas grietas pueden propagarse más fácilmente a través de la matriz, lo que debilita la resistencia del material. Con una menor cantidad de material añadido, es posible que la propagación de grietas sea menos pronunciada, lo que contribuye a una mayor resistencia a la tracción.

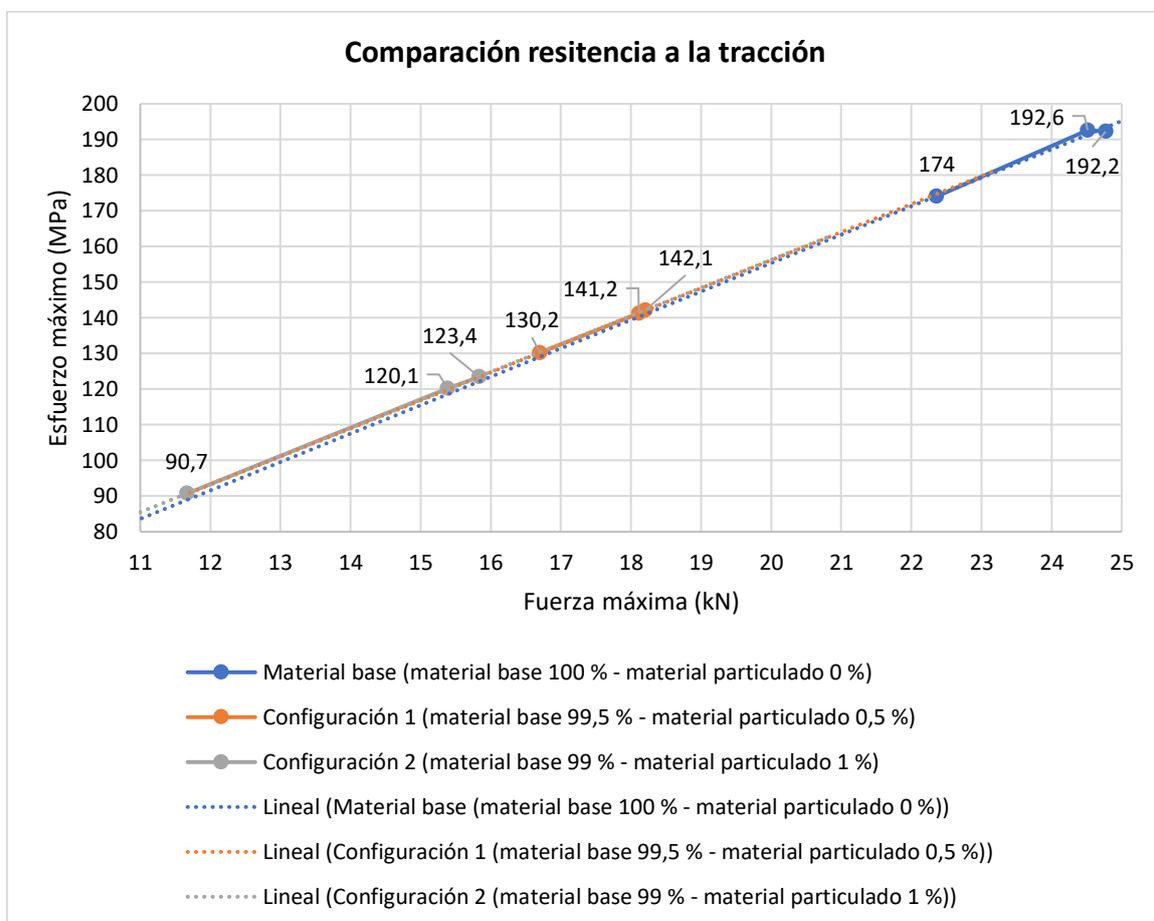


Figura 4.15 Esfuerzo máximo vs fuerza máxima a tracción de las dos configuraciones

Mediante el ensayo de tracción realizado en las dos configuraciones, se obtienen las propiedades mecánicas, las cuales se representan mediante los datos del esfuerzo máximo a

la tracción y la fuerza máxima resistida antes de la ruptura. Estos valores se encuentran recopilados en la tabla 4.3 y 4.4, correspondientes a la primera y segunda configuración, respectivamente.

Para realizar una comparación de los resultados del ensayo destructivo, se lleva a cabo un análisis estadístico que evalúa las medias de los datos. Según este análisis, se establece que la configuración con un 0,5 % de MWNTC's exhibe mejor resistencia a fuerzas de tracción en comparación con la configuración que contiene un 1 % de MWNTC's. Los resultados estadísticos se presentan en la tabla 4.10 y la figura 4.15.

Tabla 4.10 Datos estadísticos de la resistencia a la tracción de las dos configuraciones

Cálculo estadístico	Material base	Configuración 1	Configuración 2
Nº de probetas	3	3	3
Promedio (MPa)	186,3	137,8	111,4
Mediana (MPa)	192,2	141,2	120,1
Media recortada 5% (MPa)	186,3	137,8	111,4
Varianza (MPa) ²	112,9	43,9	324,09
Desviación Estándar (MPa)	10,6	6,6	18,0
Coefficiente de variación	6%	5%	16%
Mínimo (MPa)	174	130,2	90,7
Máximo (MPa)	192,6	142,1	123,4
Rango intercuartílico (MPa)	18,6	11,9	32,7
Sesgo estandarizado	-1,7	-1,7	-1,7
Curtosis	-	-	-

Según Dávila, las partículas utilizadas en materiales compuestos suelen tener dimensiones similares en todas las direcciones. Para lograr un refuerzo óptimo, es preferible que las partículas sean pequeñas y estén bien distribuidas en la matriz del material. Aunque la contribución del relleno a la resistencia es menos efectiva, puede haber un ligero aumento en la rigidez y, en ocasiones, en la resistencia y tenacidad (Dávila et al., 2011).

La baja efectividad del refuerzo en los materiales compuestos con partículas se debe a una transferencia ineficiente de carga desde la matriz hacia el refuerzo a través de la interfaz entre ellos. Esto se debe a que la interfaz es relativamente pequeña, lo que resulta en una adhesión limitada entre el refuerzo y la matriz. La falta de adherencia en la interfaz, también conocida como desunión, puede ser o no deseable según el comportamiento mecánico deseado del material y los requisitos específicos (Ashby y Jones, 2009).

Por tal razón se puede observar en la tabla 4.10 que la configuración 1, que tiene una menor cantidad de material particulado, exhibe una mayor resistencia a las fuerzas de tracción en comparación con el material testigo o base. Además, se puede observar una relación

inversamente proporcional, lo que indica que a medida que se añade una mayor cantidad de material particulado a la matriz metálica, la resistencia a la tracción disminuye. Este patrón se representa visualmente en la figura 4.15.

4.2.1.2 Ensayo de mapeo de dureza

Se analiza la dureza del material en la escala Rockwell en sus dos configuraciones para comparar los resultados de la configuración de 0,5 % y 1 % con el material base que fue analizado previamente:

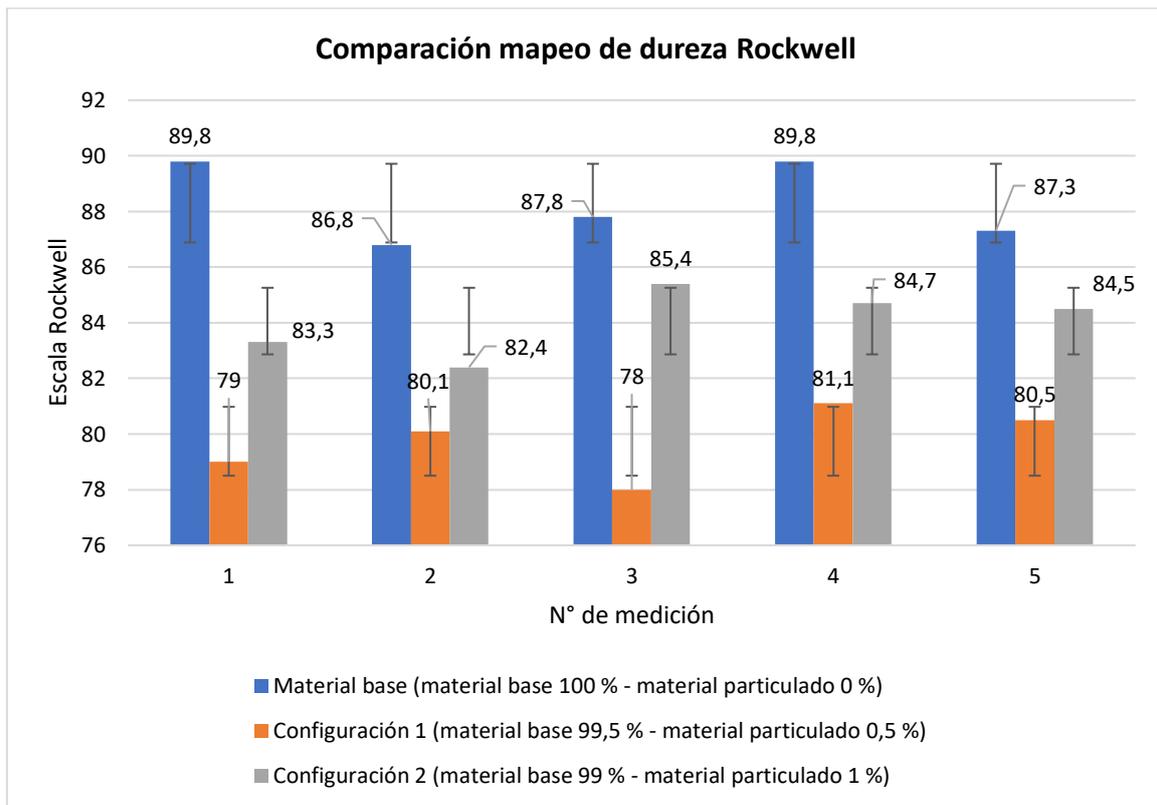


Figura 4.16 Comparación escala Rockwell HRBW

La dureza es una propiedad mecánica que indica la resistencia de un material a ser penetrado o deformado por otro material más duro. En el caso de la escala Rockwell, se utilizó un penetrador de diamante o bola de acero de 1/16" y se aplicó una carga principal de 100 kgf para medir la profundidad de penetración o la huella dejada en el material. Cuanto mayor sea el valor de dureza en la escala Rockwell, mayor será la resistencia a las rayaduras del material (Budynas, 2020).

La prueba de mapeo de dureza escala Rockwell es utilizada para determinar las propiedades mecánicas de resistencia a las rayaduras en materiales de matriz metálica y material particulado. Esta prueba consiste en medir la dureza en cinco penetraciones a lo largo de la

sección transversal y los resultados se registran en tablas, como la tabla 4.6 y 4.7 mencionadas.

De acuerdo con los datos de dureza máxima en las dos configuraciones, se puede observar que el material en su segunda configuración presenta niveles mayores de dureza en la escala Rockwell comparado con el material en su primera configuración.

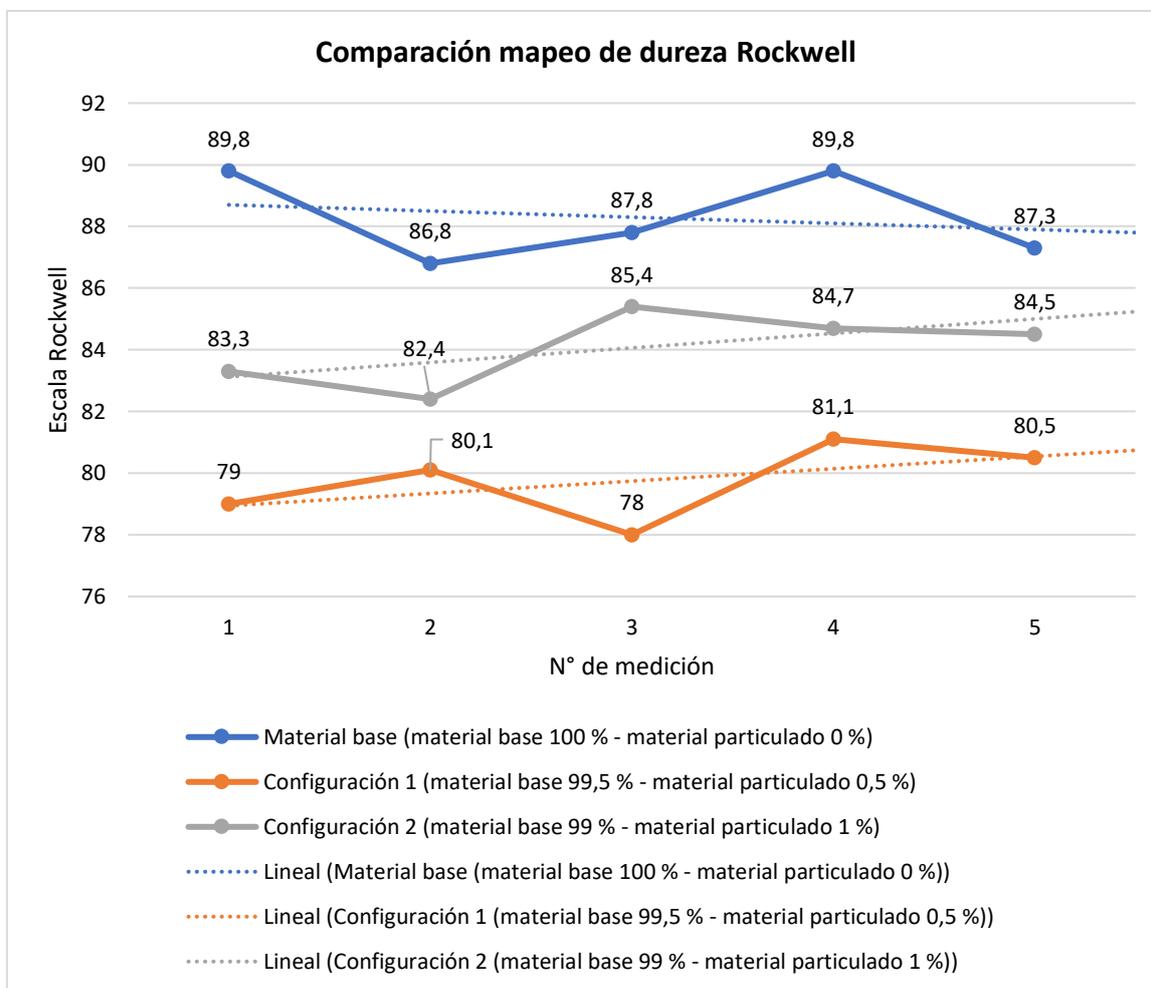


Figura 4.17 Comparación escala Rockwell HRBW

Con la ayuda de un análisis estadístico se realizó una comparación más exhaustiva de las medias de los resultados arrojados por el ensayo de mapeo de durezas en la escala Rockwell, estableciendo que en el material con la segunda configuración presenta las mejores propiedades mecánicas. Los datos se presentan a continuación en la tabla 4.11:

Tabla 4.11 Datos estadísticos del mapeo de dureza de las dos configuraciones

Cálculo estadístico	Material base	Configuración 1	Configuración 2
N° de probetas	1	1	1
N° de mediciones	5	5	5
Promedio	88,3	79,7	84,1

Mediana	87,8	80,1	84,5
Media recortada 5%	88,3	79,7	84,1
Varianza	2,0	1,5	1,433
Desviación Estándar	1,4	1,2	1,2
Coefficiente de variación	2%	2%	1%
Mínimo	86,8	78	82,4
Máximo	89,8	81,1	85,4
Rango intercuartílico	2,75	2,3	2,2
Sesgo estandarizado	0,3	-0,6	-0,5
Curtosis	-2,92	-0,96	-1,09

A continuación, se presenta un diagrama de caja y bigote para analizar la dispersión de los resultados obtenidos en el mapeo de durezas:

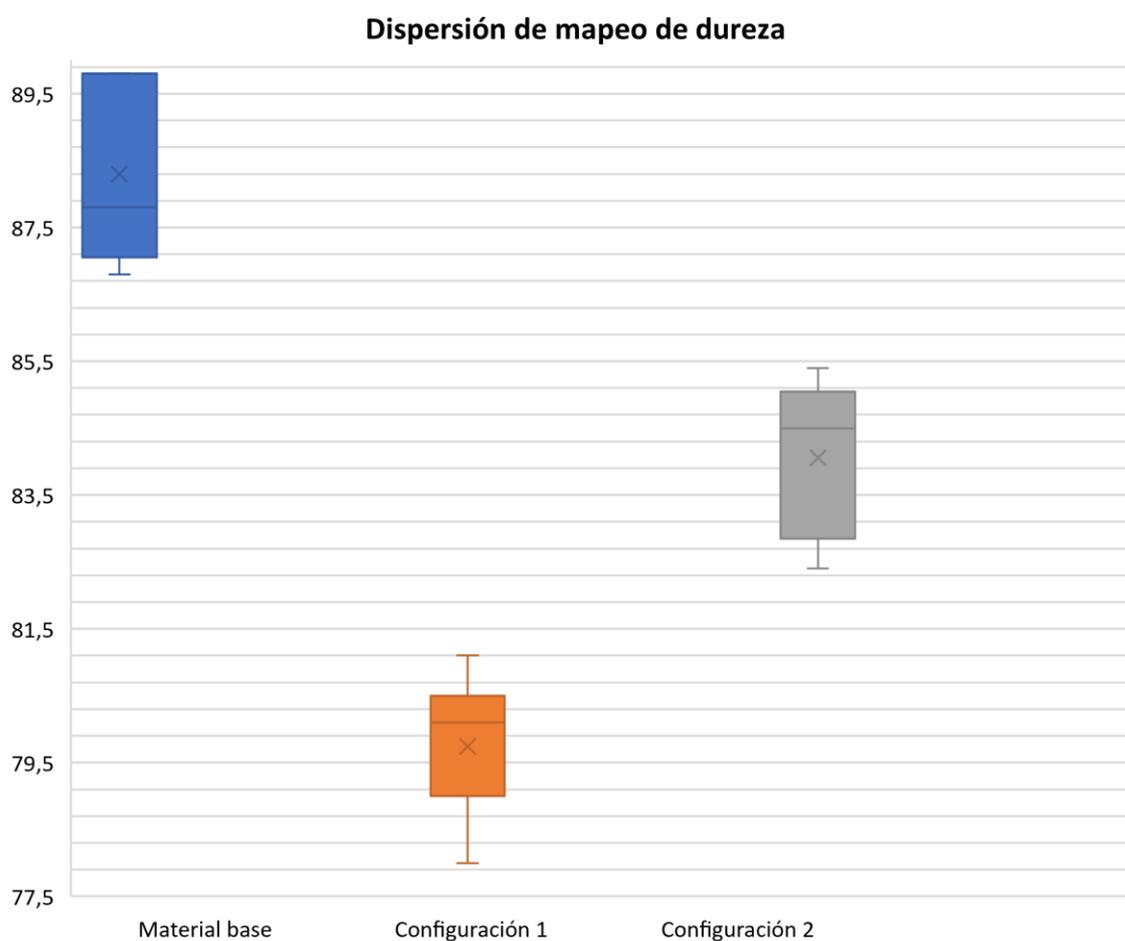


Figura 4.18 Diagrama de caja y bigote de la comparación del ensayo mapeo de dureza

En los materiales compuestos que incluyen partículas puede haber un aumento leve en la rigidez, resistencia y tenacidad en algunos casos, pero está muy lejos de lo que se puede lograr en materiales compuestos con fibras. La principal ventaja de estos materiales radica

en su menor costo y su capacidad para ofrecer una buena resistencia al desgaste mediante el uso de un relleno duro (Ashby y Jones, 2009).

Según Dávila, se utilizan refuerzos particulados con el fin de preservar las propiedades favorables en condiciones de altas temperaturas y durante largos períodos de tiempo. Estas partículas también contribuyen a reducir la contracción experimentada por los materiales después del proceso de moldeo, al tiempo que pueden aumentar la dureza y mejorar la resistencia a la compresión. Por otro lado, si las partículas son de naturaleza suave, es posible mejorar la lubricidad y la resistencia al desgaste (Dávila et al., 2011).

Por lo tanto, el ensayo de mapeo de dureza revela que el material con un mayor porcentaje volumétrico de material particulado exhibe propiedades mecánicas superiores en términos de resistencia a las rayaduras en comparación con el material en la configuración 1, respaldando los hallazgos de estudios anteriores. Además, este ensayo permite inferir que el material presenta una mejor resistencia a las fuerzas de compresión, tal como lo indica el autor José Dávila en su libro.

CAPÍTULO V

5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 CONCLUSIONES

- Se aplicó el proceso de fundición continua en alto horno para asegurar la adhesión y dispersión uniforme los de nanotubos de carbono de pared múltiple (MWNTC's) en una matriz metálica. Los resultados obtenidos fueron satisfactorios y permitieron moldear el material en los moldes para elaborar las probetas.
- Para realizar el estudio de las propiedades mecánicas de tracción y dureza, se incorporó material particulado en la matriz metálica del material base. Se llevaron a cabo ensayos destructivos utilizando las normas ASTM A48/48M para la tracción y ASTM E3-95 para el mapeo de dureza. Estos ensayos permitieron validar los resultados obtenidos y determinar las propiedades mecánicas presentes en el material compuesto.
- Se llevó a cabo el análisis de microscopía electrónica de barrido (SEM) para examinar la microestructura de los cristales formados en el material compuesto de matriz metálica. Los resultados revelaron que el material estaba compuesto por un 4% de grafito y un 97% de ferrita o hierro alfa. Esto indica que el proceso de fundición no se produjo a nivel atómico, sino que las partículas actuaron como refuerzo en la interfaz del material metálico.
- Se determinó la composición química del material mediante el análisis de espectrometría de chispa utilizando el espectrómetro de chispa marca BRUKER modelo Q4TASMAN. Los resultados indicaron que la composición del material consistía en un 92,4% de hierro, un 3,6% de carbono, un 2% de silicio, y otros metales en una proporción menor al 2%. Estos resultados corroboraron que el material base era un hierro gris ASTM A48 clase 20, según la norma ASTM A48/48M.
- Se comparó los resultados de los ensayos y análisis, obteniendo así en el ensayo a tracción que el material compuesto que presento mejores propiedades mecánicas fue el conformado por matriz metálica de hierro gris ASTM A48 clase 20 y material particulado de MWNTC's con la configuración de 99,5 % matriz - 0,5 % refuerzo, en la cual la resistencia máxima a la tracción obtenida fue de 137,8 MPa en promedio

y soportando una fuerza máxima a tracción de 18 205 N (4 093 lbf) en una de sus probetas.

5.2 RECOMENDACIONES Y TRABAJOS FUTUROS

- Se sugiere agitar vigorosamente el cubilote que contiene la fundición de hierro gris estratificado con nanopartículas utilizando una barra de acero para garantizar la uniformidad. Después, se debe colocar el material en el molde utilizando el equipo de seguridad adecuado, ya que el material se encuentra a alta temperatura y puede causar quemaduras graves en la piel.
- Se sugiere realizar ensayos de compresión en el material para evaluar las propiedades mecánicas de ambas configuraciones bajo fuerzas de compresión. Esto se debe a que investigaciones previas han demostrado que las fundiciones grises son notablemente resistentes a las fuerzas de compresión, pero pueden ser más frágiles cuando se someten a fuerzas de tracción. Por lo tanto, someter el material a ensayos específicos permitirá comprender mejor su comportamiento y determinar su capacidad para soportar diferentes tipos de cargas mecánicas.
- Es recomendable llevar a cabo pruebas no destructivas para evaluar la conductividad eléctrica, la resistencia a las vibraciones y la resistencia a la corrosión. Esto se debe a que la incorporación de MWNTC's en el material de matriz de hierro gris con material particulado puede resultar en mejoras significativas en estas propiedades.
- Se puede aplicar un tratamiento térmico para mejorar las propiedades mecánicas del material ya que, mediante este proceso es posible lograr una mejora en la microestructura del material, favoreciendo la formación de granos más finos. Estos granos más pequeños y uniformes pueden fortalecer la estructura del material, lo que lo hace más resistente tanto a fuerzas de tracción como de compresión.
- Es recomendable utilizar pulvimetalurgia para fusionar los compuestos de una forma más compacta y obtener un mejor grano que favorezca a las propiedades mecánicas del material compuesto ya que esto permite que se compacten bien las zonas de la intercara de los MWNTC's y permita que las cargas se transfieran de manera uniforme por todo el material.
- Se recomienda utilizar correctamente las normativas experimentales para obtener resultados más fiables y garantizar la calidad de la investigación ya que al seguir

rigurosamente los protocolos y estándares establecidos, se minimizan los errores y se aumenta la precisión de los datos obtenidos.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1.- Alcca, Fernando; 2005. *Estructura y síntesis de nanotubos de carbono*. Lima.
- 2.- American Society for Testing and Materials. 2016. *Standard Specification for Gray Iron Castings ASTM A48/A48M*. Estados Unidos.
- 3.- American Society for Testing and Materials. 2017. *Designation: E 3-95 Preparation of Metallographic Specimens 1*. Estados Unidos.
- 4.- Andrade, Marlene, Lluvia López, y Aidé Sáenz. 2012. *Nanotubos de carbono: funcionalización y aplicaciones biológicas*. México.
- 5.- Ashby, Michael F., y David Jones. 2009. *Materiales para ingeniería 2: introducción a la microestructura, el procesamiento y el diseño*. Edición e-book. Barcelona: Editorial Reverté.
- 6.- Askeland, Donald, y Wendelin Wright. 2017. *Ciencia e ingeniería de materiales*. Séptima Edición. México D.F.: Cengage Learning.
- 7.- AzoNano, S. 2013. "Multi-Walled Carbon Nanotubes: Production, Analysis, and Application". *AzoNetwork Reino Unido Ltd*. Recuperado (<https://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=3469>).
- 8.- Bosch, Robert; 2022. *Electronic Automotive Handbook*. Stuttgart.
- 9.- Budynas, Richard. 2020. *Shigley's Mechanical Engineering Design*. Séptima. New York: McGraw-Hill Education.
- 10.- Callister, William. 2009. *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales*. Segunda Edición. Barcelona: Editorial Reverté.
- 11.- Cárdenas, James, y Rafael Cal Y Mayor. 2018. *Ingeniería de Tránsito*. Novena Edición. editado por García Carmona Enrique. México: Alfaomega.
- 12.- Consejo nacional de planificación. 2021. "Plan nacional de desarrollo 2021-2025".
- 13.- Dávila, José Luis, Nelly Rosas, y Emilio Cedeño. 2011. *Nuevos materiales: Aplicaciones estructurales e industriales*. Primera Edición. editado por V. Guerrero. Quito: Imprefepp.
- 14.- Güemes, Alfredo, y Martín Piris. 2012. *Ciencia de materiales para ingenieros*. Madrid: Pearson Educación, S.A.

- 15.- Harvey, David; 2000. *Instrumental Analysis*. Indiana.
- 16.- López, Gerardo D. 2007. *Metalurgia del hierro: arrabio, fundiciones y aceros*. Santa Fe.
- 17.- Maubert, Marisela, Laura Soto, y Ana León. 2009. *Nanotubos de carbono: La era de la nanotecnología*.
- 18.- McCormac, Jack, y Stephen Csernak. 2012. *Diseño de estructuras de acero*. Quinta Edición. México: Marcombo.
- 19.- Moore, Sarah. 2022. "Applications of Carbon Nanotubes". *www.azonano.com*. Recuperado (<https://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=6313>).
- 20.- Mott, Robert, Edward Vavrek, y Jyhwen Wang. 2018. *Machine elements in mechanical design*. Sexta Edición. New York: Pearson.
- 21.- Natera, Luis, María Caña, y Amaro Pereira. 2017. *Aceros y fundiciones*. Primera Edición. Anaco: Universidad Tecnológica del Centro.
- 22.- Newell, James. 2010. *Ciencia de materiales aplicaciones en ingeniería*. Primera Edición. México D.F.: Alfaomega.
- 23.- Nieto, Andy, Arvind Agarwal, Debrupa Lahiri, Ankita Bisht, y Srinivasa Rao Bakshi. 2021. *Carbon Nanotubes: Reinforced Metal Matrix Composites*. Segunda. New York: CRC Press.
- 24.- Olivas, Amelia, y Enrique Sámano. 2020. "Nanotecnología y la Industria Automotriz". *Revista Ciencia y Cultura*, febrero 4.
- 25.- Ponce, Lenin. 2020. "Caracterización de material compuesto a base de resina epóxica reforzado con fibra de cabuya comparado con la misma resina reforzado con fibra de caña de azúcar." Tesis, Universidad Técnica del Norte, Ibarra.
- 26.- Poole, Charles P., y Frank J. Owens. 2007. *Introducción a la nanotecnología*. Editorial Reverté.
- 27.- Rivas, María, Luisa Cosme, y José Ganzer. 2007. *Aplicaciones actuales y futuras de los nanotubos de carbono*. Fundación Madrid para el Conocimiento.
- 28.- Gómez, Víctor. 2010. *Fabricación de acero: materiales metálicos - 2do. Ingeniería mecánica*. Tucuman.

ANEXOS

ANEXO I

Norma ASTM A48/A48M para ensayos de tracción de fundición gris



Designation: A48/A48M – 03 (Reapproved 2016)

Standard Specification for Gray Iron Castings¹

This standard is issued under the fixed designation A48/A48M; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

*This standard has been approved for use by agencies of the U.S. Department of Defense.
This specification replaces Federal Specification QQ-I-652.*

1. Scope

1.1 This specification covers gray iron castings intended for general engineering use where tensile strength is a major consideration. Castings are classified on the basis of the tensile strength of the iron in separately cast test bars.

1.1.1 This specification subordinates chemical composition to tensile strength.

1.2 Castings produced to this specification are graded on the basis of minimum tensile strength obtained in special test coupons designed to standardize cooling rate. The tensile strength developed in certain casting sections may vary from test coupon values (see [A1.2](#)).

1.3 The values stated in either SI units or inch-pound units are to be regarded separately as standard. The values stated in each system may not be exact equivalents; therefore, each system shall be used independently of the other. Combining values from the two systems may result in non-conformance with the standard.

2. Referenced Documents

2.1 *ASTM Standards:*

[A644 Terminology Relating to Iron Castings](#)

[E8 Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials](#)

2.2 *Military Standard:*

[MIL-STD-129 Marking for Shipment and Storage](#)²

2.3 *Federal Standard:*

[Federal Standard No. 123 Marking for Shipment \(Civil Agencies\)](#)²

3. Terminology

3.1 *Definitions:*

¹ This specification is under the jurisdiction of ASTM Committee A04 on Iron Castings and is the direct responsibility of Subcommittee A04.01 on Grey and White Iron Castings.

Current edition approved Nov. 1, 2016. Published November 2016. Originally approved in 1905. Last previous edition approved in 2012 as A48/A48M – 03 (2012). DOI: 10.1520/A0048_A0048M-03R16.

² Available from Standardization Documents Order Desk, DODSSP, Bldg. 4, Section D, 700 Robbins Ave., Philadelphia, PA 19111-5098, <http://www.dodssp.daps.mil>.

3.1.1 Definitions for many terms common to gray iron castings are found in Terminology [A644](#).

4. Classification

4.1 Castings ordered and produced in accordance with this specification are classified into a number of grades based on the properties of separately cast test bars ([Tables 1 and 2](#)). Each class is designated by a number followed by a letter. The number indicates the minimum tensile strength of the separately cast test bar, and the letter indicates the size of the test bar. Examples of proper designations are as follows:

Gray Iron Castings, ASTM Specification A48, Class 30B.

Gray Iron Castings, ASTM Specification A48, Class 40C.

5. Ordering Information

5.1 Orders for material to this specification shall include the following information:

5.1.1 ASTM designation number and year of issue,

5.1.2 Class of iron required (see [4.1](#), and [Tables 1 and 2](#)),

5.1.3 The size of the separately cast test bar (letter classification—A, B, C, or S) that best represents the thickness of the controlling section of the casting (see [Table 3](#)),

5.1.4 The tension test specimen (B or C) to be machined from test bar C (see [13.3](#), [Table 4](#), and [Fig. 1](#)),

5.1.5 The tension test specimen to be machined from test bar S (see [13.4](#), [Table 4](#), and [Fig. 1](#)),

5.1.6 Lot size (see [Section 10](#)),

5.1.7 Special requirements (see [Section 6](#)),

5.1.8 Saving tested specimens or unbroken test bars (see [15.1](#)), and

5.1.9 Special preparation for delivery (see [Section 19](#)).

6. Special Requirements

6.1 When agreed upon in writing between the manufacturer and the purchaser, it may be necessary for the castings to meet special requirements as to hardness, chemical composition, microstructure, pressure tightness, radiographic soundness, dimensions, surface finish, and so forth.

7. Tensile Requirements

7.1 Test bars representing castings conforming to this specification shall meet the requirements for tensile strength as described in [Tables 1 and 2](#).



A48/A48M – 03 (2016)

TABLE 1 Requirements for Tensile Strength of Gray Cast Irons in Separately Cast Test Bars (Inch-Pound)

Class	Tensile Strength, min, ksi	Nominal Test Bar Diameter, in.
No. 20 A	20	0.8
No. 20 B		1.2
No. 20 C		2.0
No. 20 S		Bars S ^A
No. 25 A	25	0.88
No. 25 B		1.2
No. 25 C		2.0
No. 25 S		Bars S ^A
No. 30 A	30	0.88
No. 30 B		1.2
No. 30 C		2.0
No. 30 S		Bars S ^A
No. 35 A	35	0.88
No. 35 B		1.2
No. 35 C		2.0
No. 35 S		Bars S ^A
No. 40 A	40	0.88
No. 40 B		1.2
No. 40 C		2.0
No. 40 S		Bars S ^A
No. 45 A	45	0.88
No. 45 B		1.2
No. 45 C		2.0
No. 45 S		Bars S ^A
No. 50 A	50	0.88
No. 50 B		1.2
No. 50 C		2.0
No. 50 S		Bars S ^A
No. 55 A	55	0.88
No. 55 B		1.2
No. 55 C		2.0
No. 55 S		Bars S ^A
No. 60 A	60	0.88
No. 60 B		1.2
No. 60 C		2.0
No. 60 S		Bars S ^A

^A All dimensions of test bar S shall be as agreed upon between the manufacturer and the purchaser.

8. Dimensional Requirements

8.1 The castings shall conform to the dimensions or drawings furnished by the purchaser, or, if there are no drawings, to the dimensions predicted by the pattern equipment supplied by the purchaser.

9. Workmanship and Finish

9.1 The surface of the casting shall be free of adhering sand, scale, cracks, and hot tears, as determined by visual examination.

9.2 No repairing by plugging or welding of any kind shall be permitted unless written permission is granted by the purchaser.

10. Sampling

10.1 A lot shall consist of one of the following:

TABLE 2 Requirements for Tensile Strength of Gray Cast Irons in Separately Cast Test Bars (Metric)

Class	Tensile Strength, min, ksi [MPa]	Nominal Test Bar Diameter, in. [mm]
No. 150A	150	20 to 22
No. 150B		30
No. 150C		50
No. 150S		Bars S ^A
No. 175A	175	20 to 22
No. 175B		30
No. 175C		50
No. 175S		Bars S ^A
No. 200A	200	20 to 22
No. 200B		30
No. 200C		50
No. 200S		Bars S ^A
No. 225A	225	20 to 22
No. 225B		30
No. 225C		50
No. 225S		Bars S ^A
No. 250A	250	20 to 22
No. 250B		30
No. 250C		50
No. 250S		Bars S ^A
No. 275A	275	20 to 22
No. 275B		30
No. 275C		50
No. 275S		Bars S ^A
No. 300A	300	20 to 22
No. 300B		30
No. 300C		50
No. 300S		Bars S ^A
No. 325A	325	20 to 22
No. 325B		30
No. 325C		50
No. 325S		Bars S ^A
No. 350A	350	20 to 22
No. 350B		30
No. 350C		50
No. 350S		Bars S ^A
No. 375A	375	20 to 22
No. 375B		30
No. 375C		50
No. 375S		Bars S ^A
No. 400A	400	20 to 22
No. 400B		30
No. 400C		50
No. 400S		Bars S ^A

^A All dimensions of test bar S shall be as agreed upon between the manufacturer and the purchaser.

10.1.1 All the metal poured from a single heating in a batch type melting furnace.

10.1.2 All the metal from two or more batch type melting furnaces poured into a single ladle or a single casting.

10.1.3 All the metal poured from a continuous melting furnace for a given period of time between changes in charge, processing conditions, or aim-for chemistry or 4 h, whichever is the shorter period.

10.1.3.1 The purchaser may agree to extend the 4-h time period to 8 h if the manufacturer can demonstrate sufficient process control to warrant such an extension.



TABLE 3 Separately Cast Test Bars for Use When a Specific Correlation Has Not Been Established Between the Test Bar and the Casting

Thickness of the Wall of the Controlling Section of the Casting, in. [mm]	Test Bar
Under 0.25 [under 5]	S
0.25 to 0.50 [5 to 14]	A
0.51 to 1.00 [15 to 25]	B
1.01 to 2 [26 to 50]	C
Over 2 [over 50]	S

11. Cast Test Bars

11.1 Test bars shall be separate castings poured from the same lot as the castings they represent and shall have dimensions as shown in Table 4. Allowance may be made for reasonable pattern draft within the tolerances shown in Table 4. Test bars A, B, and C are all standard test bars in the form of simple cylinders. Test bar S is special and is intended for use where the standard bars are not satisfactory.

11.2 The test bars shall be cast in dried, baked, or chemically bonded molds made mainly of an aggregate of siliceous sand with appropriate binders. The average grain size of the sand shall approximate that of the sand in which the castings are poured. Molds for the test bars shall be approximately at room temperature when poured. More than one test bar may be cast in a single mold, but each bar in the mold shall be surrounded by a thickness of sand which is not less than the diameter of the bar. A suitable design for a mold is shown in Fig. 2.

NOTE 1—The intent of these provisions is as follows: to prohibit the casting of test bars in molds of metal, graphite, zircon, light-weight aggregates, or other materials which would significantly affect the tensile strength of the iron; to prohibit control of tensile strength of the test bars by manipulation of the grain size of the sand; and to prohibit the casting of test bars in molds preheated substantially above room temperature.

11.3 Test bars that are intended to represent castings that are cooled in the mold to less than 900°F [480°C], before shakeout, shall be cooled in their molds to a temperature less than 900°F [480°C]. They then may be cooled in still air to room temperature.

11.4 Test bars that are intended to represent castings that are hotter than 900°F [480°C], when shaken out of their molds, shall be cooled as described in 11.3 or (by agreement between the manufacturer and the purchaser) may be shaken out of their molds at approximately the same temperature as the castings they represent.

11.5 When castings are stress-relieved, annealed, or otherwise heat-treated, test bars shall receive the same thermal treatment and shall be treated adjacent to the castings they represent.

12. Number of Tests and Retests

12.1 The tension test shall be conducted in accordance with Test Method E8.

12.2 One tension test shall be performed on each lot and shall conform to the tensile requirements specified.

12.3 If the results of a valid test fail to conform to the requirements of this specification, two retests shall be made. If either retest fails to meet the specification requirements, the castings represented by these test specimens shall be rejected. A valid test is one wherein the specimen has been properly prepared and appears to be sound and on which the approved test procedure has been followed.

12.4 If sufficient separately cast test pieces are not available, the manufacturer shall have the option of removing a test specimen from a location of representative casting, as agreed upon between the manufacturer and purchaser.

12.5 If the first test results indicate that a heat treatment is needed to meet the test requirements, the entire lot of castings and the representative test specimens shall be heat treated together. Testing shall proceed in accordance with 12.1 – 12.3.

12.6 If, after testing, a test specimen shows evidence of a defect, the results of the test may be invalidated and another made on a specimen from the same lot.

13. Tension Test Specimens

13.1 For test Bar A, the tension-test specimen A, as shown in Fig. 1, shall be machined concentric with the axis of the test bar.

13.2 For test Bar B, the tension test specimen B, as shown in Fig. 1, shall be machined concentric with the axis of the test bar.

13.3 For test Bar C, tension test specimens B or C, as shown in Fig. 1, shall be machined concentric with the axis of the test bar. Unless the size of the tension test specimen to be machined from test bar C is specified in writing by the purchaser, the decision whether to use tension test specimen B or C shall be made by the manufacturer of the castings.

13.4 For test bar S, the nature and dimensions of the tension test specimen shall be determined by agreement between the manufacturer and purchaser.

14. Tension Test

14.1 Tension test specimens shall fit the holders of the testing machine in such a way that the load shall be axial.

14.2 The elapsed time from the beginning of loading in the tension test to the instant of fracture shall be not less than 15 s for test specimen A and not less than 20 s for specimens B and C.

15. Inspection

15.1 Unless otherwise specified in the contract or purchase order, the manufacturer shall be responsible for carrying out all the tests and inspections required by this specification, using his own or other reliable facilities, and he shall maintain complete records of all such tests and inspections. Such records shall be available for review by the purchaser.

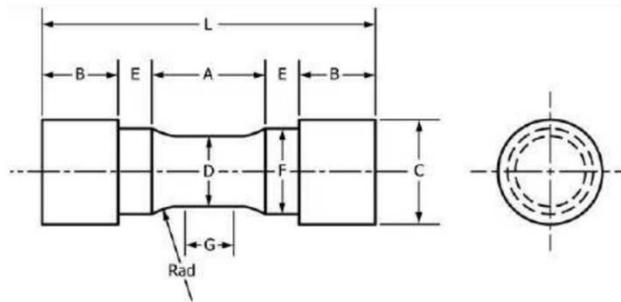
15.1.1 When agreed upon between the manufacturer and purchaser, tested specimens or unbroken test bars from the same lot shall be saved for a period of three months after the date of the test report.

ASTM A48/A48M – 03 (2016)

TABLE 4 Diameters and Lengths of Cast Test Bars

Test Bar	As-Cast Diameter, in. [mm]			Length, in. [mm]	
	Nominal (Mid-Length)	Minimum (Bottom)	Maximum (Top)	Minimum (Specified)	Maximum (Recommended)
A	0.88 [22.4]	0.85 [21.6]	0.96 [24.4]	5.0 [125]	6.0 [150]
B	1.20 [30.5]	1.14 [29.0]	1.32 [33.5]	6.0 [150]	9.0 [230]
C	2.00 [50.8]	1.90 [48.3]	2.10 [53.3]	7.0 [175]	10.0 [255]
S ^A

^A All dimensions of test bar S shall be as agreed upon by the manufacturer and the purchaser.



Dimensions, in. [mm]	Tension Test Specimen A	Tension Test Specimen B	Tension Test Specimen C
G—Length of parallel, min	0.50 [13]	0.75 [19]	1.25 [32]
D—Diameter	0.500 ± 0.010 [13 ± 0.25]	0.750 ± 0.015 [20 ± 0.4]	1.25 ± 0.025 [30 ± 0.6]
R—Radius of fillet, min	1 [25]	1 [25]	2 [50]
A—Length of reduced section, min	1 ¼ [32]	1 ½ [38]	2 ¼ [57]
L—Over-all length, min	3 ¾ [95]	4 [100]	6 ¾ [160]
C—Diameter of end section, approx	¾ [20]	1 ¼ [20]	1 ¾ [47]
E—Length of shoulder, min	¼ [6]	¼ [6]	¾ [8]
F—Diameter of shoulder	⅝ ± ⅛	1 ⅞ ± ⅛	1 7/8 ± ⅛
B—Length of end section	A [16 ± 0.4]	A [24 ± 0.4]	A [36 ± 0.4]

^A Optional to fit holders on testing machine. If threaded, root diameter shall not be less than dimension F.

FIG. 1 Tension-Test Specimens

15.2 The purchaser reserves the right to perform any of the inspections set forth in the specification where such inspections are deemed necessary to ensure that supplies and services conform to the prescribed requirements.

16. Rejection and Resubmission

16.1 Any castings or lot of castings failing to comply with the requirements of this specification may, where possible, be reprocessed, retested, and reinspected. If the tests and inspections on the reprocessed casting(s) show compliance with this specification, the castings shall be acceptable; if they do not, they shall be rejected.

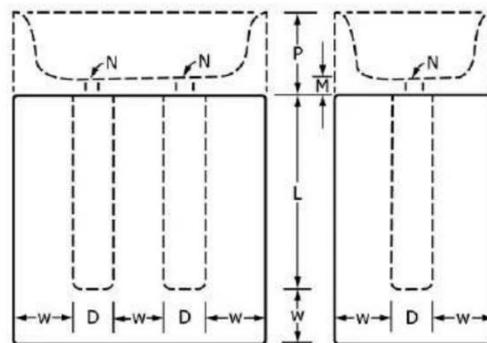
16.2 If the purchaser should find that a casting or lot of castings fails to comply with this specification subsequent to receipt at his facility, he shall so notify the manufacturer

promptly and in no case later than six weeks after receipt of the shipment, stating clearly the basis for rejection.

17. Certification

17.1 When specified by the purchaser's order or contract, a manufacturer's certification or compliance statement that the casting or lot of castings was made, sampled, tested, and inspected in accordance with this specification, including a report of test results shall be furnished at the time of shipment, and such certification or compliance statement shall be the basis for acceptance of the casting or lot of castings.

17.2 A signature is not required on the certification or test report. However, the document shall clearly identify the organization submitting the certification and the authorized agent of the manufacturer who certified the test results.


A48/A48M – 03 (2016)
**Required Features:**

1. Material—Aggregate of dry siliceous sand.
2. Position—Bars vertical.
3. L —See Table 4.
4. D —See Table 4.
5. W —Not less than diameter D .

Optional Features:

1. Number of test bars in a single mold—Two suggested.
2. Design of pouring cup.
3. P —2 in. [50 mm], suggested.
4. N — $\frac{3}{16}$ in. [8 mm] in diameter, suggested.
5. $M = 1.5 N$, suggested.

FIG. 2 Suitable Design and Dimensions for Mold for Separately Cast Cylindrical Test Bars for Gray Iron

Notwithstanding the absence of a signature, the organization submitting the certification is responsible for its content.

18. Product Marking

18.1 When the size of the casting permits, each casting shall bear the identifying mark of the manufacturer and the part or pattern number at a location shown on the covering drawing or, if not shown on the drawing, at a location at the discretion of the producer.

19. Preparation for Delivery

19.1 Unless otherwise stated in the contract or order, the cleaning, preservation and packing of castings for shipment

shall be in accordance with the manufacturer's commercial practice. Packaging and marking shall also be adequate to identify the contents and to ensure acceptance and safe delivery by the carrier for the mode of transportation employed.

19.2 *U.S. Government Procurement*—When specified in the contract or purchase order, marking for shipment shall be in accordance with the requirements of Fed. Std. No. 123 for civil agencies and MIL-STD-129 for military activities.

20. Keywords

20.1 gray iron castings

APPENDIX**(Nonmandatory Information)****X1. MECHANICAL PROPERTIES OF CASTINGS**

X1.1 The mechanical properties of iron castings are influenced by the cooling rate during and after solidification, by chemical composition (particularly carbon equivalent), by the design of the casting, by the design and nature of the mold, by the location and effectiveness of gates and risers, and by certain other factors.

X1.2 The cooling rate in the mold and, hence, the properties developed in any particular section are influenced by the presence of cores; chills and chaplets; changes in section thickness; and the existence of bosses, projections, and intersections, such as junctions of ribs and bosses. Because of

the complexity of the interactions of these factors, no precise quantitative relationship can be stated between the properties of the iron in various locations of the same casting or between the properties of a casting and those of a test specimen cast from the same iron. When such a relationship is important and must be known for a specification application, it may be determined by appropriate experimentation.

X1.3 Gray iron castings in Classes 20, 25, 30 and 35 are characterized by excellent machinability, high damping capacity, low modulus of elasticity, and comparative ease of manufacture.


A48/A48M – 03 (2016)

X1.3.1 Castings in Classes 40, 45, 50, 55, and 60 are usually more difficult to machine, have lower damping capacity and a higher modulus of elasticity, and are more difficult to manufacture.

X1.4 When reliable information is unavailable on the relationship between properties in a casting and those in a separately cast test specimen, and where experimentation would be unfeasible, the size of the test casting should be so

selected as to approximate the thickness of the main or controlling section of the casting.

X1.5 If iron castings are welded (see 9.2), the microstructure of the iron is usually altered, particularly in the vicinity of the weldment. Therefore, the properties of the casting may be adversely affected by welding. Where practical, appropriate post weld heat treatment may reduce this effect of welding.

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the Copyright Clearance Center, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel: (978) 646-2600; http://www.copyright.com/

ANEXO II

Norma ASTM E3-95 para preparación de probetas para ensayos metalúrgicos de dureza y composición química



Designation: E 3 – 95

An American National Standard

Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens¹

This standard is issued under the fixed designation E 3; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.

1. Scope

1.1 The primary objective of metallographic examinations is to reveal the constituents and structure of metals and their alloys by means of the light microscope. In special cases, the objective of the examination may require the development of less detail than in other cases but, under nearly all conditions, the proper selection and preparation of the specimen is of major importance. Because of the diversity in available equipment and the wide variety of problems encountered, the following text presents for the guidance of the metallographer only those practices which experience has shown are generally satisfactory; it cannot and does not describe the variations in technique required to solve individual problems.

NOTE 1—For a more extensive description of various metallographic techniques, refer to Samuels, L. E., *Metallographic Polishing by Mechanical Methods*, American Society for Metals (ASM) Metals Park, OH, 3rd Ed., 1982; Petzow, G., *Metallographic Etching*, ASM, 1978; and VanderVoort, G., *Metallography: Principles and Practice*, McGraw Hill, NY, 1984.

1.2 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:

E 7 Terminology Relating to Metallography²

E 45 Practice for Determining the Inclusion Content of Steel²

E 340 Test Method for Macroetching Metals and Alloys²

E 407 Test Methods for Microetching Metals and Alloys²

E 1077 Test Method for Estimating the Depth of Decarburization of Steel Specimens²

E 1268 Practice for Assessing the Degree of Banding or Orientation of Microstructures²

E 1558 Guide to Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens²

¹ This practice is under the jurisdiction of ASTM Committee E-4 on Metallography and is the direct responsibility of Subcommittee E04.01 on Sampling, Specimen Preparation, and Photography.

Current edition approved Jan. 15, 1995. Published March 1995. Originally published as E 3–21 T. Last previous edition E 3–80 (1986).

² *Annual Book of ASTM Standards*, Vol 03.01.

3. Significance and Use

3.1 Microstructures have a strong influence on the properties and successful application of metals and alloys. Determination and control of microstructure requires the use of metallographic examination.

3.2 Many specifications contain a requirement regarding microstructure; hence, a major use for metallographic examination is inspection to ensure that the requirement is met. Other major uses for metallographic examination are in failure analysis, and in research and development.

3.3 Proper choice of specimen location and orientation will minimize the number of specimens required and simplify their interpretation. It is easy to take too few specimens for study, but it is seldom that too many are studied.

4. Selection of Metallographic Specimens

4.1 The selection of test specimens for metallographic examination is extremely important because, if their interpretation is to be of value, the specimens must be representative of the material that is being studied. The intent or purpose of the metallographic examination will usually dictate the location of the specimens to be studied. With respect to purpose of study, metallographic examination may be divided into three classifications:

4.1.1 *General Studies or Routine Work*—Specimens from locations that are most likely to reveal the maximum variations within the material under study should be chosen. For example, specimens should be taken from a casting in the zones wherein maximum segregation might be expected to occur as well as specimens from sections where segregation should be at a minimum. In the examination of strip or wire, test specimens should be taken from each end of the coils.

4.1.2 *Study of Failures*—Test specimens should be taken as closely as possible to the fracture or to the initiation of the failure. Before taking the metallographic specimens, study of the fracture surface should be complete, or, at the very least, the fracture surface should be documented. Specimens should be taken in many cases from a sound area for a comparison of structures and properties.

4.1.3 *Research Studies*—The nature of the study will dictate specimen location, orientation, etc. Sampling will usually be more extensive than in routine examinations.

4.2 Having established the location of the metallographic samples to be studied, the type of section to be examined must

E 3

be decided. For a casting, a section cut perpendicular to the surface will show the variations in structure from the outside to the interior of the casting. In hot-worked or cold-worked metals, both transverse and longitudinal sections should be studied. Special investigations may at times require specimens with surfaces prepared parallel to the original surface of the product. In the case of wire and small rounds, a longitudinal section through the center of the specimen proves advantageous when studied in conjunction with the transverse section.

4.3 Cross sections or transverse sections taken perpendicular to the main axis of the material are more suitable for revealing the following information:

4.3.1 Variations in structure from center to surface,

4.3.2 Distribution of nonmetallic impurities across the section,

4.3.3 Decarburization at the surface of a ferrous material (see Test Method E 1077),

4.3.4 Depth of surface imperfections,

4.3.5 Depth of corrosion,

4.3.6 Thickness of protective coatings, and

4.3.7 Structure of protective coating.

4.4 Longitudinal sections taken parallel to the main axis of the material are more suitable for revealing the following information:

4.4.1 Inclusion content of steel (see Practice E 45),

4.4.2 Degree of plastic deformation, as shown by grain distortion,

4.4.3 Presence or absence of banding in the structure (see Practice E 1268), and

4.4.4 The quality attained with any heat treatment.

4.5 The locations of surfaces examined should always be given in reporting results and in any illustrative micrographs. A suitable method of indicating surface locations is shown in Fig. 1.

5. Size of Metallographic Specimens

5.1 The specimens to be polished for metallographic examination are generally not more than about 12 to 25 mm (0.5 to 1.0 in.) square, or approximately 12 to 25 mm in diameter if the material is round. The height of the specimen should be no greater than necessary for convenient handling during polishing.

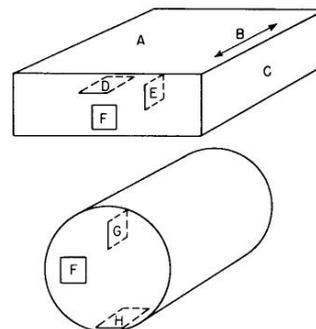
5.2 It is not always possible to secure specimens having the dimensions given in 5.1, when the material to be examined is smaller than the ideal dimensions. For example, in the polishing of wire, strip, and other small articles, it is necessary to mount the specimens because of their size and shape.

5.2.1 Larger samples may be mounted or not, as the available equipment dictates. However, the larger the specimen, the more difficult it is to prepare, especially by manual methods.

5.2.2 Specimens that are too small to be handled readily during polishing should be mounted to ensure a surface satisfactory for microscopical study. There are, based on technique used, three fundamental methods of mounting specimens (see Sections 7-9).

6. Cutting of Metallographic Specimens

6.1 In cutting the metallographic specimen from the main



Symbol in Diagram	Suggested Designation
A	Rolled surface
B	Direction of rolling
C	Rolled edge
D	Longitudinal (or lengthwise) section parallel to rolled surface
E	Longitudinal section perpendicular to rolled surface
F	Transverse section
G	Radial longitudinal section
H	Tangential longitudinal section

FIG. 1 Method of Designating Location of Area Shown in Photomicrograph.

body of the material, care must be exercised to minimize altering the structure of the metal. Three common types of sectioning are as follows:

6.1.1 Sawing, whether by hand or machine with lubrication, is easy and fast, and relatively cool. It can be used on all materials with hardnesses below approximately 35 HRC. It does produce a rough surface containing extensive plastic flow that must be removed in subsequent preparation.

6.1.2 An abrasive cut-off wheel will produce a smooth surface often ready for fine grinding. This method of sectioning is normally faster than sawing. The choice of cut-off wheel, lubricant, cooling conditions, and the grade and hardness of metal being cut will influence the quality of the cut. A poor choice of cutting conditions can easily overheat the specimen, producing an alteration of the microstructure. As a general rule, soft materials are cut with a hard bond wheel and hard materials with a soft bond wheel. Aluminum oxide abrasive wheels are preferred for ferrous metals and silicon carbide wheels are preferred for nonferrous alloys. Abrasive cut-off wheels are essential for sectioning metals with hardnesses above about 35 HRC. Extremely hard metallic materials and ceramics may be more effectively cut using diamond-impregnated cutting wheels. Manufacturer's instructions should be followed as to the choice of wheel and speeds.

6.1.3 Flame cutting completely alters the structure of the metal at the flame cut edge. If flame cutting is necessary to remove the specimen, it should be cut sufficiently large so that it can be recut to the proper size by some other method that will not substantially alter the structure. Exercise care to ensure that

 E 3

the region of interest is not altered by the heat of the cutting flame.

6.2 Other methods of sectioning are permitted provided they do not alter the microstructure at the plane of polishing. All cutting operations produce some depth of damage, which will have to be removed in subsequent preparation steps.

7. Cleanliness

7.1 Cleanliness (see Appendix X1.) during specimen preparation is essential. All greases and oils on the specimen should be removed by some suitable organic solvent. Failure to clean thoroughly can prevent cold mounting castable resins from adhering to the specimen surface. Ultrasonic cleaning is particularly effective in removing the last traces of residues on a specimen surface.

7.2 Any coating metal that will interfere with the subsequent etching of the base metal should be removed before polishing, if possible. If etching is required, when studying the underlying steel in a galvanized specimen, the zinc coating should be removed before mounting to prevent galvanic effects. The coating can be removed by digestion in cold nitric acid (HNO₃, sp gr 1.42), in dilute sulfuric acid (H₂SO₄) or in dilute hydrochloric acid (HCl). The HNO₃ method requires care to prevent overheating, since large samples will generate considerable heat. By placing the cleaning container in cold water during the stripping of the zinc, attack on the underlying steel will be minimized.

7.3 Oxidized or corroded surfaces may be cleaned as described in Appendix X1.

8. Mounting of Specimens

8.1 There are many instances where it will be advantageous to mount the specimens prior to grinding and polishing. Mounting of the specimen is usually performed on small, flimsy, or oddly shaped specimens, fractures, or in instances where the specimen edges are to be examined.

8.2 Specimens may be either mechanically mounted, mounted in plastic, or a combination of the two can be used to provide optimum results.

8.3 Mechanical Mounting:

8.3.1 Strip and sheet specimens are frequently mounted by binding or clamping several specimens into a pack held together by two end pieces and two bolts. Clamp mounting generally affords a means of rapid mounting with very good edge retention.

8.3.2 The specimens should be tightly bound together to prevent absorption and subsequent exudation of polishing materials or etchants.

8.3.3 The use of filler sheets of a softer material alternated with the specimen may be used in order to minimize the seepage of polishing materials and etchants. Use of filler material is especially advantageous if the specimens have a high degree of surface irregularities.

8.3.4 Filler material *must* be chosen so as not to react electrolytically with the specimen during etching. Thin pieces of plastic, lead, or copper are typical materials that are used. Copper is especially good for steel specimens since the usual etchants for steels will not attack the copper.

8.3.5 Alternatively, the specimens may be coated with a

layer of phenolic or epoxy resin before being placed in the clamp in order to minimize the absorption of polishing materials or etchants.

8.3.6 The clamp material should be similar in composition to the specimen to avoid galvanic effects that would inhibit etching. The specimen will not etch if the clamp material is more readily attacked by the etchant.

8.3.7 The clamp should preferably be of similar hardness as the specimens to minimize the rounding of the edges of the specimens during grinding and polishing.

8.3.8 Exercise care in clamping the specimen. Excessive clamping pressure may damage soft specimens; however, good sealing is required to prevent absorption of polishing materials or etchants.

8.4 Plastic Mounting:

8.4.1 Specimens may be embedded in plastic to protect them from damage and to provide a uniform format for both manual and automatic preparation. This is the most common method for mounting metallographic specimens. Mounting plastics may be divided into two classes—compression mounting and castable.

8.4.2 When mounting specimens in plastic, exercise care in order to avoid rounding of specimen edges during the grinding operation. There are several methods available that prevent rounding. The specimens may be surrounded by hard shot, small rivets, rings, etc., of approximately the same hardness or, when using casting resin, a slurry of resin and alumina may be poured around the specimen to prevent rounding. The specimens may also be plated before mounting (see Section 9).

8.4.3 *Compression Mounting*—Thermosetting plastics require the use of a mounting press providing heat (up to approximately 160°C) and pressure (up to approximately 30 MPa). *The finished mounts can be ejected hot but the best results are obtained when the finished mount is cooled under pressure.* There are three types of thermosetting compression mounting plastics used predominantly in the metallographic laboratory. Regardless of the resin used to compression mount specimens, the best results are obtained when (1) the specimens are clean and dry, and (2) the cured mount is cooled under full pressure to below 30°C before ejection from the press.

8.4.3.1 Wood-filled bakelite resins cure in 5 to 10 min, are relatively inexpensive, can be obtained in several colors, and are opaque. These resins have a tendency to pull away from the specimen leaving a crevice, which will trap liquids that later can smear, stain, and obscure a portion of the specimen.

8.4.3.2 Diallyl phthalate resins are less likely to shrink and are more resistance to attack by etchants. They are more expensive than the phenolic resins with about the same hardness.

8.4.3.3 Filled dry epoxy resins provide minimal shrinkage. Commercial resins intended for metallography are usually filled with hard material, minimizing edge rounding during preparation. These resins are the most expensive of the three types of thermosetting plastics. Cost can be reduced by first adding a layer of filled epoxy resin and filling up the remainder of the press cavity with phenolic resin.

8.4.3.4 Resins are used in a similar fashion. Because of the

 E 3

adhesive characteristics of the resins, a mold release agent should be applied to the surface of the mold. Do not apply the release agent to the specimen. The specimen is placed in a heated mold face down (the surface to be ground). The appropriate amount of resin is poured over the specimen, the mold is closed, and pressure is applied. The pressure is released at the end of the cure, the mold opened, and the finished mount ejected. As noted in 8.4.3, shrinkage can be minimized by cooling to room temperature under pressure. Modern automated mounting presses can apply pressure and heat, time the cure, and cool the mount under pressure.

8.4.3.5 Acrylic thermosetting resins produce transparent mounts. They require cooling under pressure. Heat and pressure must be carefully applied to avoid formation of "cotton ball" defects in the center of the mount.

8.4.4 *Castable Plastics*—Castable resins are used at room temperature. Some may require an external heat source or applied pressure in order to cure. These resins consist of two or more components which must be mixed just prior to use. There are three kinds of castable plastics in common use:

8.4.4.1 Acrylic resins consist of a powder and liquid, and cure rapidly (from 8 to 15 min) to a moderate hardness. These resins exhibit low abrasion resistance and a tendency to pull away from the specimen. They also tend to give off an unpleasant odor and enough heat during curing to alter the microstructure of some as-quenched steels.

8.4.4.2 Polyesters consist of two liquids, and cure to form water-clear mounts with little heat evolution, low shrinkage, and low hardness. The cure takes 1 to 3 h and the mixing ratio is critical. They are more expensive than the acrylic resins.

8.4.4.3 Epoxy resins have the best properties concerning transparency, heat generation, shrinkage, adhesion to the specimen, and hardness of the three castable resins. They are expensive. Cure times vary broadly, from 1 to 1½ h for some formulations to 4 to 8 h for others. Some formulations require cooling and others heating.

8.4.4.4 The molds for castable plastics are simple cups that hold the resin until it cures. They may be reusable or not; the choice is a matter of convenience and cost. Handling castable resins requires care. They all can cause dermatitis. Manufacturers' recommendations for mixing and curing must be followed to obtain best results.

8.5 *Mounting Porous Specimen:*

8.5.1 Porous or intricate specimens may be vacuum impregnated in order to fill voids, prevent contamination and seepage, and prevent loss of friable or loose components. Impregnation is accomplished by placing the specimen in a mold into a vacuum chamber fitted with a funnel and a stopcock, or a similar commercially available evacuation device, so that the resin can be poured into the mold from outside. A low-viscosity resin will produce the best results but ordinary metallographic resins will work well. The vacuum chamber is then evacuated. The pressure in the chamber must remain above the critical vapor pressure of the hardener to avoid evaporating away the hardener. After the pressure has equilibrated, the resin is introduced into the mold and the vacuum is released and air admitted to the chamber. Atmospheric pressure will force the resin into fine pores, cracks, and holes. Very porous specimens

may be turned using a wooden applicator after opening to the atmosphere to ensure the impregnation of the face-down side. The surface to be polished must be returned to the down-side position before the resin starts to set.

8.5.2 If a low-viscosity resin is used, the funnel and stopcock may be eliminated. The resin is placed in the cup prior to evacuation. The air in the specimen will bubble out through the resin. Exercise care to ensure the hardening agent is not evaporated during evacuation. Again, turn the specimen over to ensure impregnation of the bottom side. Remember to turn the specimen back over again before the resin starts to set.

8.5.3 Vacuum impregnation is an effective method for ensuring optimal results for metallographic mounts. It is imperative that porous specimens be completely dry prior to impregnation.

8.5.4 A more rapid technique but less effective method is to lacquer the specimens with one of the formulations used by the canning industry to line food containers. The formulations are highly penetrating and the cure is a short time at low temperatures. After lacquering, the specimens are mounted in the usual fashion.

9. **Plating of Specimens**

9.1 Specimens such as fractures or those where it is necessary to examine the edges, are often plated to obtain good edge retention. Plating can be done electrolytically or with electroless solutions. These specimens are invariably mounted prior to the grinding and polishing procedures.

9.2 Chromium, copper, iron, nickel, gold, silver, and zinc may be electrolytically deposited although copper and nickel are predominantly used in metallographic laboratories.

9.3 Thoroughly clean the specimen surface prior to plating so as to ensure good adhesion of the plating. Avoid industrial cleaning treatments that are too harsh and may cause damage to the specimen surface. Milder cleaning treatments that involve detergents, solvents, mild alkaline, or acidic solutions are recommended.

9.4 Ferrous metals are commonly plated electrolytically with nickel or copper. A flash coat in a copper or electroless nickel bath can be first applied for specimens that are difficult to electroplate.

9.5 Nonferrous metals may be plated with silver and the precious metals may be plated with nickel, gold, or silver.

9.6 The plating material should be softer, but not much softer, than the specimen in order to avoid differential polishing that may mask the specimen edge. The plating material should not react electrolytically with the base metal of the specimen during plating, polishing, or etching.

9.7 Electroless plating is preferred to electrolytic plating for specimens with rough, porous, or irregular surfaces, because the electroless solution provides better surface coverage and penetration.

9.8 Active metals such as zinc and aluminum are difficult to plate. Sometimes a flash cyanide copper plate can be deposited, which then can be followed by normal plating from a sulfate bath. Evaporated coatings of copper, gold, or chromium may also be used as starter coatings.



10. Grinding and Polishing

10.1 *General*—Many metals and alloys can be prepared using a similar sequence of grinding and polishing. Hard alloys may require greater pressure than soft alloys. The major differences, though, will be in the final polishing. Some metals and alloys will require specific combinations of abrasive and support material, but a surprising number can be handled by the same procedure. Some composite materials, however, require lapping as a critical step when traditional approaches are not satisfactory. Supplies and instructions for grinding, lapping, and polishing are readily obtainable from laboratory supply houses.

10.2 *Grinding*—Grinding consists of two stages—rough and fine.

10.2.1 *Rough Grinding*—Rough grinding (180 grit and coarser) is used to accomplish the following:

10.2.1.1 Flatten an irregular or damaged cut surface,

10.2.1.2 Remove scale and other surface conditions prior to mounting,

10.2.1.3 Remove substantial amounts of specimen material to reach a desired plane for polishing,

10.2.1.4 Remove plastic mounting flash, level the mount surface, and bevel mount edges before fine grinding, and

10.2.1.5 Rough grinding may be performed on belts or rotating wheels. In some methods 45 or 30- μm diamond abrasives are used on hard platens.

10.2.2 *Fine Grinding*—In fine grinding, the specimen is ground on successively finer abrasive papers using water to wash away grinding debris and to act as a lubricant. The specimen should be cleaned between successive papers to prevent carryover of coarser abrasive.

10.2.2.1 Grinding can be done in a number of ways, ranging from rubbing the specimen on a stationary piece of abrasive paper to the use of automatic devices. The choice of method depends on the number of specimens to be done, financial considerations, and requirements such as flatness, uniformity, and so forth. Grinding on abrasive-coated rotating disks using hand-held specimens is the traditional method. Mechanical devices to hold the specimen against abrasive-covered rotating disks are becoming increasingly common. Many of these machines permit automated grinding, providing surfaces superior to hand-held specimens.

10.2.2.2 Grinding should start with the finest paper capable of flattening the specimen and removing the effects of prior operations, such as sectioning. The next paper should remove the effects of the prior paper in a short time. A typical sequence of papers might be 240, 320, 400, and 600-grit abrasive papers. Depending on the smoothness of the specimen surface, some of the coarser paper grades can be skipped.

10.2.2.3 In the hand-held methods, the specimen is rotated 90° between papers to determine when the prior set of scratches have been removed. The specimen should also be moved back and forth across the paper to prevent grooving of the specimen. At the end of the grinding on each paper, the surface of the specimen and its mount, if any, should be flat with one set of unidirectional grinding scratches.

10.2.2.4 Most of the devices for automatic grinding move the specimen around a rotating wheel covered with abrasive so

that the specimen follows an epicycloid path. In some devices, the specimen rotates on its own axis as well. The scratch pattern now consists of random arcs. Deciding when the previous scratches have been removed is more difficult than with directional grinding. The specimen surface should show uniform scratches before proceeding to the next step. Cleaning between stages may be necessary to prevent carryover of abrasives and contamination of grinding surfaces. Manufacturer's instructions will include suggested machine settings for grinding various metals.

10.2.2.5 After all grinding is done, the specimen must be cleaned thoroughly. Ultrasonic cleaning in a water-detergent bath is recommended. In hand operations, the hands must be washed also, exercising care to clean beneath fingernails.

10.3 *Polishing*—Polishing is usually distinguished from grinding by the use of loose abrasive embedded in an appropriately lubricated supporting surface. The choice of abrasive, lubricant, and polishing surface support is often specific to the metal and the object of the investigation.

10.3.1 The use of graded diamond paste or suspensions as the abrasive can reduce the number of combinations markedly. Those supports most commonly used are non-napped cloths such as nylon or nonwoven textiles available for metallographic purposes.

10.3.2 The final polish may be 1- μm diamond abrasive. For high-resolution work, this diamond polish may be followed by polishing on a short nap synthetic suede using an aqueous suspension of 0.05- μm gamma alumina or colloidal silica. Other abrasives and supports often are required depending on the particular task in hand. This step should be kept to the shortest time possible to prevent edge rounding, pitting, or other artifacts. Twenty to forty seconds should be sufficient if the previous steps have been correctly performed.

10.3.3 Careful cleaning of the specimen between stages is mandatory to prevent contamination by coarser abrasive. Ultrasonic cleaning is recommended between each polishing step.

10.3.4 The polishing operations may be conducted by hand or by automatic methods.

10.3.4.1 Hand methods consist of holding the specimen by hand against an abrasive-charged rotating wheel and moving the specimen in an elliptical path around the wheel against the direction of rotation of the wheel. The specimen should be held firmly in contact with the wheel. Just how firm and just how fast to go around the wheel is a matter of experience and personal preference. In the preparation of advanced materials, the operating parameters must be strictly controlled.

10.4 *Automatic Grinding and Polishing:*

10.4.1 Many styles of automatic specimen preparation machinery are available. The most common units can perform all grinding and polishing steps. They use disk fixtures accommodating multiple specimens; the specimens remain in the fixture throughout the preparation. Major advantages in using automatic grinding and polishing procedures are the consistent quality of specimen preparation and the substantial decrease in time required for preparing large number of specimens. Careful attention to cleanliness and prevention of cross-contamination from abrasives and residues between steps, particularly in

 E 3

polishing, is required. Ultrasonic cleaning is recommended.

10.4.2 An initial coarse-grinding step is required to make all specimen surfaces co-planar and parallel to the fixture. This step is usually used to remove damage to the specimens from sectioning operations. Fine grinding uses either a graded abrasive paper series or a single step with an intermediate (9 or 6 μm) diamond abrasive on a permanent, grooved wheel to prepare the specimens for polishing. As an alternative, lapping platens may be used to replace the finegrinding paper sequence. This approach offers the greatest benefits when very hard or highly dissimilar materials must be prepared.

10.4.3 One polishing step will often suffice for examination up to 100X, using a 3 or 1- μm diamond abrasive on napless cloth. Two steps will suffice for almost all requirements, with the second step using a finer diamond on a napless or low-nap cloth. A third step with fine alumina or colloidal silica on a low-nap cloth can be used for final polishing but relief polishing will be encountered proportionate to the specimen load and polishing time used.

11. Special Procedures

11.1 Occasionally, every metallographer is faced with the preparation of unusual specimens or with special situations. Anticipation of every possible situation is, of course, impossible but some guidance can be offered. Common sense is imperative.

11.1.1 Electrolytic polishing produces totally deformation-free surfaces but works best on solid solution alloys. Once the operating parameters are set, specimens can be prepared quickly. See Guide E 1558.

11.1.2 Vibratory polishing produces excellent results on a number of alloys. Although slow, a number of specimens can be prepared simultaneously, resulting in a high through-put. It is especially advantageous for soft materials.

11.2 *Porous Specimens*—Specimens with continuous or open pores can be vacuum-impregnated with plastic or some other liquid that will solidify. Specimens with closed pores are mounted by a suitable method, ground through the fine grinding stage, cleaned, and dried thoroughly. The surface is then wiped with a liquid mounting compound, usually the same material used to mount the specimen, to seal the pores. After hardening, the last fine-grinding stage is repeated to remove the excess material, and specimen preparation is continued as usual. The choice of liquid for impregnation or sealing depends on the nature of the sample. It should, of course, be inert toward the specimen.

11.2.1 Impregnation can be accomplished by vacuum impregnation (see 8.4.4.5 through 8.4.4.8) in the specimen.

11.3 *Composite Materials*—Composite materials, particularly hard fibers in a soft matrix or wires in a soft insulation, can be particularly difficult to prepare. The best approach is to first seal or impregnate pores or holes. Then grind carefully, using copious lubrication. The grinding surface must be kept flat and firm. In the polishing stages, the substrate should have no nap and should be fairly hard. Diamond abrasive is recommended. Both will minimize rounding of the hard components. Sometimes, a compromise will have to be made between accepting a few defects (scratches) or rounded edges. If automatic methods are available, high-polishing pressures

and high-nap substrates may provide an alternative method.

11.4 *Coated Materials*:

11.4.1 Coated metals, such as galvanized steel, electroplated metal, enamel ware, and so forth, can be considered a variety of composite materials. They present problems of their own, such as flaking, chipping, and rounding. For example, some coatings are so thin as to be unresolvable on simple cross sections (tinplate). Other problems are the presence of a soft coating on a harder substrate (galvanized steel) or a hard brittle coating on a soft substrate (porcelain enamel on aluminum).

11.4.2 The problem of thin coatings can be handled by using a taper mount. In this method, the specimen is mounted so that the plane of polish is at a small angle to the plane of the surface. For example, a tapered plug is inserted in the mounting press with the taper up. A blank tapered mount is prepared. Masking tape is wrapped around the circumference of the mount to make a well on the tapered end. A small amount of epoxy mounting compound is mixed. The specimen, cut to fit inside the well, is wetted with the epoxy and laid on the face of the tapered mount, coated side up. Using a probe, the specimen is pressed down firmly onto the tapered face. The balance of the epoxy compound is added and allowed to harden. The mounted specimen is ground and polished on the epoxy face in the conventional manner exercising care that the plane of polish is perpendicular to the cylindrical axis of the mount. This is easily done with most automatic grinding machines.

11.4.3 The problem of soft coatings can be solved by the use of a suitable backup. A piece of spring steel is useful to hold the backup in place, or the backup may be cemented to the specimen. The cement can act as an insulation to minimize galvanic effects. A particularly suitable backup is another piece of the same material, with the coating sandwiched in. Another solution is to add another coating, for example, electroplate. However, this may introduce undesirable galvanic effects during etching. Galvanic problems may arise also from the interaction of the coating and its substrate.

11.4.4 Hard coatings on softer substrates can be mounted with a backup piece or a hard-filled mounting compound. Diamond abrasives on a napless cloth will minimize surface relief during polishing.

11.5 Fragile specimens should be mounted in one of the liquid cold mounting formulations. Vacuum impregnation will ensure filling of holes and cavities (see section 8.4.4.5). Thin walls can be reinforced by electroless nickel plating, which will alleviate the rounding problem.

11.6 Likewise, friable specimens can be bound together by impregnation with plastic or by electroless nickel plating, or both. Further guidance can be found in texts on preparation of mineralogical specimens.

12. Precision and Bias

12.1 Because use of this practice does not produce numerical results, no statement of precision or bias is possible.

13. Keywords

13.1 alloys; grinding; metallography; metals; mounting; polishing; specimen preparation (metallographic)



APPENDIX

(Nonmandatory Information)

X1. CLEANING SPECIMENS

X1.1 Metallographers frequently need to clean specimens. In some instances, the adherent debris, oxidation, or corrosion product must be collected for analysis, for example, by X-ray diffraction. In other cases, the adherent matter is of no interest, it merely needs to be removed. If the underlying surface is of no interest, the surface can be shot blasted, wire brushed, or ground. However, if the underlying surface is important, for example, a fracture surface, then the cleaning operation must do as little damage as possible. These different aims of the cleaning operation must be kept in mind before formulating the cleaning program.

X1.2 When the adherent material is to be analyzed, a variety of procedures may be applied depending upon whether or not the underlying surface can or cannot be damaged.

X1.2.1 In the case of debris or corrosion product on the surface of a part, a stylus, scalpel, or other sharp object can be used to scrape off or pry off enough material for analysis. This will do some damage to the surface, but it will be localized.

X1.2.2 As an alternative, use cellulose acetate replicating tape to remove surface debris by the extraction replica approach. A number of approaches have been developed and are described in STP 547³ as well as in many textbooks on electron microscopy. Generally, thick (0.127 mm or 0.005 in.) tape is employed. One surface is moistened with acetone and then pressed against the debris-coated surface. After it dries, strip off the tape in the same way as you would remove adhesive tape. The debris will adhere to the tape.

X1.3 When the surface is to be examined, but the adherent debris will not be analyzed, there are several approaches that can be used. Always try the simplest, safest methods first. For example, use a blast of compressed air to remove any loosely adherent material. A soft camel-hair brush or a soft toothbrush may also be useful for removing loosely adherent matter.

X1.3.1 If the techniques in X1.3 do not suffice, try aqueous

solutions, organic solvents, or alcohol with an ultrasonic cleaner. Aqueous solutions (8 g of Alconox per litre of warm water) containing Alconox⁴, a detergent, have been found (1, 2) to be effective. Follow the Alconox bath with washing under running water, then dry. Organic solvents, such as acetone, ethyl methyl ketone, toluene, xylene, or alcohol (ethanol is preferable to methanol because of potential health problems with the latter) are also very effective. Before choosing one of these solutions, be sure that it will not adversely affect the material being cleaned. Avoid use of chlorinated organic solvents (such as trichlorethylene or carbon tetrachloride) due to their carcinogenic nature. Repeated replication, as described in X1.2.2, is an effective method for cleaning fractures (3, 4).

X1.3.2 When the procedures in X1.3 and X1.3.1 are unsuccessful, more drastic methods are required. Electrolytic cleaning solutions (Table X1.1), have been found to be quite useful. An inert material (stainless steel, graphite, or platinum, for example) is used as an anode, while the specimen is the cathode in the electrolytic cell. Some of these solutions can generate dangerous fumes, hence they should be used under a hood with care. Endox 214⁵ has been found (1) to be useful for cleaning heavily rusted steel fractures.

X1.3.3 Cathodic cleaning solutions or acid-inhibited baths have also been employed to clean fractures (3, 5). However, as the degree of corrosion or oxidation increases, fracture features will be destroyed to a greater extent and cleaning, while it can remove the surface deposits, cannot restore damaged fracture features.

X1.3.4 A number of proprietary rust removal solutions have been developed. These are premixed and used directly out of the container. Two such products are described in Refs 6 and 7.

X1.3.5 Cleaning can also be accomplished by argon-ion bombardment (6) or by use of a glow-discharge method (7, 8). These methods require specialized equipment.

⁴ Alconox is available from Alconox, Inc., New York, NY 10003. An equivalent can be used.

⁵ Endox 214 is available from Enthone, Inc., 350 Frontage Rd., West Haven, CT 06516. An equivalent can be used.

³ "Manual Electron Metallography Techniques," 1973. Available from ASTM Headquarters. Request STP 547.



E 3

TABLE X1.1 Cleaning Solutions for Use When Standard Methods Are Inadequate

6N HCl plus 2 g/L Hexamethylene tetramine ^A	Immerse specimen in solution for 1 to 15 min. Good for steels. Cleaning action can be enhanced by light brushing or by brief (5 s) periods in an ultrasonic cleaner.
3 mL HCl 4 mL 2-Butyne-1, 4 diol inhibitor 50 mL water ^B	Use a fresh solution at room temperature. Use in an ultrasonic cleaner for about 30 s.
49 mL water 49 mL HCl 2 mL Rodine-50 inhibitor ^C	Wash specimen in alcohol for 2 min in an ultrasonic cleaner before and after a 2-min ultrasonic cleaning period with the inhibited acid bath.
6 g sodium cyanide 6 g sodium sulphite 100 mL distilled water ^{D,E,F}	Electrolytic rust removal solution. Use under a hood with care. Use 100-mA/cm ² current density for up to 15 min.
10 g ammonium citrate 100 mL distilled water ^G	Use solution heated to 30°C (86°F).
70 mL orthophosphoric acid 32 g chromic acid 130 mL water ^H	Recommended for removing oxides from aluminum alloy fractures (some sources claim that only organic solvents should be used).
8 oz endox 214 powder 1000 mL cold water (add small amount of Photo-Flo) ^{I,J}	Use electrolytically at 250-mA/cm ² current density for 1 min with a Pt cathode to remove oxidation products. Wash in an ultrasonic cleaner with the solution for 1 min. Repeat this cycle several times if necessary. Use under a hood.

^A deLeiris, H., et al, "Techniques for Removing Rust from Fractures of Steel Parts that are to be Examined by Electron Microfractography," *Mem. Sci. Rev. Met.*, Vol 63, No. 5, May 1966, pp. 463-472.

^B Dahlberg, E. P., "Techniques for Cleaning Service Failures in Preparation for Scanning Electron Microscope and Microprobe Analysis," *Scanning Electron Microscopy*, 1974, Part IV, pp. 911-918.

^C Brooks, C. E., and Lundin, C. D., "Rust Removal from Steel Fractures—Effect on Fractographic Evaluation," *Microstructural Science*, Vol 3A, Elsevier, NY, 1975, pp. 21-33.

^D deLeiris, H., et al, "Techniques for Removing Rust from Fractures of Steel Parts That Are to be Estimated by Electron Microfractography," *Mem. Sci. Rev. Met.*, Vol 63, No. 5, May 1966, pp. 463-472.

^E Russ, J. C., and Miller, G. A., "Effect of Oxidation on the Electron Fractographic Interpretation of Fractures in Steel," *JISI*, December 1969, pp. 1635-1638.

^F Pickwick, K. M., and Smith, E., "The Effect of Surface Contamination in SEM Fractographic Investigations," *Micron*, Vol 3, No. 2, 1972, pp. 224-237.

^G Interrante, C. G., and Hicho, G. E., "Removal of Iron-Sulfide Deposits from Fracture Surfaces," *ASTM STP 670*, 1976, pp. 349-365.

^H Beachem, C. D., *The Interpretation of Electron Microscope Fractographs*, NRL Report 6360, U.S. Government Printing Office, Jan. 21, 1966.

^I Yuzawich, P. M., and Hughes, C. W., "An Improved Technique for Removal of Oxide Scale from Fractured Surfaces of Ferrous Materials," *Prakt. Met.*, Vol 15, April 1978, pp. 184-195.

^J Goubau, B., and Werner, H., "Microfractographic Investigation of Fracture Surfaces Coated With Magnetite," *Prakt. Met.*, Vol 17, No. 5, May 1980, pp. 209-219.

REFERENCES

- (1) Yuzawich, P. M., and Hughes, C. W., "An Improved Technique for Removal of Oxide Scale from Fractured Surfaces of Ferrous Materials," *Practical Metallography*, Vol 15, April 1978, pp. 184-195.
- (2) Zipp, R. D., "Preservation and Cleaning of Fracture for Fractography," *Scanning Electron Microscopy*, Part I, 1979, pp. 355-362.
- (3) Russ, J. C., and Miller, G. A., "Effect of Oxidation on the Electron Fractographic Interpretation of Fractures in Steel," *Journal, Iron and Steel Institute*, Vol 207, December 1969, pp. 1635-1638.
- (4) Pickwick, K. M., and Smith, E., "The Effect of Surface Contamination in SEM Fractographic Investigations," *Micron*, Vol 3, No. 2, 1972, pp. 224-237.
- (5) Lane, G. S., and Ellis, J., "The Examination of Corroded Fracture Surfaces in the Scanning Electron Microscope," *Corrosion Science*, Vol 11, September 1971, pp. 661-663.
- (6) Macmillan, J. W., and Flewitt, P. E. J., "Assessment of Methods for Cleaning Oxide from Fracture Surfaces for Examination in a Scanning Electron Microscope," *Micron*, Vol 6, No. 3/4, 1975, pp. 141-146.
- (7) ASTM Task Group E24.02, "Clean Surfaces for Fractography," ASTM STP 600, ASTM, Philadelphia, PA, 1976, pp. 251-253.
- (8) Hajicek, D. J., et al, "Development of a Cleaning Method for SEM Fractographic Analysis of Impulsively Loaded Cylinders," *Microstructural Science*, Vol 5, Elsevier, NY, 1977, pp. 413-421.

The American Society for Testing and Materials takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org).

ANEXO III

Norma ASTM E18-15 para ensayos de dureza materiales metálicos



Designation: E18 – 15

An American National Standard

Standard Test Methods for Rockwell Hardness of Metallic Materials^{1,2}

This standard is issued under the fixed designation E18; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reapproval. A superscript epsilon (ϵ) indicates an editorial change since the last revision or reapproval.

This standard has been approved for use by agencies of the U.S. Department of Defense.

1. Scope*

1.1 These test methods cover the determination of the Rockwell hardness and the Rockwell superficial hardness of metallic materials by the Rockwell indentation hardness principle. This standard provides the requirements for Rockwell hardness machines and the procedures for performing Rockwell hardness tests.

1.2 This standard includes additional requirements in annexes:

Verification of Rockwell Hardness Testing Machines	Annex A1
Rockwell Hardness Standardizing Machines	Annex A2
Standardization of Rockwell Indenters	Annex A3
Standardization of Rockwell Hardness Test Blocks	Annex A4
Guidelines for Determining the Minimum Thickness of a Test Piece	Annex A5
Hardness Value Corrections When Testing on Convex Cylindrical Surfaces	Annex A6

1.3 This standard includes nonmandatory information in appendixes which relates to the Rockwell hardness test.

List of ASTM Standards Giving Hardness Values Corresponding to Tensile Strength	Appendix X1
Examples of Procedures for Determining Rockwell Hardness Uncertainty	Appendix X2

1.4 *Units*—At the time the Rockwell hardness test was developed, the force levels were specified in units of kilograms-force (kgf) and the indenter ball diameters were specified in units of inches (in.). This standard specifies the units of force and length in the International System of Units (SI); that is, force in Newtons (N) and length in millimeters (mm). However, because of the historical precedent and continued common usage, force values in kgf units and ball diameters in inch units are provided for information and much of the discussion in this standard refers to these units.

1.5 The test principles, testing procedures, and verification procedures are essentially identical for both the Rockwell and

Rockwell superficial hardness tests. The significant differences between the two tests are that the test forces are smaller for the Rockwell superficial test than for the Rockwell test. The same type and size indenters may be used for either test, depending on the scale being employed. Accordingly, throughout this standard, the term Rockwell will imply both Rockwell and Rockwell superficial unless stated otherwise.

1.6 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

2. Referenced Documents

2.1 ASTM Standards:³

- A370 Test Methods and Definitions for Mechanical Testing of Steel Products
- A623 Specification for Tin Mill Products, General Requirements
- A623M Specification for Tin Mill Products, General Requirements [Metric]
- B19 Specification for Cartridge Brass Sheet, Strip, Plate, Bar, and Disks
- B36/B36M Specification for Brass Plate, Sheet, Strip, and Rolled Bar
- B96/B96M Specification for Copper-Silicon Alloy Plate, Sheet, Strip, and Rolled Bar for General Purposes and Pressure Vessels
- B103/B103M Specification for Phosphor Bronze Plate, Sheet, Strip, and Rolled Bar
- B121/B121M Specification for Leaded Brass Plate, Sheet, Strip, and Rolled Bar
- B122/B122M Specification for Copper-Nickel-Tin Alloy, Copper-Nickel-Zinc Alloy (Nickel Silver), and Copper-Nickel Alloy Plate, Sheet, Strip, and Rolled Bar
- B130 Specification for Commercial Bronze Strip for Bullet Jackets
- B134/B134M Specification for Brass Wire

¹ These test methods are under the jurisdiction of ASTM Committee E28 on Mechanical Testing and are the direct responsibility of Subcommittee E28.06 on Indentation Hardness Testing.

Current edition approved Feb. 1, 2015. Published March 2015. Originally approved in 1932. Last previous edition approved in 2014 as E18 – 14a. DOI: 10.1520/E0018-15.

² In this test method, the term Rockwell refers to an internationally recognized type of indentation hardness test as defined in Section 3, and not to the hardness testing equipment of a particular manufacturer.

³ For referenced ASTM standards, visit the ASTM website, www.astm.org, or contact ASTM Customer Service at service@astm.org. For *Annual Book of ASTM Standards* volume information, refer to the standard's Document Summary page on the ASTM website.

*A Summary of Changes section appears at the end of this standard

 E18 – 15

B152/B152M Specification for Copper Sheet, Strip, Plate, and Rolled Bar

B370 Specification for Copper Sheet and Strip for Building Construction

E29 Practice for Using Significant Digits in Test Data to Determine Conformance with Specifications

E92 Test Method for Vickers Hardness of Metallic Materials (Withdrawn 2010)⁴

E140 Hardness Conversion Tables for Metals Relationship Among Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Superficial Hardness, Knoop Hardness, Scleroscope Hardness, and Leeb Hardness

E384 Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials

E691 Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

2.2 *American Bearings Manufacturer Association Standard:*

ABMA 10-1989 Metal Balls⁵

2.3 *ISO Standards:*

ISO 6508-1 Metallic Materials—Rockwell Hardness Test—Part 1: Test Method (scales A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T)⁶

ISO/IEC 17011 Conformity Assessment—General Requirements for Accreditation Bodies Accrediting Conformity Assessment Bodies⁶

ISO/IEC 17025 General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories⁶

2.4 *Society of Automotive Engineers (SAE) Standard:*

SAE J417 Hardness Tests and Hardness Number Conversions⁷

3. Terminology and Equations

3.1 *Definitions:*

3.1.1 *calibration*—determination of the values of the significant parameters by comparison with values indicated by a reference instrument or by a set of reference standards.

3.1.2 *verification*—checking or testing to assure conformance with the specification.

3.1.3 *standardization*—to bring in conformance to a known standard through verification or calibration.

3.1.4 *Rockwell hardness test*—an indentation hardness test using a verified machine to force a diamond spheroconical indenter or tungsten carbide (or steel) ball indenter, under specified conditions, into the surface of the material under test, and to measure the difference in depth of the indentation as the force on the indenter is increased from a specified preliminary test force to a specified total test force and then returned to the preliminary test force.

3.1.5 *Rockwell superficial hardness test*—same as the Rockwell hardness test except that smaller preliminary and total test forces are used with a shorter depth scale.

3.1.6 *Rockwell hardness number*—a number derived from the net increase in the depth of indentation as the force on an indenter is increased from a specified preliminary test force to a specified total test force and then returned to the preliminary test force.

3.1.7 *Rockwell hardness machine*—a machine capable of performing a Rockwell hardness test and/or a Rockwell superficial hardness test and displaying the resulting Rockwell hardness number.

3.1.7.1 *Rockwell hardness testing machine*—a Rockwell hardness machine used for general testing purposes.

3.1.7.2 *Rockwell hardness standardizing machine*—a Rockwell hardness machine used for the standardization of Rockwell hardness indenters, and for the standardization of Rockwell hardness test blocks. The standardizing machine differs from a regular Rockwell hardness testing machine by having tighter tolerances on certain parameters.

3.2 *Equations:*

3.2.1 The *average* \bar{H} of a set of n hardness measurements H_1, H_2, \dots, H_n is calculated as:

$$\bar{H} = \frac{H_1 + H_2 + \dots + H_n}{n} \quad (1)$$

3.2.2 The *error* E in the performance of a Rockwell hardness machine at each hardness level, relative to a standardized scale, is determined as:

$$E = \bar{H} - H_{STD} \quad (2)$$

where:

\bar{H} = average of n hardness measurements H_1, H_2, \dots, H_n made on a standardized test block as part of a performance verification, and

H_{STD} = certified average hardness value of the standardized test block.

3.2.3 The *repeatability* R in the performance of a Rockwell hardness machine at each hardness level, under the particular verification conditions, is estimated by the range of n hardness measurements made on a standardized test block as part of a performance verification, defined as:

$$R = H_{max} - H_{min} \quad (3)$$

where:

H_{max} = highest hardness value, and

H_{min} = lowest hardness value.

4. Significance and Use

4.1 The Rockwell hardness test is an empirical indentation hardness test that can provide useful information about metallic materials. This information may correlate to tensile strength, wear resistance, ductility, and other physical characteristics of metallic materials, and may be useful in quality control and selection of materials.

⁴ The last approved version of this historical standard is referenced on www.astm.org.

⁵ Available from American Bearing Manufacturers Association (ABMA), 2025 M Street, NW, Suite 800, Washington, DC 20036.

⁶ Available from American National Standards Institute (ANSI), 25 W. 43rd St., 4th Floor, New York, NY 10036, <http://www.ansi.org>.

⁷ Available from Society of Automotive Engineers (SAE), 400 Commonwealth Dr., Warrendale, PA 15096-0001, <http://www.sae.org>.

4.2 Rockwell hardness tests are considered satisfactory for acceptance testing of commercial shipments, and have been used extensively in industry for this purpose.

4.3 Rockwell hardness testing at a specific location on a part may not represent the physical characteristics of the whole part or end product.

4.4 Adherence to this standard test method provides traceability to national Rockwell hardness standards except as stated otherwise.

5. Principles of Test and Apparatus

5.1 *Rockwell Hardness Test Principle*—The general principle of the Rockwell indentation hardness test is illustrated in Fig. 1. The test is divided into three steps of force application and removal.

Step 1—The indenter is brought into contact with the test specimen, and the preliminary test force F_0 is applied. After holding the preliminary test force for a specified dwell time, the baseline depth of indentation is measured.

Step 2—The force on the indenter is increased at a controlled rate by the additional test force F_1 to achieve the total test force F . The total test force is held for a specified dwell time.

Step 3—The additional test force is removed, returning to the preliminary test force. After holding the preliminary test force for a specified dwell time, the final depth of indentation is measured. The Rockwell hardness value is derived from the difference h in the final and baseline indentation depths while under the preliminary test force. The preliminary test force is removed and the indenter is removed from the test specimen.

5.1.1 There are two general classifications of the Rockwell test: the Rockwell hardness test and the Rockwell superficial hardness test. The significant difference between the two test classifications is in the test forces that are used. For the Rockwell hardness test, the preliminary test force is 10 kgf (98 N) and the total test forces are 60 kgf (589 N), 100 kgf (981 N), and 150 kgf (1471 N). For the Rockwell superficial hardness test, the preliminary test force is 3 kgf (29 N) and the total test forces are 15 kgf (147 N), 30 kgf (294 N), and 45 kgf (441 N).

5.1.2 Indenters for the Rockwell hardness test include a diamond spheroconical indenter and tungsten carbide ball indenters of specified diameters.

5.1.2.1 Steel indenter balls may be used only for testing thin sheet tin mill products specified in Specifications A623 and A623M using the HR15T and HR30T scales with a diamond spot anvil. Testing of this product may give significantly differing results using a tungsten carbide ball as compared to historical test data using a steel ball.

NOTE 1—Previous editions of this standard have stated that the steel ball was the standard type of Rockwell indenter ball. The tungsten carbide ball is considered the standard type of Rockwell indenter ball. The use of tungsten carbide balls provide an improvement to the Rockwell hardness test because of the tendency of steel balls to flatten with use, which results in an erroneously elevated hardness value. The user is cautioned that Rockwell hardness tests comparing the use of steel and tungsten carbide balls have been shown to give different results. For example, depending on the material tested and its hardness level, Rockwell B scale tests using a tungsten carbide ball indenter have given results approximately one Rockwell point lower than when a steel ball indenter is used.

5.1.3 The Rockwell hardness scales are defined by the combinations of indenter and test forces that may be used. The standard Rockwell hardness scales and typical applications of the scales are given in Tables 1 and 2. Rockwell hardness values shall be determined and reported in accordance with one of these standard scales.

5.2 *Calculation of the Rockwell Hardness Number*—During a Rockwell test, the force on the indenter is increased from a preliminary test force to a total test force, and then returned to the preliminary test force. The difference in the two indentation depth measurements, while under the preliminary test force, is measured as h (see Fig. 1).

5.2.1 The unit measurement for h is mm. From the value of h , the Rockwell hardness number is derived. The Rockwell hardness number is calculated as:

5.2.1.1 For scales using a diamond spheroconical indenter (see Tables 1 and 2):

$$\text{Rockwell Hardness} = 100 - \frac{h}{0.002} \quad (4)$$

$$\text{Rockwell Superficial Hardness} = 100 - \frac{h}{0.001} \quad (5)$$

where h is in mm.

5.2.1.2 For scales using a ball indenter (see Tables 1 and 2):

$$\text{Rockwell Hardness} = 130 - \frac{h}{0.002} \quad (6)$$

$$\text{Rockwell Superficial Hardness} = 100 - \frac{h}{0.001} \quad (7)$$

where h is in mm.

5.2.2 The Rockwell hardness number is an arbitrary number, which, by method of calculation, results in a higher number for harder material.

5.2.3 Rockwell hardness values shall not be designated by a number alone because it is necessary to indicate which indenter and forces have been employed in making the test (see Tables 1 and 2). Rockwell hardness numbers shall be quoted with a scale symbol representing the indenter and forces used. The hardness number is followed by the symbol HR and the scale designation. When a ball indenter is used, the scale designation

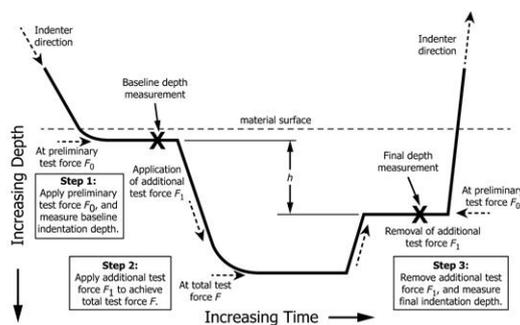


FIG. 1 Rockwell Hardness Test Method (Schematic Diagram)



E18 – 15

TABLE 1 Rockwell Hardness Scales

Scale Symbol	Indenter	Total Test Force, kgf	Dial Figures	Typical Applications of Scales
B	1/16-in. (1.588-mm) ball	100	red	Copper alloys, soft steels, aluminum alloys, malleable iron, etc.
C	diamond	150	black	
A	diamond	60	black	Cemented carbides, thin steel, and shallow case-hardened steel.
D	diamond	100	black	
E	3/16-in. (3.175-mm) ball	100	red	Thin steel and medium case hardened steel, and pearlitic malleable iron.
F	1/16-in. (1.588-mm) ball	60	red	
G	1/16-in. (1.588-mm) ball	150	red	Cast iron, aluminum and magnesium alloys, bearing metals.
H	3/16-in. (3.175-mm) ball	60	red	
K	3/16-in. (3.175-mm) ball	150	red	Annealed copper alloys, thin soft sheet metals.
L	1/4-in. (6.350-mm) ball	60	red	
M	1/4-in. (6.350-mm) ball	100	red	Malleable irons, copper-nickel-zinc and cupro-nickel alloys. Upper limit G92 to avoid possible flattening of ball.
P	1/4-in. (6.350-mm) ball	150	red	
R	1/2-in. (12.70-mm) ball	60	red	Aluminum, zinc, lead.
S	1/2-in. (12.70-mm) ball	100	red	
V	1/2-in. (12.70-mm) ball	150	red	Bearing metals and other very soft or thin materials. Use smallest ball and heaviest load that does not give anvil effect.

TABLE 2 Rockwell Superficial Hardness Scales

Total Test Force, kgf (N)	Scale Symbols				
	N Scale, Diamond Indenter	T Scale, 1/16-in. (1.588-mm) Ball	W Scale, 1/16-in. (3.175-mm) Ball	X Scale, 1/4-in. (6.350-mm) Ball	Y Scale, 1/2-in. (12.70-mm) Ball
15 (147)	15N	15T	15W	15X	15Y
30 (294)	30N	30T	30W	30X	30Y
45 (441)	45N	45T	45W	45X	45Y

is followed by the letter “W” to indicate the use of a tungsten carbide ball or the letter “S” to indicate the use of a steel ball (see 5.1.2.1).

5.2.3.1 Examples:

64 HRC = Rockwell hardness number of 64 on Rockwell C scale

81 HR30N = Rockwell superficial hardness number of 81 on the Rockwell 30N scale

72 HRBW = Rockwell hardness number of 72 on the Rockwell B scale using a tungsten carbide ball indenter

5.2.4 A reported Rockwell hardness number or the average value of Rockwell hardness measurements shall be rounded in accordance with Practice E29 with a resolution no greater than the resolution of the hardness value display of the testing machine. Typically, the resolution of a Rockwell hardness number should not be greater than 0.1 Rockwell units.

NOTE 2—When the Rockwell hardness test is used for the acceptance testing of commercial products and materials, the user should take into account the potential measurement differences between hardness testing machines allowed by this standard (see Section 10, Precision and Bias). Because of the allowable ranges in the tolerances for the repeatability and error of a testing machine, as specified in the verification requirements of Annex A1, one testing machine may have a test result that is one or more hardness points different than another testing machine, yet both machines can be within verification tolerances (see Table A1.3). Commonly for acceptance testing, Rockwell hardness values are rounded to whole numbers following Practice E29. Users are encouraged to address rounding practices with regards to acceptance testing within their quality management system, and make any special requirements known during contract review.

5.3 *Rockwell Testing Machine*—The Rockwell testing machine shall make Rockwell hardness determinations by applying the test forces and measuring the depth of indentation in accordance with the Rockwell hardness test principle.

5.3.1 See the Equipment Manufacturer’s Instruction Manual for a description of the machine’s characteristics, limitations, and respective operating procedures.

5.3.2 The Rockwell testing machine shall automatically convert the depth measurements to a Rockwell hardness number and indicate the hardness number and Rockwell scale by an electronic device or by a mechanical indicator.

5.4 *Indenters*—The standard Rockwell indenters are either diamond spheroconical indenters or tungsten carbide balls of 1.588 mm (1/16 in.), 3.175 mm (1/8 in.), 6.350 mm (1/4 in.), or 12.70 mm (1/2 in.) in diameter. Indenters shall meet the requirements defined in Annex A3. Steel ball indenters may be used in certain circumstances (see 5.1.2.1).

5.4.1 Dust, dirt, or other foreign materials shall not be allowed to accumulate on the indenter, as this will affect the test results.

NOTE 3—Indenters certified to revision E18-07 or later meet the requirements of this standard.

5.5 *Specimen Support*—A specimen support or “anvil” shall be used that is suitable for supporting the specimen to be tested. The seating and supporting surfaces of all anvils shall be clean and smooth and shall be free from pits, deep scratches, and foreign material. Damage to the anvil may occur from testing too thin material or accidental contact of the anvil by the indenter. If the anvil is damaged from any cause, it shall be repaired or replaced. Anvils showing the least visibly perceptible damage may give inaccurate results, particularly on thin material.

5.5.1 Common specimen support anvils should have a minimum hardness of 58 HRC. Some specialty support anvils require a lower material hardness.

E18 – 15

5.5.2 Flat pieces should be tested on a flat anvil that has a smooth, flat bearing surface whose plane is perpendicular to the axis of the indenter.

5.5.3 Small diameter cylindrical pieces shall be tested with a hard V-grooved anvil with the axis of the V-groove directly under the indenter, or on hard, parallel, twin cylinders properly positioned and clamped in their base. These types of specimen supports shall support the specimen with the apex of the cylinder directly under the indenter.

5.5.4 For thin materials or specimens that are not perfectly flat, an anvil having an elevated, flat “spot” 3 mm ($\frac{1}{8}$ in.) to 12.5 mm ($\frac{1}{2}$ in.) in diameter should be used. This spot shall be polished smooth and flat. Very soft material should not be tested on the “spot” anvil because the applied force may cause the penetration of the anvil into the under side of the specimen regardless of its thickness.

5.5.5 When testing thin sheet metal with a ball indenter, it is recommended that a diamond spot anvil be used. The highly polished diamond surface shall have a diameter between 4.0 mm (0.157 in.) and 7.0 mm (0.2875 in.) and be centered within 0.5 mm (0.02 in.) of the test point.

5.5.5.1 CAUTION: A diamond spot anvil should only be used with a maximum total test force of 45 kgf (441 N) and a ball indenter. This recommendation should be followed except when directed otherwise by material specification.

5.5.6 Special anvils or fixtures, including clamping fixtures, may be required for testing pieces or parts that cannot be supported by standard anvils. Auxiliary support may be used for testing long pieces with so much overhang that the piece is not firmly seated by the preliminary force.

5.6 *Verification*—Rockwell testing machines shall be verified periodically in accordance with **Annex A1**.

5.7 *Test Blocks*—Test blocks meeting the requirements of **Annex A4** shall be used to verify the testing machine in accordance with **Annex A1**.

NOTE 4—Test blocks certified to revision E18-07 or later meet the requirements of this standard.

NOTE 5—It is recognized that appropriate standardized test blocks are not available for all geometric shapes, or materials, or both.

6. Test Piece

6.1 For best results, both the test surface and the bottom surface of the test piece should be smooth, even and free from oxide scale, foreign matter, and lubricants. An exception is made for certain materials such as reactive metals that may adhere to the indenter. In such situations, a suitable lubricant such as kerosene may be used. The use of a lubricant shall be defined on the test report.

6.2 Preparation shall be carried out in such a way that any alteration of the surface hardness of the test surface (for example, due to heat or cold-working) is minimized.

6.3 The thickness of the test piece or of the layer under test should be as defined in tables and presented graphically in **Annex A5**. These tables were determined from studies on strips of carbon steel and have proven to give reliable results. For all other materials, it is recommended that the thickness should exceed 10 times the depth of indentation. In general, no

deformation should be visible on the back of the test piece after the test, although not all such marking is indicative of a bad test.

6.3.1 Special consideration should be made when testing parts that exhibit hardness gradients; for example, parts that were case-hardened by processes such as carburizing, carbonitriding, nitriding, induction, etc. The minimum thickness guidelines given in **Annex A5** only apply to materials of uniform hardness, and should not be used to determine the appropriate scale for measuring parts with hardness gradients. The selection of an appropriate Rockwell scale for parts with hardness gradients should be made by special agreement.

NOTE 6—A table listing the minimum effective case depth needed for different Rockwell scales is given in SAE J417.

6.4 When testing on convex cylindrical surfaces, the result may not accurately indicate the true Rockwell hardness; therefore, the corrections given in **Annex A6** shall be applied. For diameters between those given in the tables, correction factors may be derived by linear interpolation. Tests performed on diameters smaller than those given in **Annex A6** are not acceptable. Corrections for tests on spherical and concave surfaces should be the subject of special agreement.

NOTE 7—A table of correction values to be applied to test results made on spherical surfaces is given in ISO 6508-1.

6.5 When testing small diameter specimens, the accuracy of the test will be seriously affected by alignment between the indenter and the test piece, by surface finish, and by the straightness of the cylinder.

7. Test Procedure

7.1 A daily verification of the testing machine shall be performed in accordance with **A1.5** prior to making hardness tests. Hardness measurements shall be made only on the calibrated surface of the test block.

7.2 Rockwell hardness tests should be carried out at ambient temperature within the limits of 10 to 35°C (50 to 95°F). Users of the Rockwell hardness test are cautioned that the temperature of the test material and the temperature of the hardness tester may affect test results. Consequently, users should ensure that the test temperature does not adversely affect the hardness measurement.

7.3 The test piece shall be supported rigidly so that displacement of the test surface is minimized (see **5.5**).

7.4 *Test Cycle*—This standard specifies the Rockwell test cycle by stating recommendations or requirements for five separate parts of the cycle. These parts are illustrated for a Rockwell C scale test in **Fig. 2**, and defined as follows:

(1) *Contact Velocity, v_A* —The velocity of the indenter at the point of contact with the test material.

(2) *Preliminary Force Dwell Time, t_{PF}* —The dwell time beginning when the preliminary force is fully applied and ending when the first baseline depth of indentation is measured, (also see **7.4.1.3**).

(3) *Additional Force Application Time, t_{TA}* —The time for applying the additional force to obtain the full total force.

(4) *Total Force Dwell Time, t_{TF}* —The dwell time while the total force is fully applied.

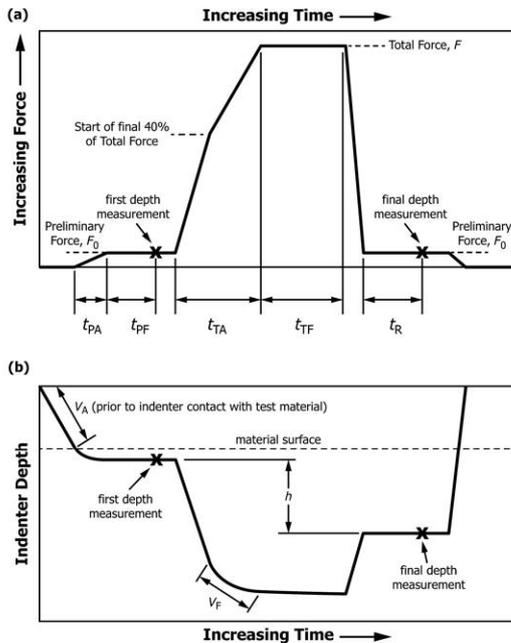


FIG. 2 Schematic of Force-Time Plot (a) and Indenter Depth-Time Plot (b) of an HRC Test Illustrating the Test Cycle Parts

(5) *Dwell Time for Elastic Recovery, t_R* —The dwell time at the preliminary force level, beginning when the additional force is fully removed, and ending when the second and final depth of indentation is measured.

7.4.1 The standard Rockwell test cycle is specified in Table 3. The test cycle used for Rockwell hardness tests shall be in accordance with these test cycle values and tolerances (see Note 8), with the following exceptions.

7.4.1.1 *Precautions for Materials Having Excessive Time-Dependent Plasticity (Indentation Creep)*—In the case of materials exhibiting excessive plastic flow after application of the total test force, special considerations may be necessary since the indenter will continue to penetrate. When materials require the use of a longer total force dwell time than for the standard test cycle stated in Table 3, this should be specified in the product specification. In these cases, the actual extended

TABLE 3 Test Cycle Tolerances

Test Cycle Parameter	Tolerance
Indenter contact velocity, v_A (recommended)	≤ 2.5 mm/s
Dwell time for preliminary force, t_{PF} (when the time to apply the preliminary force $t_{PA} \geq 1$ s, then calculate this parameter as $\frac{t_{PA}}{2} + t_{PF}$)	0.1 to 4.0 s
Time for application of additional force, t_{TA}	1.0 to 8.0 s
Dwell time for total force, t_{TF}	2.0 to 6.0 s
Dwell time for elastic recovery, t_R	0.2 to 5.0 s

total force dwell time used shall be recorded and reported after the test results (for example, 65 HRFW, 10 s).

7.4.1.2 There are testing conditions that may require that the indenter contact velocity exceed the recommended maximum stated in Table 3. The user should ensure that the higher contact velocity does not cause a shock or overload which would affect the hardness result. It is recommended that comparison tests be made on the same test material using a test cycle within the requirements stated in Table 3.

7.4.1.3 For testing machines that take 1 s or longer to apply the preliminary force t_{PA} , the preliminary force dwell time value t_{PF} shall be adjusted before comparing the parameter with the tolerances of Table 3 by adding to it one half of t_{PA} as $\frac{t_{PA}}{2} + t_{PF}$. For testing machines that apply the preliminary force t_{PA} in 1 s or less, this adjustment to the preliminary force dwell time value t_{PF} is optional.

NOTE 8—It is recommended that the test cycle to be used with the hardness machine match, as closely as possible, the test cycle used for the indirect verification of the hardness machine. Varying the values of the testing cycle parameters within the tolerances of Table 3 can produce different hardness results.

7.5 *Test Procedure*—There are many designs of Rockwell hardness machines, requiring various levels of operator control. Some hardness machines can perform the Rockwell hardness test procedure automatically with almost no operator influence, while other machines require the operator to control most of the test procedure.

7.5.1 Bring the indenter into contact with the test surface in a direction perpendicular to the surface and, if possible, at a velocity within the recommended maximum contact velocity v_A .

7.5.2 Apply the preliminary test force F_0 of 10 kgf (98 N) for the Rockwell hardness test or 3 kgf (29 N) for the Rockwell superficial hardness test.

7.5.3 Maintain the preliminary force for the specified preliminary force dwell time t_{PF} .

7.5.4 At the end of the preliminary force dwell time t_{PF} , immediately establish the reference position of the baseline depth of indentation (see manufacturer's Instruction Manual).

7.5.5 Increase the force by the value of the additional test force F_1 needed to obtain the required total test force F for a given hardness scale (see Tables 1 and 2). The additional force F_1 shall be applied in a controlled manner within the specified application time range t_{TA} .

7.5.6 Maintain the total force F for the specified total force dwell time t_{TF} .

7.5.7 Remove the additional test force F_1 while maintaining the preliminary test force F_0 .

7.5.8 Maintain the preliminary test force F_0 for an appropriate time to allow elastic recovery in the test material and the stretch of the frame to be factored out.

7.5.9 At the end of the dwell time for elastic recovery, immediately establish the final depth of indentation (see manufacturer's Instruction Manual). The testing machine shall calculate the difference between the final and baseline depth measurements and indicate the resulting Rockwell hardness value. The Rockwell hardness number is derived from the

differential increase in depth of indentation as defined in Eq 4, Eq 5, Eq 6, and Eq 7.

7.6 Throughout the test, the apparatus shall be protected from shock or vibration that could affect the hardness measurement result.

7.7 After each change, or removal and replacement, of the indenter or the anvil, at least two preliminary indentations shall be made to ensure that the indenter and anvil are seated properly. The results of the preliminary indentations shall be disregarded.

7.8 After each change of a test force or removal and replacement of the indenter or the anvil, it is strongly recommended that the operation of the machine be checked in accordance with the daily verification method specified in Annex A1.

7.9 *Indentation Spacing*—The hardness of the material immediately surrounding a previously made indentation will usually increase due to the induced residual stress and work-hardening caused by the indentation process. If a new indentation is made in this affected material, the measured hardness value will likely be higher than the true hardness of the material as a whole. Also, if an indentation is made too close to the edge of the material or very close to a previously made indentation, there may be insufficient material to constrain the deformation zone surrounding the indentation. This can result in an apparent lowering of the hardness value. Both of these circumstances can be avoided by allowing appropriate spacing between indentations and from the edge of the material.

7.9.1 The distance between the centers of two adjacent indentations shall be at least three times the diameter d of the indentation (see Fig. 3).

7.9.2 The distance from the center of any indentation to an edge of the test piece shall be at least two and a half times the diameter of the indentation (see Fig. 3).

8. Conversion to Other Hardness Scales or Tensile Strength Values

8.1 There is no general method of accurately converting the Rockwell hardness numbers on one scale to Rockwell hardness numbers on another scale, or to other types of hardness numbers, or to tensile strength values. Such conversions are, at best, approximations and, therefore, should be avoided except

for special cases where a reliable basis for the approximate conversion has been obtained by comparison tests.

NOTE 9—The Standard Hardness Conversion Tables for Metals, E140, give approximate conversion values for specific materials such as steel, austenitic stainless steel, nickel and high-nickel alloys, cartridge brass, copper alloys, and alloyed white cast irons. The Rockwell hardness data in the conversion tables of E140 was determined using steel ball indenters.

NOTE 10—ASTM standards giving approximate hardness-tensile strength relationships are listed in Appendix X1.

9. Report

9.1 The test report shall include the following information:

9.1.1 The Rockwell hardness number. All reports of Rockwell hardness numbers shall indicate the scale used. The reported number shall be rounded in accordance with Practice E29 (see 5.2.4 and Note 2),

9.1.2 The total force dwell time, if outside the specified standard test cycle tolerances (see Table 3), and

9.1.3 The ambient temperature at the time of test, if outside the limits of 10 to 35°C (50 to 95°F), unless it has been shown not to affect the measurement result.

10. Precision and Bias^{8, 9}

10.1 *Precision*—A Rockwell hardness precision and bias study was conducted in 2000 in accordance with Practice E691. Tests were performed in the following six Rockwell scales: HRA, HRC, HRBS, HR30N, HR30TS, and HRES. The tests in the HRBS, HR30TS and HRES scales were made using steel ball indenters. A total of 18 Rockwell scale hardness test blocks of the type readily available were used for this study. Test blocks at three different hardness levels (high, medium, and low) in each scale were tested three times each. The results from the first study are filed under ASTM Research Report RR:E28-1021.^{8,9}

10.2 Starting with version E18-05, this standard changed from the use of steel balls to carbide balls for all scales that use a ball indenter. Due to this change, a second study was conducted in 2006. The second study was performed in accordance with Practice E691 and was identical to the initial study except it was limited to the HRBW, HR30TW, and HREW scales, all of which use carbide ball indenters. The results from that study are filed under ASTM Research Report RR:E28-1022.

10.3 A total of 14 different labs participated in the two studies. Eight participated in the first study and nine in the second study. Three labs participated in both studies. The labs chosen to participate in this study were a combination of commercial testing labs (6), in-house labs (5) and test block manufacturer's calibration labs (3). Each lab was instructed to test each block in three specific locations around the surface of the blocks. All testing was to be done according to ASTM E18-05.

10.4 The results given in Table 4 may be useful in interpreting measurement differences. It is a combination of the two

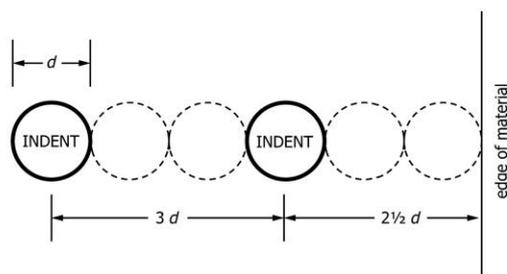


FIG. 3 Schematic of Minimum Indentation Spacing

⁸ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:E28-1021.

⁹ Supporting data have been filed at ASTM International Headquarters and may be obtained by requesting Research Report RR:E28-1022.

TABLE 4 Results of the Precision and Bias Study

Test Block	Average Hardness	S_r	S_R	r_{PB}	R_{PB}
Data from 2000 study					
62.8 HRA	62.50	0.164	0.538	0.459	1.506
73.1 HRA	73.04	0.138	0.358	0.387	1.002
83.9 HRA	84.54	0.085	0.468	0.238	1.309
25.0 HRC	24.99	0.335	0.440	0.937	1.232
45.0 HRC	45.35	0.156	0.259	0.438	0.725
65.0 HRC	65.78	0.153	0.389	0.427	1.089
45.9 HR30N	46.75	0.299	2.489	0.837	6.969
64.0 HR30N	64.74	0.248	0.651	0.694	1.822
81.9 HR30N	82.52	0.195	0.499	0.547	1.396
Data from 2006 study					
40 HRBW	43.90	0.492	0.668	1.378	1.871
60 HRBW	61.77	0.663	0.697	1.855	1.953
95 HRBW	91.09	0.250	0.292	0.701	0.817
62 HREW	64.07	0.346	0.675	0.970	1.890
81 HREW	81.61	0.232	0.406	0.649	1.136
100 HREW	96.22	0.177	0.322	0.497	0.901
22 HR30TW	18.33	0.702	0.901	1.965	2.522
56 HR30TW	58.0	0.476	0.517	1.333	1.447
79 HR30TW	81.0	0.610	0.851	1.709	2.382

studies. The diamond scales, HRC, HRA, and HR30N are from the first study and the ball scales, HRBW, HREW, and HR30TW are from the second study. This combination reflects the testing that is being done currently.

10.5 The value of r_{PB} indicates the typical amount of variation that can be expected between test results obtained for the same material by the same operator using the same hardness tester on the same day. When comparing two test results made under these conditions, a measurement difference of less than the r_{PB} value for that Rockwell scale is an indication that the results may be equivalent.

10.6 The value of R_{PB} indicates the typical amount of variation that can be expected between test results obtained for

the same material by different operators using different hardness testers on different days. When comparing two test results made under these conditions, a measurement difference of less than the R_{PB} value for that Rockwell scale is an indication that the results may be equivalent.

10.7 Any judgments based on 10.5 and 10.6 would have an approximately 95 % probability of being correct.

10.8 This precision and bias study was conducted on a selected number of the most commonly used Rockwell scales. For Rockwell scales not listed, the r_{PB} and R_{PB} values may be estimated using the conversion tables of E140 to determine a corresponding increment of hardness for the scale of interest at the hardness level of interest. The user is cautioned that estimating the r_{PB} and R_{PB} values in this way, decreases the probability of them being correct.

10.9 Although the precision values given in Table 4 provide guidance on interpreting differences in Rockwell hardness measurement results, a complete evaluation of measurement uncertainty will provide a more definitive interpretation of the results for the specific testing conditions.

10.10 The data generally indicated reasonable precision except for the 45.9 HR30N scale. In that scale the S_R and R_{PB} values are very high compared to all of the other scales. An examination of the raw data revealed that one lab's results were much higher than the others, significantly affecting the overall results in that scale. The results from all of the other scales seem to be reasonable.

10.11 *Bias*—There are no recognized standards by which to fully estimate the bias of this test method.

11. Keywords

11.1 hardness; mechanical test; metals; Rockwell

ANNEXES

(Mandatory Information)

A1. VERIFICATION OF ROCKWELL HARDNESS TESTING MACHINES

A1.1 Scope

A1.1.1 Annex A1 specifies three types of procedures for verifying Rockwell hardness testing machines: *direct verification*, *indirect verification*, and *daily verification*.

A1.1.2 Direct verification is a process for verifying that critical components of the hardness testing machine are within allowable tolerances by directly measuring the test forces, depth measuring system, machine hysteresis, and testing cycle.

A1.1.3 Indirect verification is a process for periodically verifying the performance of the testing machine by means of standardized test blocks and indenters.

A1.1.4 The daily verification is a process for monitoring the performance of the testing machine between indirect verifications by means of standardized test blocks.

A1.1.5 Adherence to this standard and annex provides traceability to national standards, except as stated otherwise.

A1.2 General Requirements

A1.2.1 The testing machine shall be verified at specific instances and at periodic intervals as specified in Table A1.1, and when circumstances occur that may affect the performance of the testing machine.

A1.2.2 The temperature at the verification site shall be measured with an instrument having an accuracy of at least $\pm 2.0^\circ\text{C}$ or $\pm 3.6^\circ\text{F}$. It is recommended that the temperature be monitored throughout the verification period, and significant temperature variations be recorded and reported. The temperature at the verification site does not need to be measured for a

TABLE A1.1 Verification Schedule for a Rockwell Testing Machine

Verification Procedure	Schedule
Direct verification	When a testing machine is new, or when adjustments, modifications or repairs are made that could affect the application of the test forces, the depth measuring system, or the machine hysteresis. When a testing machine fails an indirect verification (see A1.4.9.4).
Indirect verification	Recommended every 12 months, or more often if needed. Shall be no longer than every 18 months. When a testing machine is installed or moved, [only a partial indirect verification is performed by following the procedure given in A1.4.7 for verifying the as-found condition]. This does not apply to machines that are designed to be moved or that move prior to each test, when it has been previously demonstrated that such a move will not affect the hardness result. Following a direct verification. To qualify an indenter that was not verified in the last indirect verification, (only a partial indirect verification is performed, see A1.4.10).
Daily verification	Required each day that hardness tests are to be made. Recommended whenever the indenter, anvil, or test force is changed.

daily verification or when qualifying additional user's indenters in accordance with A1.4.10.

A1.2.3 All instruments used to make measurements required by this Annex shall be calibrated traceable to national standards when a system of traceability exists, except as noted otherwise.

A1.2.4 Direct verification of newly manufactured or rebuilt testing machines shall be performed at the place of manufacture, rebuild or repair. Direct verification may also be performed at the location of use.

A1.2.5 Indirect verification of the testing machine shall be performed at the location where it will be used.

NOTE A1.1—It is recommended that the calibration agency that is used to conduct the verifications of Rockwell hardness testing machines be accredited to the requirements of ISO 17025 (or an equivalent) by an accrediting body recognized by the International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC) as operating to the requirements of ISO/IEC 17011.

A1.3 Direct Verification

A1.3.1 A direct verification of the testing machine shall be performed at specific instances in accordance with Table A1.1. The test forces, depth-measuring system, machine hysteresis, and testing cycle shall be verified as follows.

NOTE A1.2—Direct verification is a useful tool for determining the sources of error in a Rockwell hardness testing machine. It is recommended that testing machines undergo direct verification periodically to make certain that errors in one component of the machine are not being offset by errors in another component.

A1.3.2 *Verification of the Test Forces*—For each Rockwell scale that will be used, the corresponding test forces (preliminary test force at loading, total test force, and preliminary test force during elastic recovery) shall be measured. The test forces shall be measured by means of a Class A elastic force measuring instrument having an accuracy of at least 0.25 %, as described in ASTM E74.

A1.3.2.1 Make three measurements of each force. The forces shall be measured as they are applied during testing.

A1.3.2.2 Each preliminary test force F_0 and each total test force F shall be accurate to within the tolerances given in Table A1.2, and the range of the three force measurements (highest minus lowest) shall be within 75 % of the tolerances of Table A1.2.

A1.3.3 *Verification of the Depth Measuring System*—The depth measuring system shall be verified by means of an instrument, device or standard having an accuracy of at least 0.0002 mm.

A1.3.3.1 Verify the testing machine's depth measurement system at not less than four evenly spaced increments covering the full range of the normal working depth measured by the testing machine. The normal working depth range shall correspond to the lowest and highest hardness values for the Rockwell scales that will be tested.

A1.3.3.2 The indentation-depth measuring device shall be accurate within ± 0.001 mm for the regular Rockwell hardness scales and ± 0.0005 mm for the Rockwell superficial hardness scales. These accuracies correspond to 0.5 hardness units.

A1.3.3.3 Some testing machines have a long-stroke depth measuring system where the location of the working range of the depth measuring system varies depending on the thickness of the test material. This type of testing machine shall have a system to electronically verify that the depth measuring device is continuous over its full range and free from dirt or other discontinuities that could affect its accuracy. These types of testers shall be verified using the following steps.

(1) At the approximate top, mid point, and bottom of the total stroke of the measuring device, verify the accuracy of the device at no less than four evenly spaced increments of approximately 0.05 mm at each of the three locations. The accuracy shall be within the tolerances defined above.

(2) Operate the actuator over its full range of travel and monitor the electronic continuity detection system. The system shall indicate continuity over the full range.

A1.3.4 *Verification of Machine Hysteresis*—Each time a Rockwell hardness test is made, the testing machine will undergo flexure in some of the machine components and the machine frame. If the flexure is not entirely elastic during the application and removal of the additional force F_1 , the testing machine may exhibit hysteresis in the indenter-depth measurement system, resulting in an offset or bias in the test result. The goal of the hysteresis verification is to perform a purely elastic

TABLE A1.2 Tolerances on Applied Force for a Rockwell Testing Machine

Force		Tolerance	
kgf	N	kgf	N
10	98.07	0.20	1.96
60	588.4	0.45	4.41
100	980.7	0.65	6.37
150	1471	0.90	8.83
3	29.42	0.060	0.589
15	147.1	0.100	0.981
30	294.2	0.200	1.961
45	441.3	0.300	2.963

E18 – 15

test that results in no permanent indentation. In this way, the level of hysteresis in the flexure of the testing machine can be determined.

A1.3.4.1 Perform repeated Rockwell tests using a blunt indenter (or the indenter holder surface) acting directly onto the anvil or a very hard test piece. The tests shall be conducted using the highest test force that is used during normal testing.

A1.3.4.2 Repeat the hysteresis verification procedure for a maximum of ten measurements and average the last three tests. The average measurement shall indicate a hardness number of 130 ± 1.0 Rockwell units when Rockwell ball scales B, E, F, G, H and K are used, or within 100 ± 1.0 Rockwell units when any other Rockwell scale is used.

A1.3.5 *Verification of the Testing Cycle*—Section 7 specifies the Rockwell testing cycle by stating requirements and recommendations for five separate parameters of the cycle. The testing machine shall be verified to be capable of meeting the tolerances specified in Table 3 for the following four test cycle parameters: the dwell time for preliminary force, the time for application of additional force, the dwell time for total force and the dwell time for elastic recovery. The tolerance for the indenter contact velocity is a recommendation. Direct verification of the testing cycle is to be verified by the testing machine manufacturer at the time of manufacture, and when the testing machine is returned to the manufacturer for repair when a problem with the testing cycle is suspected. Verification of the testing cycle is not required as part of the direct verification at other times.

A1.3.5.1 Rockwell hardness testing machines manufactured before the implementation of E18–07 may not have undergone the direct verification of the machine's testing cycle. Since this verification often must be performed at the manufacturer's site, the test cycle verification requirement does not apply to testing machines manufactured before the implementation of E18–07, unless the testing machine is returned to the manufacturer for repair.

A1.3.6 *Direct Verification Failure*—If any of the direct verifications fail the specified requirements, the testing machine shall not be used until it is adjusted or repaired. If the test forces, depth measuring system, machine hysteresis, or testing cycle may have been affected by an adjustment or repair, the affected components shall be verified again by direct verification.

A1.3.7 An indirect verification shall follow a successful direct verification.

A1.4 Indirect Verification

A1.4.1 An indirect verification of the testing machine shall be performed, at a minimum, in accordance with the schedule given in Table A1.1. The frequency of indirect verifications should be based on the usage of the testing machine.

A1.4.2 The testing machine shall be verified for each Rockwell scale that will be used prior to the next indirect verification. Hardness tests made using Rockwell scales that have not been verified within the schedule given in Table A1.1 do not meet this standard.

A1.4.3 Standardized test blocks meeting the requirements of Annex A4 (see Note 4) shall be used in the appropriate hardness ranges for each scale to be verified. These ranges are given in Table A1.3. Hardness measurements shall be made only on the calibrated surface of the test block.

A1.4.4 The indenters to be used for the indirect verification shall meet the requirements of Annex A3 (see Note 3).

A1.4.5 The testing cycle to be used for the indirect verification shall be the same as is typically used by the user.

A1.4.6 Prior to performing the indirect verification, ensure that the testing machine is working freely, and that the indenter and anvil are seated adequately. Make at least two hardness measurements on a suitable test piece to seat the indenter and anvil. The results of these measurements need not be recorded.

A1.4.7 *As-found Condition:*

A1.4.7.1 It is recommended that the as-found condition of the testing machine be assessed as part of an indirect verification. This is important for documenting the historical performance of the machine in the scales used since the last indirect verification. This procedure should be conducted prior to any cleaning, maintenance, adjustments, or repairs.

A1.4.7.2 When the as-found condition of the testing machine is assessed, it shall be determined with the user's indenter(s) that are normally used with the testing machine. At least two standardized test blocks, each from a different hardness range as defined in Table A1.3, should be tested for each Rockwell scale that will undergo indirect verification. The difference in hardness between any of the standardized test blocks shall be at least 5 hardness points for each Rockwell scale.

A1.4.7.3 On each standardized test block, make at least two measurements distributed uniformly over the test surface.

A1.4.7.4 Determine the repeatability R and the error E (Eq 2 and Eq 3) in the performance of the testing machine for each standardized test block that is measured.

A1.4.7.5 The error E and the repeatability R should be within the tolerances of Table A1.3. If the calculated values of error E or repeatability R fall outside of the specified tolerances, this is an indication that the hardness tests made since the last indirect verification may be suspect.

A1.4.8 *Cleaning and Maintenance*—Perform cleaning and routine maintenance of the testing machine (when required) in accordance with the manufacturer's specifications and instructions.

A1.4.9 *Indirect Verification Procedure*—The indirect verification procedure requires that the testing machine be verified using one or more of the user's indenters.

A1.4.9.1 One standardized test block shall be tested from each of the hardness ranges (usually three ranges) for each Rockwell scale to be verified, as given in Table A1.3. The difference in hardness between any of the standardized test blocks shall be at least 5 hardness points for each Rockwell scale. The user may find that high, medium and low range test blocks are unavailable commercially for some scales. In these cases, one of the following two procedures shall be followed.

TABLE A1.3 Maximum Allowable Repeatability and Error of Testing Machines for Ranges of Standardized Test Blocks

	Range of Standardized Test Blocks ^A	Maximum Repeatability, <i>R</i> (HR units)	Maximum Error, <i>E</i> (HR units)
HRA	< 70	2.0	± 1.0
	≧ 70 and < 80	1.5	± 1.0
	≧ 80	1.0	± 0.5
HRBW	< 60	2.0	± 1.5
	≧ 60 and < 80	1.5	± 1.0
	≧ 80	1.5	± 1.0
HRC	< 35	2.0	± 1.0
	≧ 35 and < 60	1.5	± 1.0
	≧ 60	1.0	± 0.5
HRD	< 51	2.0	± 1.0
	≧ 51 and < 71	1.5	± 1.0
	≧ 71	1.0	± 0.5
HREW	< 84	1.5	± 1.0
	≧ 84 and < 93	1.5	± 1.0
	≧ 93	1.0	± 1.0
HRFW	< 80	1.5	± 1.0
	≧ 80 and < 94	1.5	± 1.0
	≧ 94	1.0	± 1.0
HRGW	< 55	2.0	± 1.0
	≧ 55 and < 80	2.0	± 1.0
	≧ 80	2.0	± 1.0
HRHW	< 96	2.0	± 1.0
	≧ 96	2.0	± 1.0
	HRKW	< 65	1.5
≧ 65 and < 85		1.0	± 1.0
≧ 85		1.0	± 1.0
HRLW ^B		2.0	± 1.0
HRMW ^B		2.0	± 1.0
HRPW ^B		2.0	± 1.0
HRRW ^B		2.0	± 1.0
HRSW ^B		2.0	± 1.0
HRVW ^B		2.0	± 1.0
HR15N	< 78	2.0	± 1.0
	≧ 78 and < 90	1.5	± 1.0
	≧ 90	1.0	± 0.7
HR30N	< 85	2.0	± 1.0
	≧ 85 and < 77	1.5	± 1.0
	≧ 77	1.0	± 0.7
HR45N	< 37	2.0	± 1.0
	≧ 37 and < 66	1.5	± 1.0
	≧ 66	1.0	± 0.7
HR15TW	< 81	2.0	± 1.5
	≧ 81 and < 87	1.5	± 1.0
	≧ 87	1.5	± 1.0
HR30TW	< 57	2.0	± 1.5
	≧ 57 and < 70	1.5	± 1.0
	≧ 70	1.5	± 1.0
HR45TW	< 33	2.0	± 1.5
	≧ 33 and < 53	1.5	± 1.0
	≧ 53	1.5	± 1.0
HR15WW ^B		2.0	± 1.0
HR30WW ^B		2.0	± 1.0
HR45WW ^B		2.0	± 1.0
HR15XW ^B		2.0	± 1.0
HR30XW ^B		2.0	± 1.0
HR45XW ^B		2.0	± 1.0
HR15YW ^B		2.0	± 1.0
HR30YW ^B		2.0	± 1.0
HR45YW ^B		2.0	± 1.0

^A The user may find that high, medium and low range test blocks are unavailable commercially for some scales. In these cases one or two standardized blocks where available may be used. It is recommended that all high range test blocks for Rockwell scales using a ball indenter should be less than 100 HR units.

^B Appropriate ranges of standardized test blocks for the L, M, P, R, S, V, W, X, and Y scales shall be determined by dividing the usable range of the scale into two ranges, if possible.

(1) *Alternative Procedure 1*—The testing machine shall be verified using the standardized blocks from the one or two ranges that are available. Also, the testing machine shall be

verified on another Rockwell scale which uses the same test forces and for which three blocks are available. In this case, the testing machine is considered verified for the entire Rockwell scale.

(2) *Alternative Procedure 2*—This procedure may be used when standardized blocks from two ranges are available. The testing machine shall be verified using the standardized blocks from the two available ranges. In this case, the testing machine is considered verified for only the part of the scale bracketed by the levels of the blocks.

A1.4.9.2 On each standardized test block, make five measurements distributed uniformly over the test surface. Determine the error *E* and the repeatability *R* in the performance of the testing machine using Eq 2 and Eq 3 for each hardness level of each Rockwell scale to be verified.

A1.4.9.3 The error *E* and the repeatability *R* shall be within the tolerances of Table A1.3. The indirect verification shall be approved only when the testing machine measurements of repeatability and error meet the specified tolerances using at least one of the user's indenters.

A1.4.9.4 In the case that the testing machine cannot pass the repeatability and error verifications with the user's indenter, a number of corrective actions may be attempted to bring the testing machine within tolerances. These actions include cleaning and maintenance, replacing the anvil or using another of the user's indenters. The indirect verification procedures shall be repeated after making the allowed corrective actions.

NOTE A1.3—When a testing machine fails indirect verification, it is recommended that the testing machine be verified again using a Class A (or better) indenter for those scales and hardness levels that failed the indirect verification with the user's indenter. If the testing machine passes the repeatability and error tests with a Class A indenter, it is an indication that the user's indenter is out of tolerance. A new indenter may be acquired by the user as a corrective action (see A1.4.9.4) allowing the indirect verification procedures to be repeated without having to perform a direct verification. If the testing machine continues to fail the repeatability or error tests of an indirect verification with the Class A indenter, it is an indication that there is a problem with the machine and not the user's indenter.

A1.4.9.5 If the testing machine continues to fail the repeatability or error tests following corrective actions, the testing machine shall undergo adjustment and/or repair followed by a direct verification.

A1.4.10 *Qualifying Additional User's Indenters*—In cases where the testing machine passes indirect verification using only one of the user's indenters, only that one indenter is considered verified for use with the specific testing machine for the Rockwell scales that were indirectly verified using that indenter. Before any other indenter may be used for testing the same Rockwell scales, it must be verified for use with the specific verified testing machine. This requirement does not apply to changing an indenter ball. The indenter verifications may be made at any time after the indirect verification, and may be performed by the user as follows.

A1.4.10.1 The testing machine and indenter shall be verified together using the indirect verification procedures of A1.4.9 with the following exception. The verification shall be performed on at least two standardized test blocks (high and low ranges) for each Rockwell scale that the indenter will be used.

 E18 – 15

A1.4.10.2 The indenter may be used with the specific verified testing machine only when the verification measurements of repeatability and error meet the specified tolerances.

A1.4.11 The user shall identify and keep track of the indenters verified for use with the testing machine.

A1.5 Daily Verification

A1.5.1 The daily verification is intended for the user to monitor the performance of the testing machine between indirect verifications. At a minimum, the daily verification shall be performed in accordance with the schedule given in **Table A1.1** for each Rockwell scale that will be used.

A1.5.2 It is recommended that the daily verification procedures be performed whenever the indenter, anvil, or test force is changed.

A1.5.3 *Daily Verification Procedures*—The procedures to use when performing a daily verification are as follows.

A1.5.3.1 Daily verification shall use standardized test block(s) that meet the requirements of **Annex A4** (see **Note 4**). Daily verification shall be done for each Rockwell scale that is to be used that day. At least one test block shall be used, and when commercially available, the hardness range of the test block shall be chosen to be within 15 Rockwell points of the hardness value that the testing machine is expected to measure. Alternatively, two test blocks can be used, (when commercially available), one higher and one lower than the hardness range that the testing machine is expected to measure. In cases where the configuration of the anvil to be used is not suitable for the testing of blocks, a suitable anvil or adapter for testing a test block must be used temporarily.

A1.5.3.2 The indenter to be used for the daily verification shall be the indenter that is normally used for testing.

A1.5.3.3 Before performing the daily verification tests, ensure that the testing machine is working freely, and that the indenter and anvil are seated adequately. Make at least two hardness measurements on a suitable test piece. The results of these measurements need not be recorded.

A1.5.3.4 Make at least two hardness measurements on each of the daily verification test blocks adhering to the spacing requirements given in **7.9**.

A1.5.3.5 For each test block, calculate the error E (see **Eq 2**) and the repeatability R (see **Eq 3**) from the measured hardness values. The testing machine with the indenter is regarded as performing satisfactorily if both E and R for all test blocks are within the maximum tolerances given in **Table A1.3**. Note that if the differences between the individual hardness values and the certified value for a test block are all within the maximum error E tolerances marked on the test block and given in **Table A1.3**, the above criteria will be met for that block and it is not necessary to calculate E and R .

A1.5.3.6 If the daily verification measurements for any of the test blocks do not meet the criteria of **A1.5.3.5**, the daily verification may be repeated with a different indenter or after cleaning the tester, or both (see the manufacturer's instructions). If any of the test block measurements continue to not meet the criteria of **A1.5.3.5**, an indirect verification shall be performed. Whenever a testing machine fails a daily

verification, the hardness tests made since the last valid daily verification may be suspect.

A1.5.3.7 If the anvil to be used for testing is different than the anvil used for the daily verification, it is recommended that the daily verification be repeated on an appropriate part of known hardness.

NOTE A1.4—It is highly recommended that the results obtained from the daily verification testing be recorded using accepted Statistical Process Control techniques, such as, but not limited to, X-bar (measurement averages) and R-charts (measurement ranges), and histograms.

A1.6 Verification Report

A1.6.1 The verification report shall include the following information as a result of the type of verification performed.

A1.6.2 *Direct Verification:*

A1.6.2.1 Reference to this ASTM test method.

A1.6.2.2 Identification of the hardness testing machine, including the serial number, manufacturer and model number.

A1.6.2.3 Identification of all devices (elastic proving devices, etc.) used for the verification, including serial numbers and identification of standards to which traceability is made.

A1.6.2.4 Test temperature at the time of verification (see **A1.2.2**).

A1.6.2.5 The individual measurement values and calculated results used to determine whether the testing machine meets the requirements of the verification performed. It is recommended that the uncertainty in the calculated results used to determine whether the testing machine meets the requirements of the verification performed also be reported.

A1.6.2.6 Description of adjustments or maintenance done to the testing machine, when applicable.

A1.6.2.7 Date of verification and reference to the verifying agency or department.

A1.6.2.8 Signature of the person performing the verification.

A1.6.3 *Indirect Verification:*

A1.6.3.1 Reference to this ASTM test method.

A1.6.3.2 Identification of the hardness testing machine, including the serial number, manufacturer and model number.

A1.6.3.3 Identification of all devices (test blocks, indenters, etc.) used for the verification, including serial numbers and identification of standards to which traceability is made.

A1.6.3.4 Test temperature at the time of verification (see **A1.2.2**).

A1.6.3.5 The Rockwell hardness scale(s) verified.

A1.6.3.6 The individual measurement values and calculated results used to determine whether the testing machine meets the requirements of the verification performed. Measurements made to determine the as-found condition of the testing machine shall be included whenever they are made. It is recommended that the uncertainty in the calculated results used to determine whether the testing machine meets the requirements of the verification performed also be reported.

A1.6.3.7 Description of maintenance done to the testing machine, when applicable.

A1.6.3.8 Date of verification and reference to the verifying agency or department.



A1.6.3.9 Signature of the person performing the verification.

A1.6.4 Daily Verification:

A1.6.4.1 No verification report is required; however, it is recommended that records be kept of the daily verification

results, including the verification date, measurement results, certified value of the test block, test block identification, and the name of the person that performed the verification, etc. (see also **Note A1.4**). These records can be used to evaluate the performance of the hardness machine over time.

A2. ROCKWELL HARDNESS STANDARDIZING MACHINES

A2.1 Scope

A2.1.1 **Annex A2** specifies the requirements for the capabilities, usage, periodic verification, and monitoring of a Rockwell hardness standardizing machine. The Rockwell hardness standardizing machine differs from a Rockwell hardness testing machine by having tighter tolerances on certain performance attributes such as force application and machine hysteresis. A Rockwell standardizing machine is used for the standardization of Rockwell hardness indenters as described in **Annex A3**, and for the standardization of Rockwell test blocks as described in **Annex A4**.

A2.1.2 Adherence to this standard and annex provide traceability to national standards, except as stated otherwise.

A2.2 Accreditation

A2.2.1 The agency conducting direct and/or indirect verifications of Rockwell hardness standardizing machines shall be accredited to the requirements of ISO 17025 (or an equivalent) by an accrediting body recognized by the International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC) as operating to the requirements of ISO/IEC 17011. An agency accredited to perform verifications of Rockwell hardness standardizing machines may perform the verifications of its own standardizing machines. The standardizing laboratory shall have a certificate/scope of accreditation stating the types of verifications (direct and/or indirect) and the Rockwell scales that are covered by the accreditation.

NOTE A2.1—Accreditation is a new requirement starting with this edition of the standard.

A2.3 Apparatus

A2.3.1 The standardizing machine shall satisfy the requirements of **Section 5** for a Rockwell hardness testing machine with the following additional requirements.

A2.3.1.1 The standardizing machine shall be designed so that: (1) each test force can be selected by the operator, and (2) adjustments to test forces cannot be made by the operator.

A2.3.1.2 The system for displaying the hardness measurement value shall be digital with a resolution of 0.1 Rockwell units or better.

A2.3.1.3 Deviation in parallelism between the indenter mounting surface and the anvil mounting surface shall not be greater than 0.002 mm/mm (0.002 in./in.). This characteristic of the standardizing machine is not likely to vary with time. As such, the accuracy of this dimension shall only be certified by

the machine manufacturer and need not be periodically verified by direct verification unless the components have been changed.

A2.3.1.4 **Indenters**—Class A ball indenters and Class A or Reference diamond indenters as described in **Annex A3** (see **Note 3**) shall be used.

A2.3.1.5 **Testing Cycle**—The standardizing machine shall be capable of meeting each part of the testing cycle within the tolerances specified in **Table A2.1**. The manufacturer of the standardizing machine shall verify each of the five components of the testing cycle at the time of manufacture, or when the testing machine is returned to the manufacturer for repair.

A2.3.1.6 It is important that the final portion of the additional force application be controlled. Two recommended procedures for properly applying the additional force are as follows: (1) the average indenter velocity v_F (see **Fig. 2**) during the final 40 % of additional force application should be between 0.020 mm/s and 0.040 mm/s, or (2) the amount of force applied during the final 10 % of the additional force application time should be less than 5 % of the additional force.

A2.3.1.7 During the period between verifications, no adjustments may be made to the force application system, the force measurement system, the indenter depth measurement system, or the test cycle that is used for each Rockwell scale.

A2.4 Laboratory Environment

A2.4.1 The standardizing machine shall be located in a temperature and relative-humidity controlled room with tolerances for these conditions given in **Table A2.2**. The accuracy of the temperature and relative-humidity measuring instruments shall be as given in **Table A2.2**. The display of the temperature measuring device shall have a resolution of at least 1°C.

A2.4.2 The temperature and relative-humidity of the standardizing laboratory shall be monitored beginning at least one hour prior to standardization and throughout the standardizing procedure.

TABLE A2.1 Testing Cycle Requirements

Test Cycle Parameter	Tolerance
Indenter contact velocity, v_A	≤ 1.0 mm/s
Dwell time for preliminary force, t_{pF} (when the time to apply the preliminary force $t_{pH} \geq 1$ s, then calculate this parameter as $\frac{t_{pH}}{2} + t_{pF}$)	3.0 ± 1.0 s
Additional force application, t_{rA} (see A2.3.1.6)	1.0 to 8.0 s
Dwell time for total force, t_{rF}	5.0 ± 1.0 s
Dwell time for elastic recovery, t_R	4.0 ± 1.0 s

TABLE A2.2 Standardization Laboratory Environmental Requirements

Environmental Parameter	Tolerance	Accuracy of Measuring Instrument
Temperature	23.0 ± 3.0°C (73.4 ± 5.4°F)	±1.0°C (1.8°F)
Relative humidity	≤70 %	±10 %

A2.4.3 The standardizing machine, indenter(s), and test blocks to be standardized must be in an environment meeting the tolerances of **Table A2.2** for at least one hour prior to standardization.

A2.4.4 During the standardization process, the standardizing machine shall be isolated from any vibration that may affect the measurements.

A2.4.5 The power supply to the standardizing machine shall be isolated from any electrical surges that could affect its performance.

A2.5 Verifications

A2.5.1 The standardizing machine shall undergo direct and indirect verifications at periodic intervals and when circumstances occur that may affect the performance of the standardizing machine, according to the schedule given in **Table A2.3**.

NOTE A2.2—Periodic direct verification (every 12 months) is a new requirement starting with this edition of the standard. In previous editions of this standard, direct verification was required only when a standardizing machine was new, moved, or when adjustments, modifications or repairs were made that could affect the application of the test forces, the depth measuring system, or the machine hysteresis.

A2.5.2 A standardizing machine used for the standardization of test blocks shall undergo monitoring verifications each day that standardizations are made, according to the schedule given in **Table A2.3**.

A2.5.3 All instruments used to make measurements required by this Annex shall be calibrated traceable to national standards where a system of traceability exists, except as noted otherwise.

A2.5.4 The standardizing machine shall be directly and indirectly verified at the location where it will be used.

TABLE A2.3 Verification Schedule for a Rockwell Hardness Standardizing Machine

Verification Procedure	Schedule
Direct verification	Shall be every 12 months. When a standardizing machine is new, moved, or when adjustments, modifications or repairs are made that could affect the application of the test forces, the depth measuring system, or the machine hysteresis.
Indirect verification	Shall be within 12 months prior to standardization testing. Following a direct verification (limited number of scales).
Monitoring verification	Shall be before and after each lot is standardized, and at the end of each day and the start of the following day when a single lot is standardized over multiple days.

A2.6 Periodic Verification Procedures

A2.6.1 *Perform Cleaning and Maintenance*—If required, cleaning and routine maintenance of the standardizing machine shall be made before conducting direct or indirect verifications in accordance with the manufacturer's specifications and instructions.

A2.6.2 *Direct Verification*—Perform a direct verification of the standardizing machine in accordance with the schedule given in **Table A2.3**. The test forces, depth measuring system, and machine hysteresis shall be verified.

A2.6.2.1 *Verification of the Test Forces*—For each Rockwell scale that will be used, the associated forces (preliminary test force, total test force, and test force during elastic recovery) shall be measured. The test forces shall be measured by means of a Class AA elastic force measuring instrument having an accuracy of at least 0.05 %, as described in ASTM E74.

A2.6.2.2 Make three measurements of each force. The forces shall be measured as they are applied during testing.

A2.6.2.3 Each preliminary test force F_0 and each total test force F shall be accurate to within 0.25 % in accordance with **Table A2.4**.

A2.6.2.4 *Verification of the Depth Measuring System*—The depth measuring system shall be verified by means of an instrument having an accuracy of at least 0.0001 mm.

A2.6.2.5 Verify the standardizing machine's measurement of depth at not less than four evenly spaced increments of approximately 0.05 mm at the range of the normal working depth of the standardizing machine. The normal working depth range shall correspond to the lowest and highest hardness values for the Rockwell scales that will be standardized or that will be used for indenter calibrations.

A2.6.2.6 For testing machines with long stroke actuators and fixed anvils, the depth measurement verification shall be repeated at positions corresponding to each thickness of test block that will be standardized or that will be used for indenter calibrations.

A2.6.2.7 The indentation depth measuring device shall have an accuracy of at least 0.0002 mm over the normal working depth range which corresponds to 0.1 regular Rockwell hardness units and 0.2 Rockwell Superficial hardness units.

A2.6.2.8 *Verification of Machine Hysteresis*—Most Rockwell hardness machines will undergo flexure in the machine frame and some machine components each time a test is made. If the flexure is not entirely elastic during the application and removal of the additional force F_1 , the testing machine may exhibit hysteresis in the indenter depth measuring system, resulting in an offset or bias in the test result. The goal of the

TABLE A2.4 Tolerances on Applied Force for the Standardizing Machine

Force, kgf (N)		Tolerance, kgf (N)	
10	(98.07)	0.025	(0.245)
60	(588.4)	0.150	(1.471)
100	(980.7)	0.250	(2.452)
150	(1471)	0.375	(3.678)
3	(29.42)	0.008	(0.074)
15	(147.1)	0.038	(0.368)
30	(294.2)	0.075	(0.736)
45	(441.3)	0.113	(1.103)

E18 – 15

hysteresis verification is to perform a purely elastic test that results in no permanent indentation. In this way, the level of hysteresis in the flexure of the testing machine can be determined.

A2.6.2.9 Perform repeated Rockwell tests using a blunt indenter (or the indenter holder surface) acting directly onto the anvil or a very hard test piece. The tests shall be conducted on a Rockwell scale having the highest test force that is used for normal standardizations.

A2.6.2.10 Repeat the hysteresis tests for a maximum of ten measurements and average the last three tests. The average measurement shall indicate a hardness number within 130 ± 0.3 Rockwell units when Rockwell ball scales B, E, F, G, H and K are used, or within 100 ± 0.3 Rockwell units when any other Rockwell scale is used.

A2.6.2.11 *Direct Verification Failure*—If any of the direct verifications fail the specified requirements, the standardizing machine shall not be used until it is adjusted or repaired. Any parameter that may have been affected by an adjustment or repair shall be verified again by direct verification.

A2.6.3 *Indirect Verification*—Indirect verification involves verifying the performance of the standardizing machine by means of standardized test blocks and indenters. Prior to performing standardizations for any Rockwell scale, an indirect verification of the standardizing machine for that scale shall be made within the time period given in Table A2.3. A selected number of Rockwell scales shall be indirectly verified at the time of the direct verification as described below. The indirect verification of all other Rockwell scales may be made at any time as long as it occurs within the time period given in Table A2.3 prior to standardization.

A2.6.3.1 Immediately following the direct verification, indirect verifications of a selected number of scales shall be performed to determine the performance of the standardizing machine at each force level that the standardizing machine is capable of applying. An example of an indirect verification for a standardizing machine capable of applying all force levels is given in Table A2.5. It is recommended that Rockwell scales be chosen that will also verify each indenter that will be used. When national primary standardized test blocks (see Note A2.3) are available, they should be used for the periodic indirect verification.

NOTE A2.3—Primary standardized test blocks are certified at the national standardizing laboratory level. In the United States, the national Rockwell hardness standardizing laboratory is the National Institute of Standards and Technology (NIST), Gaithersburg, MD 20899.

TABLE A2.5 Suggested Rockwell Scales for the Indirect Verification of Machines Capable of Performing Both Regular and Superficial Scale Tests and that Will Use Only Diamond and 1/16 in. (1.588 mm) Diameter Carbide Ball Indenters

Preliminary Force kgf (N)	Total Force kgf (N)	Indenter Type	Rockwell Scale
10 (98.07)	60 (588.4)	diamond	HRA
10 (98.07)	100 (980.7)	1/16 in. ball	HRB
10 (98.07)	150 (1471)	diamond	HRC
3 (29.42)	15 (147.1)	diamond	HR15N
3 (29.42)	30 (294.2)	1/16 in. ball	HR30T
3 (29.42)	45 (441.3)	diamond	HR45N

A2.6.3.2 Standardized test blocks shall be used in the appropriate hardness ranges for each scale to be verified. These ranges are given in Table A2.6. The standardizing testing machine shall not be adjusted during the indirect verification procedures.

TABLE A2.6 Maximum Allowable Repeatability and Error of Standardizing Machines

	Range of Standardized Test Blocks	Maximum Repeatability, <i>R</i> (HR units)	Maximum Error, <i>E</i> (HR units)
HRA	20 to 65	1.0	± 0.5
	70 to 78	0.7	± 0.5
	80 to 84	0.5	± 0.3
HRBW	40 to 59	1.0	± 0.7
	60 to 79	0.7	± 0.5
	80 to 100	0.7	± 0.5
HRC	20 to 30	1.0	± 0.5
	35 to 55	0.7	± 0.5
	60 to 65	0.5	± 0.3
HRD	40 to 48	1.0	± 0.5
	51 to 67	0.7	± 0.5
	71 to 75	0.5	± 0.3
HREW	70 to 79	0.7	± 0.5
	84 to 90	0.7	± 0.5
	93 to 100	0.5	± 0.5
HRFW	60 to 75	0.7	± 0.5
	80 to 90	0.7	± 0.5
	94 to 100	0.5	± 0.5
HRGW	30 to 50	1.0	± 0.5
	55 to 75	1.0	± 0.5
	80 to 94	1.0	± 0.5
HRHW	80 to 94	1.0	± 0.5
	96 to 100	1.0	± 0.5
	HRKW	40 to 60	0.7
65 to 80		0.5	± 0.5
85 to 100		0.5	± 0.5
HRLW ^A		1.0	± 0.5
HRMW ^A		1.0	± 0.5
HRPW ^A		1.0	± 0.5
HRRW ^A		1.0	± 0.5
HRSW ^A		1.0	± 0.5
HRVW ^A		1.0	± 0.5
HR15N	70 to 77	1.0	± 0.5
	78 to 88	0.7	± 0.5
	90 to 92	0.5	± 0.4
HR30N	42 to 50	1.0	± 0.5
	55 to 73	0.7	± 0.5
	77 to 82	0.5	± 0.4
HR45N	20 to 31	1.0	± 0.5
	37 to 61	0.7	± 0.5
	66 to 72	0.5	± 0.4
HR15TW	74 to 80	1.0	± 0.7
	81 to 86	0.7	± 0.5
	87 to 93	0.7	± 0.5
HR30TW	43 to 56	1.0	± 0.7
	57 to 69	0.7	± 0.5
	70 to 83	0.7	± 0.5
HR45TW	13 to 32	1.0	± 0.7
	33 to 52	0.7	± 0.5
	53 to 73	0.7	± 0.5
HR15WW ^A		1.0	± 0.5
HR30WW ^A		1.0	± 0.5
HR45WW ^A		1.0	± 0.5
HR15XW ^A		1.0	± 0.5
HR30XW ^A		1.0	± 0.5
HR45XW ^A		1.0	± 0.5
HR15YW ^A		1.0	± 0.5
HR30YW ^A		1.0	± 0.5
HR45YW ^A		1.0	± 0.5

^A Appropriate ranges of standardized test blocks for the L, M, P, R, S, V, W, X, and Y scales shall be determined by dividing the usable range of the scale into two ranges, high and low. Standardized test blocks for the R and S scales may be available at only one hardness level.

A2.6.3.3 The indenter(s) to be used for the indirect verification shall be the same indenter(s) that will be used for future standardizations. If more than one indenter will be used for the same hardness scale, an additional verification shall be made for each indenter.

A2.6.3.4 The test cycle to be used for the indirect verification should be the same as the test cycle used by the standardizing laboratory when calibrating the standardized test blocks.

A2.6.3.5 Prior to testing the standardized test blocks, ensure that the testing machine is working freely, and that the indenter and anvil are seated adequately. Make at least two hardness measurements on a uniform test piece for the scale to be verified. The results of these measurements need not be recorded.

A2.6.3.6 On each standardized block, make at least five hardness measurements distributed uniformly over the surface of the block.

A2.6.3.7 *Error*—Using Eq 2, determine the error E in the performance of the standardizing machine for each standardized test block that is measured. The error E shall be within the tolerances of Table A2.6.

A2.6.3.8 *Repeatability*—Using Eq 3, determine the repeatability R in the performance of the standardizing machine for each standardized test block that is measured. The repeatability R shall be within the tolerances of Table A2.6. If the calculated repeatability is outside the tolerances of Table A2.6, it may be due to the non-uniformity of the test block. The repeatability R may be determined again by making an additional five measurements on each standardized block in close proximity to each other adhering to indentation spacing restrictions (see Fig. 3). A pattern such as illustrated in Fig. A2.1 is recommended. The close proximity of the measurements will reduce the effect of test block non-uniformity.

A2.6.3.9 If any of the error E or repeatability R measurements fall outside of the specified tolerances, the standardizing machine shall not be considered to have passed the indirect verification. A number of corrective actions may be attempted to bring the standardizing machine within tolerances. These actions include cleaning and maintenance or replacing the anvil. No adjustments to the force application system, force

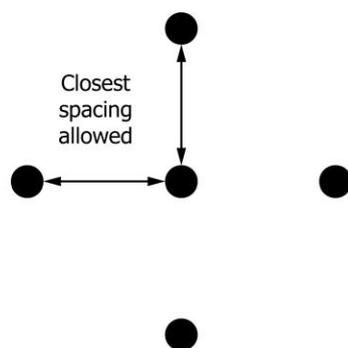


FIG. A2.1 Suggested Pattern for Repeatability Measurements

measurement system, or depth measuring system may be made. The indirect verification procedures may be repeated after making the allowed corrective actions. If the standardizing machine continues to fail the repeatability or error tests following corrective actions, the standardizing machine must undergo adjustment and/or repair followed by a direct verification.

A2.6.3.10 It is recommended that immediately following the successful completion of an indirect verification, user test blocks are calibrated for use as monitoring blocks as outlined in A2.7.

A2.7 Monitoring Verification

A2.7.1 This section describes the monitoring procedures for a standardizing hardness machine used for the standardization of test blocks, and the calibration and use of monitoring test blocks.

A2.7.2 The standardizing laboratory shall monitor the performance of a standardizing machine used for the standardization of test blocks between periodic direct and indirect verifications by performing monitoring verifications each day that standardizations are made, according to the schedule given in Table A2.3. Monitoring verifications are indirect verifications performed with monitoring test blocks that bracket the standardization hardness level.

A2.7.3 The standardizing laboratory should track the performance of the standardizing machine using control-charting techniques or other comparable methods. The control charts are intended to indicate whether there is a loss of measurement control in the performance of the standardizing machine

A2.7.4 *Monitoring Test Blocks*—Test blocks that meet the physical requirements (see Table A4.1) and the uniformity requirements (see Table A4.2) of Annex A4 shall be used. The monitoring test blocks shall be at each of the appropriate hardness ranges of each hardness scale that will be used. These ranges are given in Table A2.6. It is to the advantage of the laboratory to use test blocks that exhibit high uniformity in hardness across the test surface. The laboratory may, in all cases, perform the monitoring tests using primary standardized test blocks.

A2.7.5 *Procedure for Calibrating Monitoring Test Blocks*—Monitoring test blocks for a specific Rockwell scale shall be calibrated by the standardizing laboratory following an indirect verification of the scales for which monitoring blocks will be calibrated. An adequate number of monitoring blocks should be calibrated for each hardness scale and hardness level. The number of blocks required is dependent on each laboratory's needs and experience.

A2.7.5.1 Prior to calibrating the monitoring test blocks, ensure that the testing machine is working freely, and that the indenter and anvil are seated adequately. Each time the hardness scale is changed, make at least two hardness measurements on a uniform test piece for the scale to be verified. The results of these measurements need not be recorded.

A2.7.5.2 Make at least five measurements distributed uniformly over the surface of one of the monitoring test blocks. Repeat this procedure, as required, for the quantity of blocks needed at the appropriate ranges of each Rockwell scale.

A2.7.5.3 For each of the monitoring test blocks, let \bar{H}_M be the average of the calibration values as measured by the standardizing machine. The value of \bar{H}_M may be corrected for the error E that was determined for that Rockwell scale and hardness level as a result of the indirect verification.

A2.7.6 For each monitoring block, the following information shall be recorded and retained for at least the time period during which the monitoring block calibration is valid.

A2.7.6.1 Serial number.

A2.7.6.2 Calibrated hardness value, \bar{H}_M .

A2.7.6.3 Date of calibration.

A2.7.7 *Monitoring Methods*—It is recommended that control charts or other comparable methods be used to monitor the performance of the standardizing machine between verifications. Control charts provide a method for detecting lack of statistical control. There are many publications available that discuss the design and use of control charts, such as the ASTM “Manual on Presentation of Data and Control Chart Analysis: 6th Edition,” prepared by Committee E11 on Quality and Statistics. The standardizing laboratory should develop and use control charts that best apply to their specific needs.

A2.7.8 *Monitoring Procedures*—The following monitoring procedures shall be performed before and after each lot of test blocks is standardized. When standardizations of a single lot of test blocks spans multiple days, the monitoring procedures shall be performed at the end of the work day and at the start of the following day during the period that the lot is standardized. In addition, the monitoring procedures shall be performed whenever the indenter, anvil, or test force is changed.

A2.7.8.1 At least two monitoring test blocks shall be used in the appropriate hardness ranges that bracket the hardness level to be standardized. These ranges are given in Table A2.6. For some Rockwell scales (for example, HRR and HRS) there may be only one monitoring test block that can be used.

A2.7.8.2 Prior to testing the monitoring test blocks, ensure that the testing machine is working freely, and that the indenter and anvil are seated adequately. Make at least two hardness measurements on a uniform test piece for the scale to be verified. The results of these measurements need not be recorded. Repeat this procedure each time the hardness scale is changed.

A2.7.8.3 On each monitoring test block, make at least four measurements distributed uniformly over the surface of the block.

A2.7.8.4 *Error*—Determine the error E (Eq 2) in the performance of the standardizing machine for each monitoring test block that is measured. The error E shall be within the tolerances of Table A2.6.

A2.7.8.5 *Repeatability*—Determine the repeatability R in the performance of the standardizing machine (Eq 3) for each standardized test block that is measured. The repeatability R shall be within the tolerances of Table A2.6.

A2.7.8.6 If any of the error E measurements or the repeatability R measurements fall outside of the specified tolerances, the standardizing machine shall not be considered to have passed the monitoring verification, and shall not be used for standardizations. A number of corrective actions may be attempted to bring the standardizing machine within tolerances. These actions include cleaning and maintenance or replacing the anvil. No adjustments to the force application system, force measurement system, or depth measuring system may be made. The monitoring verification procedures may be repeated after making the allowed corrective actions. If the standardizing machine continues to fail the error tests following corrective actions, the standardizing machine must undergo adjustment and/or repair followed by a direct verification.

A2.7.8.7 Whenever a standardizing machine fails a monitoring verification, the standardizations made since the last valid monitoring verification may be suspect.

A2.7.8.8 Examine the measurement data using control charts or other monitoring systems that are being used (see Note A2.4). If the monitoring verification data indicates that the standardizing machine is within control parameters, standardizations are considered to be valid.

NOTE A2.4—Control chart data should be interpreted by the laboratory based on past experience. The need for corrective action does not depend solely on data falling outside the control limits, but also on the prior data leading to this occurrence. As a general rule, however, once the standardizing machine is determined to be in control, a single occurrence of data falling outside the control limits should alert the laboratory to a possible problem. The level of action that is required depends on the history of the machine performance. It may be precautionary such as increasing the monitoring frequency, or corrective such as performing new direct and indirect verifications.

A2.8 Verification Report

A2.8.1 *Direct Verification:*

A2.8.1.1 Reference to this ASTM test method.

A2.8.1.2 Identification of the hardness standardizing machine, including the serial number, manufacturer and model number.

A2.8.1.3 Identification of all devices (elastic proving devices, etc.) used for the verification, including serial numbers and identification of standards to which traceability is made.

A2.8.1.4 Test temperature at the time of verification reported to a resolution of at least 1°C.

A2.8.1.5 The individual measurement values and calculated results used to determine whether the standardizing machine meets the requirements of the verification performed. It is recommended that the uncertainty in the calculated results used to determine whether the standardizing machine meets the requirements of the verification performed also be reported.

A2.8.1.6 Description of adjustments or maintenance done to the standardizing machine, when applicable.

A2.8.1.7 Date of verification and reference to the verifying agency or department.

A2.8.1.8 Signature of the person performing the verification.

A2.8.1.9 Accreditation certification number.

A2.8.2 *Indirect Verification:*

A2.8.2.1 Reference to this ASTM test method.



A2.8.2.2 Identification of the standardizing machine, including the serial number, manufacturer and model number.

A2.8.2.3 Identification of all devices (test blocks, indenters, etc.) used for the verification, including serial numbers and identification of standards to which traceability is made.

A2.8.2.4 Test temperature at the time of verification reported to a resolution of at least 1°C.

A2.8.2.5 The Rockwell hardness scale(s) verified.

A2.8.2.6 The individual measurement values and calculated results used to determine whether the standardizing machine meets the requirements of the verification performed. Measurements made to determine the as-found condition of the standardizing machine shall be included whenever they are made. It is recommended that the uncertainty in the calculated

results used to determine whether the standardizing machine meets the requirements of the verification performed also be reported.

A2.8.2.7 Description of maintenance done to the standardizing machine, when applicable.

A2.8.2.8 Date of verification and reference to the verifying agency or department.

A2.8.2.9 Signature of the person performing the verification.

A2.8.2.10 Accreditation certification number.

A2.8.3 *Monitoring Verification:*

A2.8.3.1 No verification report is required; however, it is required that records be kept of the monitoring verification results, see A2.7.8.8.

A3. STANDARDIZATION OF ROCKWELL INDENTERS

A3.1 Scope

A3.1.1 Annex A3 specifies the requirements and procedures to manufacture and standardize the Rockwell diamond spheroconical indenter and Rockwell ball indenters for use with all Rockwell scales.

NOTE A3.1—Previous versions of this standard specified that diamond indenters used for calibrations meet the following geometrical requirements:

- included angle of $120 \pm 0.1^\circ$;
- mean radius of 0.200 ± 0.005 mm; and
- radius in each measured section of 0.200 ± 0.007 mm.

It is believed that diamond indenters meeting these tolerances are not reliably available on the world market at this time. Consequently, for this revision, the tolerances for the geometric features of the Class A and Reference diamond indenters have been temporarily widened to the levels of Class B indenters until such time as indenters having tighter tolerances become reliably available.

A3.1.2 The Annex covers two levels of ball indenters, designated by this standard as Class B, and Class A. Class B indenters are intended for every day use with Rockwell hardness testing machines and for the indirect verification of Rockwell hardness testing machines in accordance with Annex A1. Class A indenters are intended for the indirect verification of Rockwell standardizing machines in accordance with Annex A2, and for the standardization of test blocks in accordance with Annex A4.

A3.1.3 The Annex covers three levels of diamond indenters, designated by this standard as Class B, Class A and Reference indenters. Class B indenters are intended for every day use with Rockwell hardness testing machines. Class A indenters are intended for the standardization of Class B indenters in accordance with this Annex, and for the standardization of test blocks in accordance with Annex A4. Reference indenters are intended for the standardization of Class A indenters.

A3.1.4 This Annex also provides the schedule for verifying indenters.

A3.1.5 Adherence to this standard and annex provides traceability to national standards, except as stated otherwise.

A3.2 Accreditation

A3.2.1 The agency conducting the standardizations of indenters shall be accredited to the requirements of ISO 17025 (or an equivalent) by an accrediting body recognized by the International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC) as operating to the requirements of ISO/IEC 17011. The standardizing laboratory shall have a certificate of accreditation stating the class and types of indenters that are covered by the accreditation. Only indenters of the class and types within the laboratory's scope of accreditation are considered to meet this standard, except as stated below.

NOTE A3.2—Accreditation is a new requirement starting with this edition of the standard.

A3.3 General Requirements

A3.3.1 The standard Rockwell hardness indenters are the *diamond spheroconical indenter*, and *tungsten carbide (WC) ball indenters* with diameters of $\frac{1}{16}$ in. (1.588 mm), $\frac{1}{8}$ in. (3.175 mm), $\frac{1}{4}$ in. (6.350 mm), and $\frac{1}{2}$ in. (12.70 mm) to be used for the Rockwell hardness scales as given in Table A3.1. Steel ball indenters may be used in special circumstances (see 5.1.2.1).

A3.3.2 The standardizing laboratory environment, the standardizing machine, and the standardizing test cycle shall satisfy the requirements of Annex A2.

A3.3.3 All instruments used to make measurements required by this Annex shall be calibrated traceable to national standards where a system of traceability exists, except as noted otherwise.

A3.3.4 All classes of diamond indenters and ball indenters shall be verified for correct geometry and performance in accordance with the schedule specified in Table A3.2.

A3.4 Ball Indenters

A3.4.1 Ball indenters frequently consist of a holder, a cap and a ball. The standardization process defined in this section

TABLE A3.1 Indenter Types for Specific Rockwell Scales

Scale Symbol	Indenter Type
HRA	Diamond Sphericoconical
HRBW	WC Ball - 1/16 in. (1.588 mm)
HRC	Diamond Sphericoconical
HRD	Diamond Sphericoconical
HREW	WC Ball - 1/8 in. (3.175 mm)
HRFW	WC Ball - 1/16 in. (1.588 mm)
HRGW	WC Ball - 1/16 in. (1.588 mm)
HRHW	WC Ball - 1/8 in. (3.175 mm)
HRKW	WC Ball - 1/8 in. (3.175 mm)
HRLW	WC Ball - 1/4 in. (6.350 mm)
HRMW	WC Ball - 1/4 in. (6.350 mm)
HRPW	WC Ball - 1/4 in. (6.350 mm)
HRRW	WC Ball - 1/2 in. (12.70 mm)
HRSW	WC Ball - 1/2 in. (12.70 mm)
HRVW	WC Ball - 1/2 in. (12.70 mm)
HR15N	Diamond Sphericoconical
HR30N	Diamond Sphericoconical
HR45N	Diamond Sphericoconical
HR15TW	WC Ball - 1/16 in. (1.588 mm)
HR30TW	WC Ball - 1/16 in. (1.588 mm)
HR45TW	WC Ball - 1/16 in. (1.588 mm)
HR15WW	WC Ball - 1/8 in. (3.175 mm)
HR30WW	WC Ball - 1/8 in. (3.175 mm)
HR45WW	WC Ball - 1/8 in. (3.175 mm)
HR15XW	WC Ball - 1/4 in. (6.350 mm)
HR30XW	WC Ball - 1/4 in. (6.350 mm)
HR45XW	WC Ball - 1/4 in. (6.350 mm)
HR15YW	WC Ball - 1/2 in. (12.70 mm)
HR30YW	WC Ball - 1/2 in. (12.70 mm)
HR45YW	WC Ball - 1/2 in. (12.70 mm)

TABLE A3.2 Indenter Verification Schedule

Indenter Type	Geometrical Features	Performance
Class B diamond	When an indenter is new.	When an indenter is new, and when suspected damage has occurred.
Class A diamond	When an indenter is new.	Shall be within 12 months prior to standardization testing and when suspected damage has occurred.
Reference diamond	When an indenter is new.	When an indenter is new, and when suspected damage has occurred.
Class A and Class B ball	Balls shall be verified for dimensions when new. Ball holders shall be verified for ball protrusion when new.	Ball holders shall be verified when new, and when suspected damage has occurred. (This requirement does not apply when simply replacing a ball.)

involves the assembled unit. The ball may be changed without affecting the assembly's verification provided the ball conforms to all the requirements in this section.

A3.4.2 One-piece fixed-ball indenters are allowed provided the indenter meets the same requirements as removable ball indenters. The manufacturer shall ensure that the method used to affix the ball to the holder does not affect the dimensions or properties of the ball.

A3.4.3 *Indenter Balls*—The balls shall meet the following requirements:

A3.4.3.1 The mean surface roughness of the ball shall not exceed 0.00005 mm (2 μin.).

A3.4.3.2 The diameter of Class B balls, when measured at not less than three positions, shall not differ from the nominal diameter by more than 0.0025 mm (0.0001 in.).

A3.4.3.3 The diameter of Class A balls, when measured at not less than three positions, shall not differ from the nominal diameter by more than 0.0010 mm (0.00004 in.).

NOTE A3.3—Balls that conform to ABMA Grade 24 satisfy the requirements for size and finish for Class A and Class B as specified in ABMA Standard 10-1989.

A3.4.3.4 The hardness of a tungsten carbide ball shall not be less than 1500 HV1 in accordance with Test Method E92 or E384.

A3.4.3.5 The material of tungsten carbide balls shall have a density of $14.8 \pm 0.2 \text{ g/cm}^3$, and the following chemical composition:

Total other carbides	2.0 % maximum
Cobalt (Co)	5.0 to 7.0 %
Tungsten carbide (WC)	balance

A3.4.3.6 The surface hardness of a steel ball shall not be less than 746 HV1 in accordance with Test Method E92 or E384.

A3.4.3.7 For the purpose of verifying the requirements of the ball given in A3.4.3, it is considered sufficient to test a sample set of balls selected at random from a batch in accordance with the schedule specified in Table A3.2. The balls verified for hardness shall be discarded.

A3.4.3.8 To meet the above requirements for indenter balls, the indenter standardizing laboratory may either verify that the balls meet the requirements, or obtain a certificate of verification from the ball manufacturer.

A3.4.4 *Ball Holder*—The ball holder shall meet the following requirements:

A3.4.4.1 The material used to manufacture the portion of the ball holder that supports the test force should have a minimum hardness of 25 HRC.

A3.4.4.2 The ball shall protrude outside the holder a minimum of 0.3 mm. This requirement may be verified by direct measurement or by performing the appropriate Rockwell scale test on a standardized test block that has an equivalent hardness of 10 HRBW or softer. The protrusion is sufficient if the hardness result is within ± 1.5 of the certified value of the block.

A3.4.5 *Performance Verification of Ball Indenter Holders*—The influence of the ball indenter on the hardness value is not due solely to the previously specified features of the ball, but also on characteristics of the ball holder that may vary due to manufacturing procedures. To examine these influences, the performance of each new Class B and Class A ball holder shall be verified in accordance with the schedule specified in Table A3.2.

A3.4.5.1 The performance verification is accomplished by making hardness measurements on test blocks meeting the manufacturing requirements of A4.3 and having been standardized using a standardizing machine which successfully passed direct verification in accordance with A2.6.2. At least one test block shall be tested for the Rockwell hardness scale and hardness range given in Table A3.3, corresponding to the ball size being verified. Some specially designed 1/16 in. (1.588 mm) Class B indenters may not be able to perform tests using the Rockwell scales required for verification of normal indenters in

TABLE A3.3 Test Blocks to be Used for Class A and Class B Ball Indenter Performance Verifications and the Maximum Tolerance on the Performance with Respect to Standardized Reference Blocks

Ball Size in. (mm)	Ranges of Required Test Blocks	Class A Tolerance	Class B Tolerance
1/16 (1.588)	20 to 100 HRBW	± 0.4 HRBW	± 0.8 HRBW
1/8 (3.175)	68 to 92 HREW	± 0.4 HREW	± 0.8 HREW
1/4 (6.350)	HRLW, HRMW, or HRPW (any level)	± 0.4 HR	± 0.8 HR
1/2 (12.70)	HRRW, HRSW, or HRVW (any level)	± 0.4 HR	± 0.8 HR

Table A3.3. For example, this applies to thin-tip 1/16 in. (1.588 mm) ball indenters that cannot support HRB scale test forces. These limited scale indenters may be used provided they are certified for the scale or scales they are designed to perform by using the test block or blocks for those scales as defined in **Table A3.4**. In all cases the test report shall define the scale or scales the indenter is certified to perform.

A3.4.5.2 Prior to the performance verification, ensure that the testing machine is working freely, and that the indenter to be verified and anvil are seated adequately. Make at least two hardness measurements on a uniform test piece. The results of these measurements need not be recorded.

A3.4.5.3 On the standardized test block, make at least three measurements distributed uniformly over the test surface. Determine the difference between the average of the three or more measurements and the calibrated value of the test block.

A3.4.5.4 For acceptability, the difference shall be within the tolerances specified in **Table A3.3** for the class of indenter being verified or **Table A3.4** for the singular or limited scale indenter being verified.

A3.4.6 Ball indenters frequently consist of a holder and a removable cap that allows periodic changing of the ball. Indenter caps can be damaged during use and therefore may have to be replaced. When the cap is replaced with a new cap, the ball indenter assembly shall be performance tested before use by performing a daily verification according to **A1.5.3.1**. The test block used should have a hardness equal to or softer than the softest material that is expected to be tested using the indenter. The verification may be performed by the indenter owner or a calibration agency. A testing machine that meets the requirements of **Annex A1** shall be used for this verification.

TABLE A3.4 Test Blocks to be used for Singular or Limited Scale Ball Indenter Performance Verifications and the Maximum Tolerance on the Performance with Respect to Standardized Reference Blocks

Ball Size in. (mm)	Ranges of Required Test Blocks	Tolerance
1/16 (1.588) HR15TW scale	67 to 90 HR15TW	± 0.8 HR15TW
1/16 (1.588) HR30TW scale	30 to 77 HR30TW	± 0.8 HR30TW

A3.5 Class B Diamond Indenters

A3.5.1 Class B diamond indenters are intended for every day use to perform Rockwell hardness measurements. They shall be verified for correct geometry and performance in accordance with the schedule specified in **Table A3.2**.

A3.5.2 Geometric Requirements of Class B Diamond Indenters:

A3.5.2.1 The polished portion of the diamond indenter shall be free from surface defects (cracks, chips, pits, etc.) when observed under a 20x magnification. The indenter shall be polished to such an extent that no unpolished part of its surface makes contact with the test piece when the indenter penetrates to a depth of 0.3 mm.

A3.5.2.2 Verification of the following geometric features shall be made at not less than four approximately equally spaced full cross-section profiles. For example, four profiles would be spaced at approximately 45° intervals.

A3.5.2.3 The diamond shall have an included angle of $120 \pm 0.35^\circ$ (see **Fig. A3.1**).

A3.5.2.4 The tip of the diamond shall be spherical with a mean radius of 0.200 ± 0.010 mm (see **Fig. A3.1**). In each measured section, the radius shall be within 0.200 ± 0.015 mm, and local deviations from a true radius shall not exceed 0.002 mm.

A3.5.2.5 The surfaces of the cone and spherical tip shall blend in a tangential manner.

A3.5.2.6 The instrument(s) used to verify the geometrical features shall be capable of measuring to the accuracies given in **Table A3.5**.

A3.5.2.7 The verification of the geometrical features of the diamond may be made by direct measurement or by measurement of its projection on a screen provided the accuracy requirements are met.

A3.5.2.8 When the projection on a screen method is used, the contour of the diamond projection is compared to lines on the screen that indicate the dimensional tolerance limits. In this case, measurement values for the geometrical features are not required. It is sufficient to state that the features are within tolerances.

A3.5.3 Performance Verification of Class B Diamond Indenters:

A3.5.3.1 The influence of the diamond indenter on the hardness value is not due solely to the previously specified features of the indenter, but also on other characteristics that vary due to manufacturing procedures. To examine these influences, the performance of each Class B indenter shall be

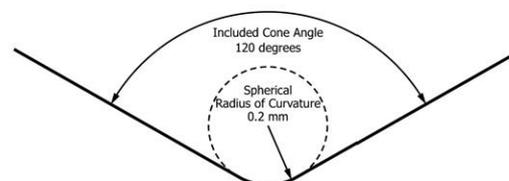


FIG. A3.1 Diagram of Cross-Sectional View of Spheroconical Diamond Indenter Tip

E18 – 15

TABLE A3.5 Minimum Measuring Instrument Accuracies for Verifying the Geometrical Features of Class B, Class A and Reference Diamond Indenters

Geometrical Feature	Minimum Accuracy
Angles	0,1°
Radius	0,001 mm
Straightness of the generatrix line of the cone (Class A and Reference indenters only)	0,001 mm

verified by comparison to the performance of a *qualifying* Class A or Reference indenter.

A3.5.3.2 Diamond indenters may be verified for use on limited Rockwell scales as follows: regular Rockwell scales only; superficial Rockwell scales only; or both regular and superficial Rockwell scales. Special diamond indenters intended for single or limited scale use and indenters, such as side cut diamond indenters, that because of their geometries cannot support the heavier loads of some Rockwell scales are also allowed. In all cases the test report shall define the scale or scales the indenter is certified to perform.

A3.5.3.3 The performance verification is accomplished by making hardness measurements on test blocks meeting the manufacturing requirements of A4.3.

A3.5.3.4 Prior to the performance verification, ensure that the testing machine is working freely, and that the indenter and anvil are seated adequately. Make at least two hardness measurements on a uniform test piece using a total force of 150 kgf, or the greatest test force that the indenter can support. The results of these measurements need not be recorded. This procedure shall be repeated each time the indenter is changed.

A3.5.3.5 Using the *qualifying* indenter, perform the daily verification procedures of A1.5.3 for the scales and hardness levels that will be used for the indenter performance verification. If any of the error E measurements or the repeatability R measurements fall outside of the specified tolerances, the standardizing machine shall not be considered to have passed the verification, and shall not be used for standardization until the problem is determined and corrections have been made. Once corrections have been made, the verification procedure shall be repeated. This verification procedure is required only at the start of the indenter performance verification.

A3.5.3.6 The following procedures for performance verification involve making *qualifying* hardness tests on test blocks with a Class A or Reference indenter, then performing *verification* tests on the same blocks with the Class B indenters to be verified.

A3.5.3.7 Using the *qualifying* indenter, perform one set of at least three *qualifying* tests on each test block from each range defined in Table A3.6 for the type of indenter to be verified. Special singular or limited scale indenters (see A3.5.3.2) shall be certified for use on singular or limited scales using the test blocks defined in Table A3.7. For example, if an HRA scale only diamond indenter is desired, the two HRA scale test blocks defined in the table would be used. If an indenter to be used in the 15N and 30N scales only is desired, then 4 test

TABLE A3.6 Test Blocks to be Used Class B Diamond Indenter Performance Verifications and the Maximum Tolerance on the Performance Relative to the Class A or Reference Indenter

Indenter Type	Ranges of Required Test Blocks	Class B Tolerance as Compared to Class A or Reference Indenter $\bar{H}_o - \bar{H}_v$
Regular Scales Diamond	22 to 28 HRC	± 0,8 HRC
	60 to 65 HRC	± 0,4 HRC
Superficial Scales Diamond	88 to 94 HR15N	± 0,5 HR15N
	60 to 69 HR30N	± 0,5 HR30N
	22 to 29 HR45N	± 0,8 HR45N
	22 to 28 HRC	± 0,8 HRC
Combination Regular and Superficial Scales Diamond	60 to 65 HRC	± 0,5 HRC
	88 to 94 HR15N	± 0,5 HR15N
	60 to 69 HR30N	± 0,5 HR15N

TABLE A3.7 Test Blocks to be Used for Singular or Limited Scale Diamond Indenter Performance Verifications and the Maximum Tolerance on the Performance Relative to the Class A or Reference Indenter

Indenter Type	Ranges of Required Test Blocks	Tolerance as Compared to Class A or Reference Indenter $\bar{H}_o - \bar{H}_v$
HRA Scale	61 to 65 HRA	± 0,8 HRA
	81 to 84 HRA	± 0,5 HRA
HRD Scale	41 to 46 HRD	± 0,8 HRD
	70 to 75 HRD	± 0,5 HRD
HR15N Scale	70 to 74 HR15N	± 0,8 HR15N
	88 to 94 HR15N	± 0,5 HR15N
HR30N Scale	43 to 49 HR30N	± 0,8 HR30N
	77 to 82 HR30N	± 0,5 HR30N

blocks would be used, 2 in the 15N scale and 2 in the 30N scale as defined in the table. Record each test result and the location of the indentation. Let \bar{H}_o be the average of the *qualifying* measurements.

A3.5.3.8 Using the Class B indenter to be verified, perform *verification* tests on the test blocks previously tested with the Class A or Reference indenter. One *verification* test shall be made within 6 mm of each *qualifying* indent. Let \bar{H}_v be the average of the *verifying* measurements.

A3.5.3.9 The number of *verifying* tests that can be made adjacent to each *qualifying* test is limited by the requirements to be within 6 mm of the *qualifying* indent while adhering to the indent to indent spacing requirements given in 7.9. To make additional *verifying* tests, perform additional *qualifying* tests with the Class A or Reference indenter, and repeat the above *verifying* procedure. This process may be repeated until there is no longer space on the test block.

A3.5.3.10 For acceptability, the difference between the *qualifying* and *verifying* averages, $\bar{H}_o - \bar{H}_v$, shall be within the tolerances for Class B indenters of Table A3.6 or Table A3.7 for the singular or limited scale indenter being verified.

A3.6 Class A Diamond Indenters

A3.6.1 Class A indenters are intended to be used for the standardization of Class B indenters in accordance with this Annex; the standardization of Rockwell hardness test blocks as described in Annex A4, and as a troubleshooting tool during the indirect verification of Rockwell hardness testing machines in accordance with Annex A1. They are verified for correct geometry and performance in accordance with the schedule specified in Table A3.2.

A3.6.1.1 The instrument(s) used to verify the geometrical features shall be capable of measuring to the accuracies given in Table A3.5.

A3.6.2 A Class A diamond indenter shall meet all of the manufacture and geometric requirements for a Class B diamond indenter given in A3.5.2 with the following additional requirements. See also Note A3.1.

A3.6.2.1 The deviation from straightness of the generatrix line of the diamond cone adjacent to the blend shall not exceed 0.002 mm over a minimum length of 0.40 mm.

A3.6.2.2 The angle between the axis of the indenter and the axis normal to the seating surface of the indenter shall not exceed 0.5°.

A3.6.3 Class A diamond indenters have tighter performance tolerances than Class B diamond indenters. The performance of each Class A indenter shall be verified by comparison to the performance of a Reference indenter.

A3.6.4 Perform the qualifying and verifying measurements as described in A3.5.3 for a Class B diamond indenter, except that the qualifying measurements shall be made using a Reference diamond indenter on each test block from each range defined in Table A3.8 for the type of indenter to be verified.

A3.6.4.1 For acceptability, the difference of the average of the three qualifying measurements and the average of the three verifying measurements, $\bar{H}_o - \bar{H}_v$, shall be within the tolerance specified for Class A diamond indenters in Table A3.8.

TABLE A3.8 Test Blocks to be Used for Class A Diamond Indenter Performance Verifications and the Maximum Tolerance on the Performance Relative to the Reference Indenter

Indenter Type	Ranges of Required Test Blocks	Class A Tolerance as Compared to Reference Indenter $\bar{H}_o - \bar{H}_v$
Regular Scales Diamond	80 to 83 HRA	± 0.3 HRA
	22 to 28 HRC	± 0.4 HRC
	42 to 50 HRC	± 0.4 HRC
	60 to 65 HRC	± 0.3 HRC
Superficial Scales Diamond	88 to 94 HR15N	± 0.3 HR15N
	60 to 69 HR30N	± 0.3 HR30N
	42 to 50 HR45N	± 0.4 HR45N
	22 to 29 HR45N	± 0.4 HR45N
Combination Regular and Superficial Scales Diamond	22 to 28 HRC	± 0.4 HRC
	60 to 65 HRC	± 0.3 HRC
	88 to 94 HR15N	± 0.3 HR15N
	60 to 69 HR30N	± 0.3 HR30N

A3.7 Reference Diamond Indenters

A3.7.1 Reference diamond indenters are intended for the standardization of Class A diamond indenters. The reference indenter shall have tighter performance tolerances than Class A and Class B indenters and shall be verified for performance by comparison to an indenter recognized as the national reference indenter(s) of a national Rockwell hardness standardizing laboratory (see Note A3.4).

NOTE A3.4—In the United States, the national Rockwell hardness standardizing laboratory is the National Institute of Standards and Technology (NIST).

A3.7.2 *Geometric Requirements of Reference Diamond Indenters:*

A3.7.2.1 Verification of the following geometric features of a Reference diamond spheroconical indenter shall be made at not less than eight approximately equally spaced full cross-section profiles. For example, eight profiles would be spaced at approximately 22.5 degree intervals.

A3.7.3 A Reference diamond indenter shall meet all of the manufacture and geometric requirements for a Class A diamond indenter given in A3.6.2. See also Note A3.1.

A3.7.4 *Performance Verification of Reference Diamond Indenters:*

A3.7.4.1 The performance comparison shall be performed by a national Rockwell hardness standardizing laboratory, and shall meet the performance tolerances of Table A3.9.

A3.7.4.2 Perform the qualifying and verifying measurements as described in A3.5.3 for a Class B indenter, except that at least four qualifying measurements shall be made using a national reference indenter (see A3.7.1) on each test block from each range defined in Table A3.9 for the type of indenter to be verified.

A3.7.4.3 For acceptability, the difference of the average of the five qualifying measurements and the average of the five verifying measurements, $\bar{H}_o - \bar{H}_v$, shall be within the tolerance specified for Reference indenters in Table A3.9 for each test block used in the verification.

TABLE A3.9 Test Blocks to be Used for Reference Indenter Performance Verifications and the Maximum Tolerance on the Performance Relative to a National Reference Indenter

Indenter Type	Ranges of Required Test Blocks	Reference Indenter Tolerance as Compared to a National Reference Indenter $\bar{H}_o - \bar{H}_v$
Regular Scales Diamond	22 to 28 HRC	± 0.3 HRC
	62 to 65 HRC	± 0.3 HRC
Superficial Scales Diamond	88 to 94 HR15N	± 0.3 HR15N
	40 to 48 HR45N	± 0.3 HR45N
Combination Regular and Superficial Scales Diamond	20 to 28 HRC	± 0.3 HRC
	62 to 65 HRC	± 0.3 HRC
	88 to 94 HR15N	± 0.3 HR15N
	40 to 48 HR45N	± 0.3 HR45N



A3.8 Marking

A3.8.1 All indenters shall be serialized. When it is not practical to mark the serial number on the indenter due to size limitations, the serial number shall be marked on the container.

A3.8.2 Diamond indenters should be marked to indicate the scales that they are certified to perform. For example, regular scale diamond indenters may be marked with a “C” and superficial scale diamond indenters may be marked with an “N”. Combination indenters may be marked with both a “C” and an “N”.

A3.8.3 Single or limited scale indenters shall be marked to indicate the scale(s) they are certified to perform. When it is not practical to mark the scale on the indenter due to size limitations, the scale shall be marked on the container.

A3.9 Certificate

A3.9.1 *Ball Indenters*—Each Class B and Class A ball indenter holder shall have a calibration certificate with the following information:

A3.9.1.1 Reference to this ASTM test method.

A3.9.1.2 Serial number of the indenter.

A3.9.1.3 Date of standardization.

A3.9.1.4 A statement declaring that the indenter meets all of the material hardness, ball protrusion and performance requirements for the particular Class of Rockwell ball indenter.

A3.9.1.5 Accreditation agency certification number.

A3.9.1.6 The scale(s) that the indenter is certified to perform when certified for singular or limited scales.

A3.9.2 Indenter balls for Class B and Class A indenters shall have a report, applicable to one or more balls, with the following information:

A3.9.2.1 Reference to this ASTM test method.

A3.9.2.2 Identification of the lot or batch.

A3.9.2.3 A statement declaring that the ball meets all of the geometrical, density, chemical composition and hardness requirements for the particular Class of Rockwell ball indenter.

A3.9.3 *Class B Diamond Indenters*—Each Class B diamond indenter shall have a calibration certificate with the following information:

A3.9.3.1 Reference to this ASTM test method.

A3.9.3.2 Serial number of the indenter.

A3.9.3.3 Date of standardization.

A3.9.3.4 A statement declaring that the indenter meets all of the geometrical and performance requirements for a Class B indenter.

A3.9.3.5 Accreditation agency certification number.

A3.9.3.6 The scale(s) that the indenter is certified to perform when certified for singular or limited scales.

A3.9.4 *Class A Diamond Indenters*—Each Class A diamond indenter shall have a calibration certificate with the following information:

A3.9.4.1 Reference to this ASTM test method.

A3.9.4.2 Serial number of the indenter.

A3.9.4.3 Date of standardization.

A3.9.4.4 The results of all geometrical verifications.

A3.9.4.5 All qualifying and verifying performance measurements with the hardness levels of the test blocks used.

A3.9.4.6 The performance differences between the Reference standardizing indenter and the verified Class A indenter $\bar{H}_Q - \bar{H}_V$ for each test block used.

A3.9.4.7 A statement declaring that the indenter meets all of the geometrical and performance requirements for a Class A indenter.

A3.9.4.8 Accreditation agency certification number.

A3.9.5 *Reference Diamond Indenters*—Each Reference diamond indenter shall have a calibration certificate or report with the following information:

A3.9.5.1 Serial number of the indenter.

A3.9.5.2 Date of standardization.

A3.9.5.3 The results of all geometrical verifications.

A3.9.5.4 Serial number of the reference indenter.

A3.9.5.5 All qualifying and verifying performance measurements with the hardness levels of the test blocks used.

A3.9.5.6 The performance differences between the reference indenter and the verified Reference indenter $\bar{H}_Q - \bar{H}_V$ for each test block used.

4. STANDARDIZATION OF ROCKWELL HARDNESS TEST BLOCKS

A4.1 Scope

A4.1.1 *Annex A4* specifies the requirements and procedures for the standardization of Rockwell hardness test blocks that are traceable to specific Rockwell hardness standards. These standardized test blocks are to be used for the verification of the performance of Rockwell and Rockwell superficial hardness testing machines by way of daily verifications and indirect verifications as described in *Annex A1*. The standardized test blocks are also to be used for the monitoring verifications of Rockwell standardizing machines as described in *Annex A2*.

A4.1.2 Adherence to this standard and annex provides traceability to national standards, except as stated otherwise.

A4.2 Accreditation

A4.2.1 The agency conducting the standardizations of test blocks shall be accredited to the requirements of ISO 17025 (or an equivalent) by an accrediting body recognized by the International Laboratory Accreditation Cooperation (ILAC) as operating to the requirements of ISO/IEC 17011. The standardizing agency shall have a certificate/scope of accreditation

 E18 – 15

stating the Rockwell hardness scales that are covered by the accreditation, and the standards to which the test block standardizations are traceable.

NOTE A4.1—Accreditation is a new requirement starting with this edition of the standard.

A4.3 Manufacture

A4.3.1 The attention of the manufacturer of test blocks is drawn to the need to use material and a manufacturing process which will give the necessary homogeneity, stability of structure, and uniformity of surface hardness. For quality control purposes, test blocks should be examined for homogeneity and uniformity of surface hardness in accordance with a statistically acceptable sampling procedure.

A4.3.2 The test blocks, if of steel, shall be demagnetized at the end of the manufacturing process.

A4.3.3 To assure that material is not removed from the test surface after standardization, an identifying mark shall be made on the test surface. The mark shall be such that it can not be removed by any method other than removal of test block material.

A4.3.4 The standardized test block shall meet the physical requirements of Table A4.1.

A4.4 General Requirements

A4.4.1 The standardizing laboratory environment, the standardizing machine, and the standardizing test cycle shall satisfy the requirements of Annex A2.

A4.4.2 All instruments used to make measurements required by this Annex shall have been calibrated traceable to national standards where a system of traceability exists, except as noted otherwise.

A4.5 Standardization Procedure

A4.5.1 A test block is standardized by calibrating the average hardness of the test surface to a specific Rockwell hardness standard. Only one surface of the test block shall be calibrated. When possible, the test blocks should be calibrated traceable to national Rockwell standards (see Note A4.2). The Rockwell standard to which the test blocks are traceable shall be stated in the certification.

NOTE A4.2—In the United States, the national Rockwell hardness standardizing laboratory is the National Institute of Standards and Technology (NIST), Gaithersburg, MD 20899.

NOTE A4.3—Primary standardized test blocks are available as Standard Reference Material from NIST, Gaithersburg, MD 20899.

TABLE A4.1 Physical Requirements of Standardized Test Blocks

Test Block Parameter	Tolerance
Thickness	≥6.0 mm (0.236 in.) ≤16.0 mm (0.630 in.)
Test surface area	≤2600 mm ² (4 in. ²)
Deviation from surface flatness (test & bottom)	≤0.005 mm (0.0002 in.)
Deviation from surface parallelism (test & bottom)	≤0.0002 mm per mm (0.0002 in. per in.)
Mean surface roughness (test & bottom)	R_a ≤ 0.003 mm (12 μin.) center line average

A4.5.2 Class A ball indenters and Class A or Reference diamond indenters as described in Annex A3 (see Note 3) shall be used for the standardization of test blocks.

A4.5.3 The standardization procedure involves making hardness measurements on the test block surface using the forces and type of indenter that are appropriate for the hardness scale.

A4.5.3.1 Make at least five measurements distributed uniformly over the test surface.

A4.5.4 Determine the nonuniformity range H_R of the measurements as:

$$H_R = H_{max} - H_{min} \quad (A4.1)$$

where:

H_{max} = highest hardness value, and

H_{min} = lowest hardness value.

A4.5.4.1 The nonuniformity range H_R of the standardizing measurements provides an indication of the non-uniformity of the test block hardness. For acceptability, the nonuniformity range H_R shall be within the tolerances of Table A4.2.

A4.5.5 The standardized value of the test block is defined as the average of the standardization measurements \bar{H} .

A4.5.6 In some cases, a more accurate standardized value for the test block may be obtained by correcting the measured average hardness value by a performance offset value for the standardizing machine. The offset value may be based on the error E values measured during the last indirect verification of the standardizing machine. For example, an appropriate offset correction curve for each standardizing machine may be calculated for a specific Rockwell scale by fitting a linear line to the error values measured during the indirect verification.

TABLE A4.2 Maximum Nonuniformity for Standardized Test Blocks

Nominal Hardness of Standardized Test Block	Max. Nonuniformity Range, H_R (HR units)	
HRA	≥20 and <80 ≥80 and <92	1.0 0.5
HRBW	≥0 and <45 ≥45 and <100	1.5 1.0
HRC	≥20 and <60 ≥60 and <70	1.0 0.5
HRD	≥40 and <60 ≥60 and <87	1.0 0.5
HREW, HRFW, HRGW, HRHW, HRKW, HRLW, HRMW, HRPW, HRRW, HRSW, HRVW	≥69 and <90 ≥90 and <97	1.0 0.7
HR15N	≥41 and <77 ≥77 and <92	1.0 0.7
HR30N	≥19 and <66 ≥66 and <87	1.0 0.7
HR45N		
HR15TW, HR30TW, HR45TW		1.0
HR15WW, HR30WW, HR45WW,		1.0
HR15XW, HR30XW, HR45XW,		
HR15YW, HR30YW, HR45YW		

E18 – 15

The laboratory should be cautioned that the validity of calculating a correction curve in this way is dependent on the linearity of the fit of the offset data across the entire scale.

A4.6 Marking

A4.6.1 Markings placed on the side of the block shall be upright when the calibrated test surface is the upper surface.

A4.6.2 Each standardized block shall be marked with the following.

A4.6.2.1 The standardized hardness value, \bar{H} , of the test block, rounded to no less than one decimal place in accordance with Practice E29, for example 61.4 HRC.

A4.6.2.2 The appropriate tolerance value for error E given in Table A1.3.

A4.6.2.3 Name or identifying mark of the standardizing agency.

A4.6.2.4 A mark identifying the test surface, which will be obliterated if the surface is reground.

A4.6.2.5 Unique serial number.

A4.6.2.6 Year of standardization. It is sufficient that the year of standardization be incorporated into the serial number of the block.

A4.7 Certificate

A4.7.1 Each standardized test block shall be supplied with a certificate from the standardizing laboratory stating the following standardization information:

A4.7.1.1 Serial number of the test block.

A4.7.1.2 The standardized hardness value, \bar{H} , of the test block with the scale designation, rounded to no less than one decimal place in accordance with Practice E29, for example 61.4 HRC.

A4.7.1.3 Value of the uncertainty in the standardized value with a detailed explanation of how the uncertainty was calculated.

A4.7.1.4 The individual standardizing hardness measurements.

A4.7.1.5 A description of the testing cycle used, including the dwell times for the preliminary force, total force and elastic recovery.

A4.7.1.6 The body that maintains the Rockwell scale to which the test block is traceable. For example, the national Rockwell C scale maintained at NIST.

A4.7.1.7 Date of standardization.

A4.7.1.8 Accreditation agency certification number.

A5. GUIDELINES FOR DETERMINING THE MINIMUM THICKNESS OF A TEST PIECE

TABLE A5.1 A Minimum Thickness Guide for Selection of Scales Using the Diamond Indenter (see Fig. A5.1)

NOTE 1—For any given thickness, the indicated Rockwell hardness is the minimum value acceptable for testing. For a given hardness, material of any greater thickness than that corresponding to that hardness can be tested on the indicated scale.

Minimum Thickness		Rockwell Scale		
		Hardness Reading	A	C
in.	mm		Approximate Hardness C-Scale ^A	Hardness Reading
0.014	0.36
0.016	0.41	86	69	...
0.018	0.46	84	65	...
0.020	0.51	82	61.5	...
0.022	0.56	79	56	69
0.024	0.61	76	50	67
0.026	0.66	71	41	65
0.028	0.71	67	32	62
0.030	0.76	60	19	57
0.032	0.81	52
0.034	0.86	45
0.036	0.91	37
0.038	0.96	28
0.040	1.02	20

^A These approximate hardness numbers are for use in selecting a suitable scale and should not be used as hardness conversions. If necessary to convert test readings to another scale, refer to Hardness Conversion Tables E140 (Relationship Between Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Rockwell Superficial Hardness, and Knoop Hardness).



TABLE A5.2 A Minimum Thickness Guide for Selection of Scales Using the 1/16 in. (1.588 mm) Diameter Ball Indenter (see Fig. A5.2)

NOTE 1—For any given thickness, the indicated Rockwell hardness is the minimum value acceptable for testing. For a given hardness, material of any greater thickness than that corresponding to that hardness can be tested on the indicated scale.

Minimum Thickness		Rockwell Scale		
		F		B
in.	mm	Hardness Reading	Approximate Hardness B-Scale ^A	Hardness Reading
0.022	0.56
0.024	0.61	98	72	94
0.026	0.66	91	60	87
0.028	0.71	85	49	80
0.030	0.76	77	35	71
0.032	0.81	69	21	62
0.034	0.86	52
0.036	0.91	40
0.038	0.96	28
0.040	1.02

^A These approximate hardness numbers are for use in selecting a suitable scale and should not be used as hardness conversions. If necessary to convert test readings to another scale refer to Hardness Conversion Tables E140 (Relationship Between Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Rockwell Superficial Hardness and Knoop Hardness).

TABLE A5.3 A Minimum Thickness Guide for Selection of Scales Using the Diamond Indenter (see Fig. A5.1)

NOTE 1—For any given thickness, the indicated Rockwell hardness is the minimum value acceptable for testing. For a given hardness, material of any greater thickness than that corresponding to that hardness can be tested on the indicated scale.

Minimum Thickness		Rockwell Superficial Scale					
		15N		30N		45N	
in.	mm	Hardness Reading	Approximate Hardness C-Scale ^A	Hardness Reading	Approximate Hardness C-Scale ^A	Hardness Reading	Approximate Hardness C-Scale ^A
0.006	0.15	92	65
0.008	0.20	90	60
0.010	0.25	88	55
0.012	0.30	83	45	82	65	77	69.5
0.014	0.36	76	32	78.5	61	74	67
0.016	0.41	68	18	74	56	72	65
0.018	0.46	66	47	68	61
0.020	0.51	57	37	63	57
0.022	0.56	47	26	58	52.5
0.024	0.61	51	47
0.026	0.66	37	35
0.028	0.71	20	20.5
0.030	0.76

^A These approximate hardness numbers are for use in selecting a suitable scale, and should not be used as hardness conversions. If necessary to convert test readings to another scale, refer to Hardness Conversion Tables E140 (Relationship Between Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Rockwell Superficial Hardness and Knoop Hardness).

 E18 – 15

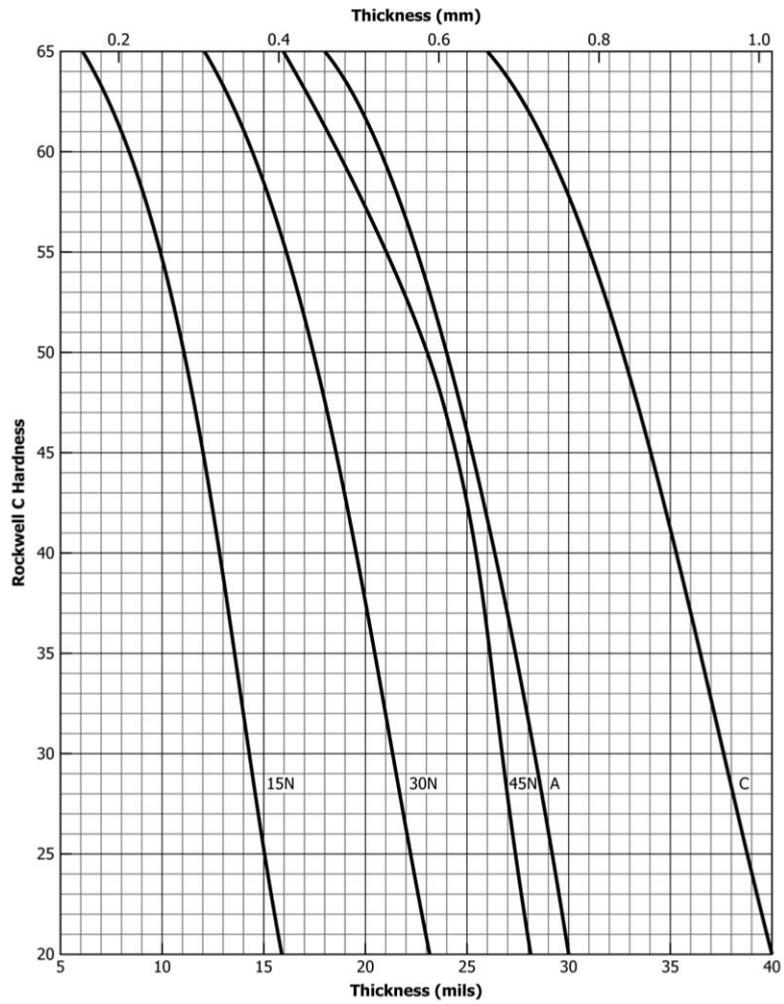
TABLE A5.4 A Minimum Thickness Guide for Selection of Scales Using the 1/16 in. (1.588 mm) Diameter Ball Indenter (see Fig. A5.2)

NOTE 1—For any given thickness, the indicated Rockwell hardness is the minimum value acceptable for testing. For a given hardness, material of any greater thickness than that corresponding to that hardness can be tested on the indicated scale.

Minimum Thickness		Rockwell Superficial Scale					
		15T		30T		45T	
in.	mm	Hardness Reading	Approximate Hardness B-Scale ^a	Hardness Reading	Approximate Hardness B-Scale ^a	Hardness Reading	Approximate Hardness B-Scale ^a
0.010	0.25	91	93
0.012	0.30	86	78
0.014	0.36	81	62	80	96
0.016	0.41	75	44	72	84	71	99
0.018	0.46	68	24	64	71	62	90
0.020	0.51	55	58	53	80
0.022	0.56	45	43	43	70
0.024	0.61	34	28	31	58
0.026	0.66	18	45
0.028	0.71	4	32
0.030	0.76

^a These approximate hardness numbers are for use in selecting a suitable scale, and should not be used as hardness conversions. If necessary to convert test readings to another scale refer to Hardness Conversion Tables E140 (Relationship Between Brinell Hardness, Vickers Hardness, Rockwell Hardness, Rockwell Superficial Hardness and Knoop Hardness).

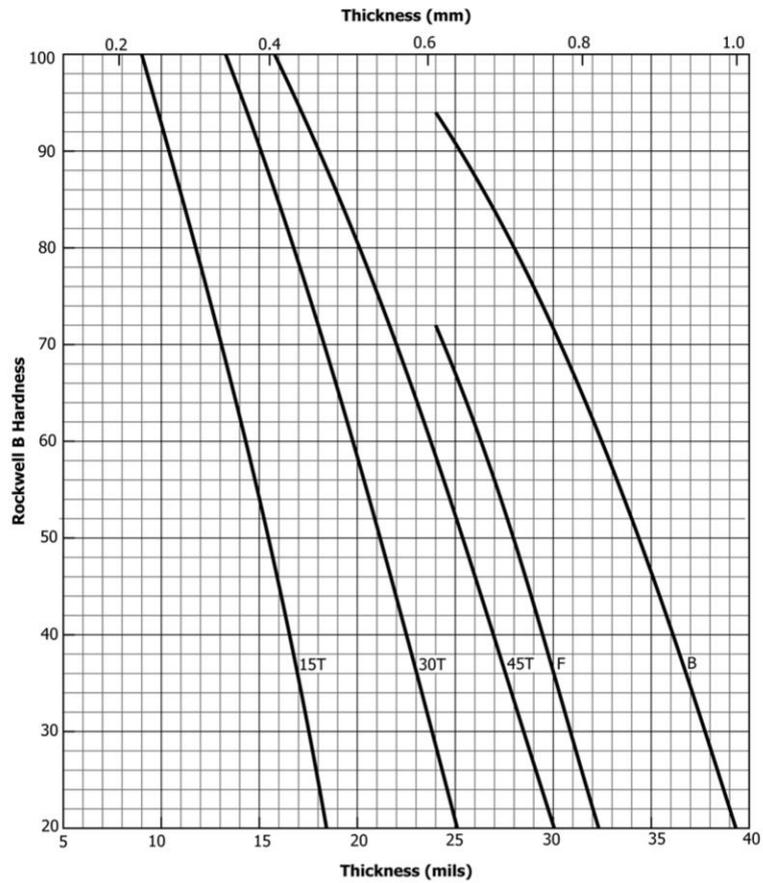
 E18 - 15



NOTE 1—Locate a point corresponding to the thickness-hardness combination to be tested. Only scales falling to the left of this point may be used to test this combination.

FIG. A5.1 Thickness Limits for Rockwell Hardness Testing Using the Diamond Indenter

 E18 - 15



NOTE 1—Locate a point corresponding to the thickness-hardness combination to be tested. Only scales falling to the left of this point may be used to test this combination.

FIG. A5.2 Thickness Limits for Rockwell Hardness Testing Using the 1/16-in. (1.588-mm) Diameter Ball Indenter

A6. HARDNESS VALUE CORRECTIONS WHEN TESTING ON CONVEX CYLINDRICAL SURFACES

E18 – 15

TABLE A6.1 Corrections to be Added to Rockwell C, A, and D Values Obtained on Convex Cylindrical Surfaces of Various Diameters^A

Dial Reading	Diameters of Convex Cylindrical Surfaces								
	¼ in. (6.4 mm)	⅜ in. (10 mm)	½ in. (13 mm)	⅝ in. (16 mm)	¾ in. (19 mm)	⅞ in. (22 mm)	1 in. (25 mm)	1¼ in. (32 mm)	1½ in. (38 mm)
Corrections to be Added to Rockwell C, A, and D Values ^B									
20	6.0	4.5	3.5	2.5	2.0	1.5	1.5	1.0	1.0
25	5.5	4.0	3.0	2.5	2.0	1.5	1.0	1.0	1.0
30	5.0	3.5	2.5	2.0	1.5	1.5	1.0	1.0	0.5
35	4.0	3.0	2.0	1.5	1.5	1.0	1.0	0.5	0.5
40	3.5	2.5	2.0	1.5	1.0	1.0	1.0	0.5	0.5
45	3.0	2.0	1.5	1.0	1.0	1.0	0.5	0.5	0.5
50	2.5	2.0	1.5	1.0	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5
55	2.0	1.5	1.0	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5	0
60	1.5	1.0	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5	0	0
65	1.5	1.0	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5	0	0
70	1.0	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0	0
75	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0	0	0
80	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0	0	0	0
85	0.5	0.5	0.5	0	0	0	0	0	0
90	0.5	0	0	0	0	0	0	0	0

^A When testing cylindrical specimens, the accuracy of the test will be seriously affected by alignment of elevating screw, V-anvil, indenters, surface finish, and the straightness of the cylinder.

^B These corrections are approximate only and represent the averages to the nearest 0.5 Rockwell number, of numerous actual observations.

TABLE A6.2 Corrections to be Added to Rockwell B, F, and G Values Obtained on Convex Cylindrical Surfaces of Various Diameters^A

Hardness Reading	Diameters of Convex Cylindrical Surfaces						
	¼ in. (6.4 mm)	⅜ in. (10 mm)	½ in. (13 mm)	⅝ in. (16 mm)	¾ in. (19 mm)	⅞ in. (22 mm)	1 in. (25 mm)
Corrections to be Added to Rockwell B, F, and G Values ^B							
0	12.5	8.5	6.5	5.5	4.5	3.5	3.0
10	12.0	8.0	6.0	5.0	4.0	3.5	3.0
20	11.0	7.5	5.5	4.5	4.0	3.5	3.0
30	10.0	6.5	5.0	4.5	3.5	3.0	2.5
40	9.0	6.0	4.5	4.0	3.0	2.5	2.5
50	8.0	5.5	4.0	3.5	3.0	2.5	2.0
60	7.0	5.0	3.5	3.0	2.5	2.0	2.0
70	6.0	4.0	3.0	2.5	2.0	2.0	1.5
80	5.0	3.5	2.5	2.0	1.5	1.5	1.5
90	4.0	3.0	2.0	1.5	1.5	1.5	1.0
100	3.5	2.5	1.5	1.5	1.0	1.0	0.5

^A When testing cylindrical specimens, the accuracy of the test will be seriously affected by alignment of elevating screw, V-anvil, indenters, surface finish, and the straightness of the cylinder.

^B These corrections are approximate only and represent the averages to the nearest 0.5 Rockwell number, of numerous actual observations.

TABLE A6.3 Corrections to be Added to Rockwell Superficial 15N, 30N, and 45N Values Obtained on Convex Cylindrical Surfaces of Various Diameters^A

Hardness Reading	Diameters of Convex Cylindrical Surfaces					
	⅛ in. (3.2 mm)	¼ in. (6.4 mm)	⅜ in. (10 mm)	½ in. (13 mm)	¾ in. (19 mm)	1 in. (25 mm)
Corrections to be Added to Rockwell Superficial 15N, 30N, and 45N Values ^B						
20	6.0	3.0	2.0	1.5	1.5	1.5
25	5.5	3.0	2.0	1.5	1.5	1.0
30	5.5	3.0	2.0	1.5	1.0	1.0
35	5.0	2.5	2.0	1.5	1.0	1.0
40	4.5	2.5	1.5	1.5	1.0	1.0
45	4.0	2.0	1.5	1.0	1.0	1.0
50	3.5	2.0	1.5	1.0	1.0	0.5
55	3.5	2.0	1.5	1.0	0.5	0.5
60	3.0	1.5	1.0	1.0	0.5	0.5
65	2.5	1.5	1.0	0.5	0.5	0.5
70	2.0	1.0	1.0	0.5	0.5	0.5
75	1.5	1.0	0.5	0.5	0.5	0
80	1.0	0.5	0.5	0.5	0	0
85	0.5	0.5	0.5	0.5	0	0
90	0	0	0	0	0	0

^A When testing cylindrical specimens the accuracy of the test will be seriously affected by alignment of elevating screw, V-anvil, indenters, surface finish, and the straightness of the cylinder.

^B These corrections are approximate only and represent the averages, to the nearest 0.5 Rockwell superficial number, of numerous actual observations.

 E18 – 15

TABLE A6.4 Corrections to be Added to Rockwell Superficial 15T, 30T, and 45T Values Obtained on Convex Cylindrical Surfaces of Various Diameters^A

Hardness Reading	Diameters of Convex Cylindrical Surfaces						
	½ in. (3.2 mm)	¼ in. (6.4 mm)	⅜ in. (10 mm)	½ in. (13 mm)	⅝ in. (16 mm)	¾ in. (19 mm)	1 in. (25 mm)
	Corrections to be Added to Rockwell Superficial 15T, 30T, and 45T Values ^B						
20	13.0	9.0	6.0	4.5	4.5	3.0	2.0
30	11.5	7.5	5.0	3.5	3.5	2.5	2.0
40	10.0	6.5	4.5	3.5	3.0	2.5	2.0
50	8.5	5.5	4.0	3.0	2.5	2.0	1.5
60	6.5	4.5	3.0	2.5	2.0	1.5	1.5
70	5.0	3.5	2.5	2.0	1.5	1.0	1.0
80	3.0	2.0	1.5	1.5	1.0	1.0	0.5
90	1.5	1.0	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5

^AWhen testing cylindrical specimens, the accuracy of the test will be seriously affected by alignment of elevating screw, V-anvil, indenters, surface finish, and the straightness of the cylinder.

^BThese corrections are approximate only and represent the averages to the nearest 0.5 Rockwell number, of numerous actual observations.

APPENDIXES

(Nonmandatory Information)

X1. LIST OF ASTM SPECIFICATIONS GIVING HARDNESS VALUES CORRESPONDING TO TENSILE STRENGTH

X1.1 The following ASTM standards give approximate Rockwell hardness or Rockwell superficial hardness values corresponding to the tensile strength values specified for the materials covered: Test Methods and Definitions **A370** and

Specifications **B19**, **B36/B36M**, **B96/B96M**, **B103/B103M**, **B121/B121M**, **B122/B122M**, **B130**, **B134/B134M**, **B152/B152M**, and **B370**.

X2. EXAMPLES OF PROCEDURES FOR DETERMINING ROCKWELL HARDNESS UNCERTAINTY

X2.1 Scope

X2.1.1 The intent of this appendix is to provide a basic approach to evaluating the uncertainty of Rockwell hardness measurement values in order to simplify and unify the interpretation of uncertainty by users of Rockwell hardness.

X2.1.2 This appendix provides basic procedures for determining the uncertainty of the following values of hardness:

X2.1.2.1 *The Hardness Machine "Error" Determined as Part of an Indirect Verification* (see **X2.6**)—As part of an indirect verification, a number of Rockwell hardness measurements are made on a reference test block. The average of the measurement values is compared to the certified value of the reference block to determine the "error" (see 3.2.2) of the hardness machine. The procedure described in section **X2.6** provides a method for determining the uncertainty in this measurement "error" of the hardness machine. The uncertainty value may be reported on the verification certificate and report.

X2.1.2.2 *Rockwell Hardness Value Measured by a User* (see **X2.7**)—The procedure provides a method for determining the uncertainty in the hardness values measured by a user during the normal use of a Rockwell hardness machine. The user may report the uncertainty value with the measurement value.

X2.1.2.3 *Certified Value of a Rockwell Hardness Test Block* (see **X2.8**)—The procedure provides a method for determining the uncertainty in the certified value of standardized test

blocks. The standardizing agency may report the uncertainty value on the test block certificate.

NOTE X2.1—When calculated, uncertainty values reported by a field calibration agency (see **X2.6**) are not the measurement uncertainties of the hardness machine in operation, but only that of the measurements made at the time of verification to determine machine "error."

NOTE X2.2—The procedures outlined in this appendix for the determination of uncertainties are based primarily on measurements made as part of the verification and standardization procedures of this test method. This is done to provide a method that is based on familiar procedures and practices of Rockwell hardness users and standardizing agencies. The reader should be aware that there are other methods that may be employed to determine the same uncertainties, which may provide more accurate estimations of the uncertainty values.

NOTE X2.3—This standard states tolerances or limits on the acceptable repeatability and error of a Rockwell hardness machine (Table A1.3) and the nonuniformity of standardized blocks (Table A4.2). These limit values were originally established based on the testing experience of many users of the Rockwell hardness test, and therefore reflect the normal performance of a properly functioning Rockwell hardness machine, including the normal errors associated with the measurement procedure and the machine's performance. Because the limits are based on testing experience, it is believed that the stated limit values take into account a level of uncertainty that is typical for valid Rockwell hardness measurements. Consequently, when determining compliance with Table A1.3 and Table A4.2, the user's measurement uncertainty should not be subtracted from the tolerance limit values given in the tables, as is commonly done for other types of metrological measurements. The calculated values for repeatability, error or block nonuniformity should be directly compared to the tolerance limits given in the tables.

NOTE X2.4—Most product specification tolerances for Rockwell hardness were established based on testing and performance experience. The



tolerance values reflect the normal performance of a properly functioning Rockwell hardness machine, including the normal acceptable errors associated with the hardness measurement process. For these products, the stated tolerance limits take into account a level of uncertainty that is typical for valid Rockwell hardness measurements. Consequently, when acceptance testing most products for Rockwell hardness, the user's measurement uncertainty should not be subtracted from the tolerance limit values given in the specification. The measured hardness values should be directly compared to the tolerances. There may be exceptional circumstances where the hardness of a product must fall within determined ranges to a high level of confidence. In these rare occasions, special agreement between the parties involved should be obtained before the hardness measurement uncertainty is subtracted from the tolerance limits. Before such an agreement is made, it is recommended that the product design take into consideration the anticipated influence of material and metallurgical factors on the product variation as well as typical industry hardness uncertainty values.

X2.1.3 This appendix does not address uncertainties at the primary reference standardizing level.

X2.2 Equations

X2.2.1 The average (AVG), \bar{H} , of a set of n hardness measurements H_1, H_2, \dots, H_n is calculated as:

$$AVG(H_1, H_2, \dots, H_n) = \bar{H} = \frac{H_1 + H_2 + \dots + H_n}{n} \quad (X2.1)$$

X2.2.2 The standard deviation (STDEV) of a set of n hardness measurements H_1, H_2, \dots, H_n is calculated as:

$$STDEV(H_1, H_2, \dots, H_n) = \sqrt{\frac{(H_1 - \bar{H})^2 + \dots + (H_n - \bar{H})^2}{n - 1}} \quad (X2.2)$$

where \bar{H} is the average of the set of n hardness measurements H_1, H_2, \dots, H_n as defined in Eq X2.1.

X2.2.3 The absolute value (ABS) of a number is the magnitude of the value irrespective of the sign, for example:

$$\begin{aligned} ABS(0.12) &= 0.12 \\ \text{and} \\ ABS(-0.12) &= 0.12 \end{aligned}$$

X2.3 General Requirements

X2.3.1 The approach for determining uncertainty presented in this appendix considers only those uncertainties associated with the overall measurement performance of the Rockwell hardness machine with respect to reference standards. These performance uncertainties reflect the combined effect of the separate uncertainties associated with the numerous individual components of the machine, such as the force application system and indentation depth measuring system. Therefore, the uncertainties associated with the individual components of the machine are not included in the calculations. Because of this approach, it is important that the individual machine components are operating within tolerances. It is strongly recommended that this procedure be applied only after successfully passing a direct verification.

X2.3.2 The procedures given in this appendix are appropriate only when the Rockwell hardness machine has passed an indirect verification in accordance with the procedures and schedules of this test method standard.

X2.3.3 The procedures for calculating the uncertainty of Rockwell hardness measurement values are similar for both a standardizing machine and testing machine. The principal difference is in the hierarchy level of the reference test blocks normally used for the indirect verification. Generally, standardizing machines are verified using primary reference standards, and testing machines are standardized using secondary reference standards.

X2.3.4 To estimate the overall uncertainty of Rockwell hardness measurement values, contributing components of uncertainty must be determined. Because many of the uncertainties may vary depending on the specific hardness scale and hardness level, an individual measurement uncertainty should be determined for each hardness scale and hardness level of interest. In many cases, a single uncertainty value may be applied to a range of hardness levels based on the laboratory's experience and knowledge of the operation of the hardness machine.

X2.3.5 Uncertainty should be determined with respect to a country's highest level of reference standard or the national reference standard of another country. In some cases, the highest level of reference standard may be a commercial reference standard.

X2.4 General Procedure

X2.4.1 This procedure calculates a combined standard uncertainty u_c by combining the contributing components of uncertainty u_1, u_2, \dots, u_n , such that:

$$u_c = \sqrt{u_1^2 + u_2^2 + \dots + u_n^2} \quad (X2.3)$$

X2.4.2 Measurement uncertainty is usually expressed as an expanded uncertainty U which is calculated by multiplying the combined standard uncertainty u_c by a numerical coverage factor k , such that:

$$U = k \times u_c \quad (X2.4)$$

X2.4.3 A coverage factor is chosen that depends on how well the standard uncertainty was estimated (number of measurements), and the level of uncertainty that is desired. For this analysis, a coverage factor of $k = 2$ should be used. This coverage factor provides a confidence level of approximately 95 %.

X2.4.4 The measurement bias B of the hardness machine is the difference between the expected hardness measurement values as displayed by the hardness machine and the "true" hardness of a material. Ideally, measurement biases should be corrected. When test systems are not corrected for measurement bias, as often occurs in Rockwell hardness testing, the bias then contributes to the overall uncertainty in a measurement. There are a number of possible methods for incorporating biases into an uncertainty calculation, each of which has both advantages and disadvantages. A simple and conservative method is to combine the bias with the calculation of the expanded uncertainty as:

$$U = ku_c + ABS(B) \quad (X2.5)$$

where $ABS(B)$ is the absolute value of the bias.

X2.4.5 Because several approaches may be used to evaluate and express measurement uncertainty, a brief description of what the reported uncertainty values represent should be included with the reported uncertainty value.

X2.5 Sources of Uncertainty

X2.5.1 This section describes the most significant sources of uncertainty in a Rockwell hardness measurement and provides procedures and formulas for calculating the total uncertainty in the hardness value. In later sections, it will be shown how these sources of uncertainty contribute to the total measurement uncertainty for the three measurement circumstances described in X2.1.2.

X2.5.2 The sources of uncertainty to be discussed are (1) the hardness machine's lack of repeatability, (2) the non-uniformity in hardness of the material under test, (3) the hardness machine's lack of reproducibility, (4) the resolution of the hardness machine's measurement display, and (5) the uncertainty in the certified value of the reference test block standards. An estimation of the measurement bias and its inclusion into the expanded uncertainty will also be discussed.

X2.5.3 *Uncertainty Due to Lack of Repeatability (u_{Repeat}) and when Combined with Non-uniformity ($u_{Rep \& NU}$)*—The repeatability of a hardness machine is an indication of how well it can continually produce the same hardness value each time a measurement is made. Imagine there is a material, which is perfectly uniform in hardness over its entire surface. Also imagine that hardness measurements are made repeatedly on this uniform material over a short period of time without varying the testing conditions (including the operator). Even though the actual hardness of every test location is exactly the same, it would be found that due to random errors each measurement value would differ from all other measurement values (assuming sufficient measurement resolution). Therefore, lack of repeatability prevents the hardness machine from being able to always measure the true hardness of the material, and hence contributes to the uncertainty in the measurement.

X2.5.3.1 The contribution that a hardness machine's lack of repeatability makes to the overall measurement uncertainty is determined differently depending on whether a single measurement value or an average of multiple measurements is to be reported. Additionally, in cases where the reported average measurement value is intended to be an estimate of the average hardness of the material tested, the uncertainty contributions due to the machine's lack of repeatability and the non-uniformity in the hardness of the test material are difficult to separate and must be determined together. The uncertainty contributions for each of these circumstances may be estimated as follows.

X2.5.3.2 *Single Hardness Measurement*—For a future single hardness measurement, the standard uncertainty contribution u_{Repeat} , due to the lack of repeatability, may be estimated by the standard deviation of the values from a number of hardness measurements made on a uniform test sample as:

$$u_{Repeat} = STDEV(H_1, H_2, \dots, H_n) \quad (X2.6)$$

where H_1, H_2, \dots, H_n are the n hardness values. In general, the estimate of repeatability is improved as the number of hardness measurements is increased. Usually, the hardness values measured during an indirect verification will provide an adequate estimate of u_{Repeat} ; however, the caution given in Note X2.6 should be considered. It may be more appropriate for the user to determine a value of u_{Repeat} by making hardness measurements close together (within spacing limitations) on a uniform material, such as a test block.

NOTE X2.5—The uncertainty u_{Repeat} , due to the lack of repeatability of a hardness machine as discussed above, should not be confused with the historically defined "repeatability" that is a requirement to be met as part of an indirect verification (see 3.2.3). The calculations of the uncertainty u_{Repeat} and of the historically defined repeatability do not produce the same value. The uncertainty u_{Repeat} is the contribution to the overall uncertainty of a hardness measurement value due to a machine's lack of repeatability, while the historically defined repeatability is the range of hardness values measured during an indirect verification.

NOTE X2.6—All materials exhibit some degree of hardness non-uniformity across the test surface. Therefore, the above evaluation of the uncertainty contribution due to the lack of repeatability will also include a contribution due to the hardness non-uniformity of the measured material. When evaluating repeatability as discussed above, any uncertainty contribution due to the hardness non-uniformity should be minimized as much as possible. The laboratory should be cautioned that if the measurements of repeatability are based on tests made across the surface of the material, then the repeatability value will likely include a significant uncertainty contribution due to the material's non-uniformity. A machine's repeatability is better evaluated by making hardness measurements close together (within spacing limitations).

X2.5.3.3 *Average of Multiple Measurements*—When the average of multiple hardness test values is to be reported, the standard uncertainty contribution u_{Repeat} , due to the lack of repeatability of the hardness machine, may be estimated by dividing the standard uncertainty contribution u_{Repeat} (previously calculated from a number of hardness measurements made on a uniform test sample, see X2.5.3.1) by the square-root of the number of hardness test values being averaged, as:

$$u_{Repeat} = \frac{u_{Repeat}}{\sqrt{n_T}} \quad (X2.7)$$

where u_{Repeat} is calculated by Eq X2.6 and n_T is the number of individual hardness test values being averaged.

X2.5.3.4 *Estimate of the Material Hardness*—Hardness measurements are often made at several locations and the values averaged in order to estimate the average hardness of the material as a whole. For example, this may be done when making quality control measurements during the manufacture of many types of products; when determining the machine "error" as part of an indirect verification; and when calibrating a test block. Because all materials exhibit some degree of hardness non-uniformity across the test surface, the extent of a material's non-uniformity also contributes to the uncertainty in this estimate of the average hardness of the material. When the average of multiple hardness measurement values is calculated as an estimate of the average material or product hardness, it may be desired to state the uncertainty in this value with respect to the true hardness of the material. In this case, the combined uncertainty contributions due to the lack of repeatability in the hardness machine and the non-uniformity in the test material may be estimated from the "standard deviation of

 E18 – 15

the mean” of the hardness measurement values. This is calculated as the standard deviation of the hardness values, divided by the square-root of the number of measurements as:

$$u_{\text{Rep\& NU}} = \frac{STDEV(H_{T1}, H_{T2}, \dots, H_{Tn})}{\sqrt{n_T}} \quad (\text{X2.8})$$

where $H_{T1}, H_{T2}, \dots, H_{Tn}$ are the n_T measurement values.

X2.5.4 Uncertainty Due to Lack of Reproducibility (u_{Reprod})—The day-to-day variation in the performance of the hardness machine is known as its level of reproducibility. Variations such as different machine operators and changes in the test environment often influence the performance of the hardness machine. The level of reproducibility is best determined by monitoring the performance of the hardness machine over an extended period of time during which the hardness machine is subjected to the extremes of variations in the testing variables. It is very important that the test machine be in control during the assessment of reproducibility. If the machine is in need of maintenance or is operated incorrectly, the lack of reproducibility will be over estimated.

X2.5.5 An assessment of a hardness machine’s lack of reproducibility should be based on periodic monitoring measurements of the hardness machine, such as daily verification measurements made on the same test block over time. The uncertainty contribution may be estimated by the standard deviation of the average of each set of monitoring values, as:

$$u_{\text{Reprod}} = STDEV(M_1, M_2, \dots, M_n) \quad (\text{X2.9})$$

where M_1, M_2, \dots, M_n are individual averages of each of the n sets of multiple monitoring measurement values.

NOTE X2.7—The uncertainty contribution due to the lack of reproducibility, as calculated in Eq X2.10, also includes a contribution due to the machine’s lack of repeatability and the non-uniformity of the monitoring test block; however, these contributions are based on the average of multiple measurements and should not significantly overestimate the reproducibility uncertainty.

X2.5.6 Uncertainty Due to the Resolution of the Hardness Measurement Display (u_{Resol})—The finite resolution of the hardness value display prevents the hardness machine from providing an absolutely accurate hardness value. However, the influence of the display resolution on the measurement uncertainty is usually only significant when the hardness display resolution is no better than 0.5 Rockwell hardness units, such as for some dial displays. The uncertainty contribution u_{Resol} , due to the influence of the display resolution, may be described by a rectangular distribution and estimated as:

$$u_{\text{Resol}} = \frac{r/2}{\sqrt{3}} = \frac{r}{\sqrt{12}} \quad (\text{X2.10})$$

where r is the resolution limit that a hardness value can be estimated from the measurement display in Rockwell hardness units.

X2.5.7 Standard Uncertainty in the Certified Average Hardness Value of the Reference Test Block (u_{RefBlk})—Reference test blocks provide the link to the Rockwell standard to which traceability is claimed. The certificate accompanying reference test blocks should provide an uncertainty in the stated certified value, and should state to which Rockwell standard the

reference test block value is traceable. This uncertainty contributes to the measurement uncertainty of hardness machines calibrated or verified with the reference test blocks. Note that the uncertainty reported on reference test block certificates is typically stated as an expanded uncertainty. As indicated by Eq X2.4, the expanded uncertainty is calculated by multiplying the standard uncertainty by a coverage factor (often 2). This analysis uses the standard uncertainty and not the expanded uncertainty value. Thus, the uncertainty value due to the uncertainty in the certified value of the reference test block usually may be calculated as:

$$u_{\text{RefBlk}} = \frac{U_{\text{RefBlk}}}{k_{\text{RefBlk}}} \quad (\text{X2.11})$$

where U_{RefBlk} is the reported expanded uncertainty of the certified value of the reference test block, and k_{RefBlk} is the coverage factor used to calculate the uncertainty in the certified value of the reference standard (usually 2).

X2.5.8 Measurement Bias (B)—The measurement bias is the difference between the hardness measurement values as displayed by the hardness machine and the “true” hardness of a material. The measurement bias B may be estimated by the “error” determined as part of the indirect verification as:

$$B = \bar{H} - \bar{H}_{\text{RefBlk}} \quad (\text{X2.12})$$

where \bar{H} is the mean hardness value as measured by the hardness machine during the indirect verification, and \bar{H}_{RefBlk} is the certified average hardness value of the reference test block standard used for the indirect verification.

X2.6 Procedure for Calculating Uncertainty: Indirect Verification

X2.6.1 As part of an indirect verification, the “error” of the hardness machine is determined from the average value of measurements made on a reference test block (see 3.2.2). This value provides an indication of how well the hardness machine can measure the “true” hardness of a material. Since there is always uncertainty in a hardness measurement, it follows that there must be uncertainty in the determination of the average value of the measurements, and thus the determination of the machine “error.” This section provides a procedure that can be used, for example by a field calibration agency, to estimate the uncertainty U_{Mach} in the measurement “error” of the hardness machine determined as the difference between the average of the measurement values and the certified value of the reference block used for the verification.

X2.6.2 The contributions to the standard uncertainty of the measurement “error,” u_{Mach} , are (1) $u_{\text{Rep\& NU}}(\text{Ref. Block})$, the uncertainty due to the lack of repeatability of the hardness machine combined with the uncertainty due to the non-uniformity in the reference test block (Eq X2.9), which is determined from the hardness measurements made on a reference test block to determine the “error” of the hardness machine, (2) u_{Resol} , the uncertainty due to the resolution of the hardness machine measurement display (Eq X2.11), and (3) u_{RefBlk} , the standard uncertainty in the certified value of the reference test block (Eq X2.12). The notation (*Ref. Block*) is added to the term $u_{\text{Rep\& NU}}$ to clarify that the uncertainty is

determined from measurements made on the reference block used for the indirect verification.

X2.6.3 The combined standard uncertainty u_{Mach} and the expanded uncertainty U_{Mach} are calculated by combining the appropriate uncertainty components described above for each hardness level of each Rockwell scale as:

$$u_{Mach} = \sqrt{u_{Rep\&NU}^2(Ref. Block) + u_{Resol}^2 + u_{RefBlk}^2} \quad (X2.13)$$

and

$$U_{Mach} = k u_{Mach} \quad (X2.14)$$

X2.6.4 For this analysis, a coverage factor of $k = 2$ should be used. This coverage factor provides a confidence level of approximately 95 %.

NOTE X2.8—The uncertainty contribution u_{Mach} as calculated in Eq X2.14 does not include a contribution due to the machine's lack of reproducibility. This is because it is assumed that the indirect verification is made while the hardness machine is operating at its optimal performance level with the best possible environmental conditions.

NOTE X2.9—The expanded uncertainty U_{Mach} will commonly be larger than the value of the hardness machine "error."

X2.6.5 *Reporting the Measurement Uncertainty*—This expanded uncertainty U_{Mach} may be reported by a verification agency to its customer as an indication of the uncertainty in the hardness machine "error" reported as part of the indirect verification of the Rockwell hardness machine. The value of U_{Mach} should be supplemented with a statement defining to what Rockwell scale and hardness level the uncertainty is applicable, with an explanatory statement such as, "The expanded uncertainty of the hardness machine "error" reported as part of the indirect verification for the stated Rockwell scale(s) and hardness level(s) is with respect to Rockwell hardness reference standards maintained at _____ (for example, NIST), and was calculated in accordance with Appendix X2 of ASTM E18 with a coverage factor of 2 representing a confidence level of approximately 95 %."

X2.6.6 The standard uncertainty value u_{Mach} can be used as an uncertainty contribution when determining the measurement uncertainty of future measurements made with the hardness machine (see X2.7 and X2.8).

X2.6.7 *Example X2.1*—As part of an indirect verification of a Rockwell hardness machine, a verification agency needs to report an estimate of the uncertainty of the hardness machine "error." For this example, an evaluation will only be made for measurements made on the low range of the HRC scale. The hardness machine has a digital display with a resolution of 0.1 HRC. The agency performs five verification measurements on a low range HRC hardness block. The reported certified value of the reference test block is 25.7 HRC with an expanded uncertainty of $U_{RefBlk} = 0.45$ HRC. The five verification measurements values are: 25.4, 25.3, 25.5, 25.3, and 25.7 HRC, resulting in an average value of 25.44 HRC, a repeatability (range) value of 0.4 HRC and an "error" of -0.26 HRC. Therefore:

$$u_{Rep\&NU}(Ref. Block) = \frac{STDEV(25.4, 25.3, 25.5, 25.3, 25.7)}{\sqrt{5}}$$

$$\text{or } u_{Rep\&NU}(Ref. Block) = 0.075 \text{ HRC}$$

$$u_{Resol} = \frac{0.1}{\sqrt{12}} = 0.029 \text{ HRC, and}$$

$$u_{RefBlk} = \frac{0.45}{2} = 0.225 \text{ HRC}$$

Thus,

$$u_{Mach} = \sqrt{0.075^2 + 0.029^2 + 0.225^2} = 0.239 \text{ HRC, and}$$

$$U_{Mach} = (2 \times 0.239) = 0.48 \text{ HRC}$$

Therefore, the uncertainty in the -0.26 HRC "error" in the hardness machine is 0.48 HRC. Although this evaluation was made on material having a hardness of approximately 25 HRC, the uncertainty may be considered to apply to the entire low range of the HRC scale. This calculation must be made for the mid and high ranges of the HRC scale, as well as for the ranges of the other Rockwell scales that are verified.

NOTE X2.10—The reader should be aware that in computing the final uncertainty value in all examples in this appendix, no rounding of results was done between steps. Consequently, if individual equations are solved using the rounded values that are given at each step of this example, some computed results might differ in value in the last decimal place from the results stated.

X2.7 Procedure for Calculating Uncertainty: Rockwell Hardness Measurement Values

X2.7.1 The uncertainty U_{Meas} in a hardness value measured by a user may be thought of as an indication of how well the measured value agrees with the "true" value of the hardness of the material.

X2.7.2 *Single Measurement Value*—When measurement uncertainty for a single hardness measurement value is to be determined, the contributions to the standard uncertainty u_{Meas} are (1) u_{Repeat} , the uncertainty due to the machine's lack of repeatability (Eq X2.6), (2) u_{Reprod} , the uncertainty contribution due to the lack of reproducibility (Eq X2.10), (3) u_{Resol} , the uncertainty due to the resolution of the hardness machine measurement display (Eq X2.11), and (4) u_{Mach} , the uncertainty in determining the "error" of the hardness machine (Eq X2.14). The combined standard uncertainty u_{Meas} is calculated by combining the appropriate uncertainty components described above for the applicable hardness level and Rockwell scale as:

$$u_{Meas} = \sqrt{u_{Repeat}^2 + u_{Reprod}^2 + u_{Resol}^2 + u_{Mach}^2} \quad (X2.15)$$

X2.7.3 *Average Measurement Value*—In the case that measurement uncertainty is to be determined for an average value of multiple hardness measurements, made either on the same test piece or multiple test pieces, the contributions to the standard uncertainty u_{Meas} are (1) u_{Repeat} , the uncertainty due to the machine's lack of repeatability based on the average of multiple measurements (Eq X2.8), (2) u_{Reprod} , the uncertainty contribution due to the lack of reproducibility (Eq X2.10), (3) u_{Resol} , the uncertainty due to the resolution of the hardness machine measurement display (Eq X2.11), and (4) u_{Mach} , the uncertainty in determining the "error" of the hardness machine (Eq X2.14). The combined standard uncertainty u_{Meas} is calculated by combining the appropriate uncertainty components described above for the applicable hardness level and Rockwell scale as:

$$u_{Meas} = \sqrt{u_{Repeat}^2 + u_{Reprod}^2 + u_{Resol}^2 + u_{Mach}^2} \quad (X2.16)$$

 E18 – 15

X2.7.4 The measurement uncertainty discussed above for the single and average hardness values only represents the uncertainties of the measurement process and are independent of any test material non-uniformity.

X2.7.5 *Average Measurement Value as an Estimate of the Average Material Hardness*—Measurement laboratories and manufacturing facilities often measure the Rockwell hardness of a test sample or product for the purpose of estimating the average hardness of the test material. Usually, multiple hardness measurements are made across the surface of the test piece, and then the average of the hardness values is reported as an estimation of the average hardness of the material. If it is desired to report the uncertainty as an indication of how well the average measurement value represents the true average hardness of the material, then the contributions to the standard uncertainty u_{Meas} are (1) $u_{Rep\& NU} (Material)$, the uncertainty due to the machine's lack of repeatability combined with the uncertainty due to the material's non-uniformity (Eq X2.9), which is determined from the hardness measurements made on the test material, (2) u_{Reprod} , the uncertainty contribution due to the lack of reproducibility (Eq X2.10), (3) u_{Resol} , the uncertainty due to the resolution of the hardness machine measurement display (Eq X2.11), and (4) u_{Mach} , the uncertainty in determining the "error" of the hardness machine (Eq X2.14). The notation *(Material)* is added to the term $u_{Rep\& NU}$ to clarify that the uncertainty is determined from measurements made on the material under test. The combined standard uncertainty u_{Meas} is calculated by combining the appropriate uncertainty components described above for the applicable hardness level and Rockwell scale as:

$$u_{Meas} = \sqrt{u_{Rep\& NU}^2 (Material) + u_{Reprod}^2 + u_{Resol}^2 + u_{Mach}^2} \quad (X2.17)$$

X2.7.6 When reporting uncertainty as an indication of how well the average measurement value represents the true average hardness of the material, it is important to assure that a sufficient number of measurements are made at the appropriate test locations to provide an appropriate sampling of any variations in the hardness of the material.

X2.7.7 The expanded uncertainty U_{Meas} is calculated for the three cases discussed above as:

$$U_{Meas} = k u_{Meas} + ABS(B) \quad (X2.18)$$

For this analysis, a coverage factor of $k = 2$ should be used. This coverage factor provides a confidence level of approximately 95 %.

X2.7.8 Reporting Measurement Uncertainty:

X2.7.8.1 *Single and Average Measurement Values*—When the reported measurement value is for a single hardness test or the average of multiple hardness tests, then the value of U_{Meas} should be supplemented with an explanatory statement such as, "The expanded measurement uncertainty of the reported hardness value (or average hardness value) is with respect to Rockwell hardness reference standards maintained at _____ [for example, NIST], and was calculated in accordance with Appendix X2 of ASTM E18 with a coverage factor of 2 representing a confidence level of approximately 95 %."

X2.7.8.2 *Average Measurement Value as an Estimate of the Average Material Hardness*—When it is desired to report the

uncertainty as an indication of how well the average measurement value represents the true average hardness of the material, then the value of U_{Meas} should be supplemented with an explanatory statement such as, "The expanded uncertainty of the reported average hardness of the material under test is based on uncertainty contributions from the measurement process and from the hardness non-uniformity of the material. The uncertainty is with respect to Rockwell hardness reference standards maintained at _____ [for example, NIST], and was calculated in accordance with Appendix X2 of ASTM E18 with a coverage factor of 2 representing a confidence level of approximately 95 %." If the test report does not state the number of measurements that were averaged and the locations that the measurements were made, then this information should also be included as part of the brief explanation of how the uncertainty was calculated.

X2.7.8.3 *Example X2.2*—For this example, a company tests its product by making six Rockwell hardness measurements across its surface as an estimate of the product hardness. The hardness machine has a dial display that is judged to have a reading resolution of 0.5 HRC. The values of the hardness measurements of the product were 33, 31.5, 31.5, 32, 31, 32.5, resulting in an average value of 31.92 HRC. The testing facility would like to determine the measurement uncertainty in the average hardness value. A hardness of 31.92 HRC is closest to the low range of the HRC scale (see Table A1.3). The last indirect verification of the low range of the HRC scale reported $U_{Mach} = 0.8$ HRC and an "error" of -0.3 HRC. Therefore:

$$u_{Rep\& NU} (Material) = \frac{STDEV(33, 31.5, 31.5, 32, 31, 32.5)}{\sqrt{6}} \text{ or}$$

$$u_{Rep\& NU} (Material) = 0.300 \text{ HRC}$$

For this example, assume the hardness machine has been monitored for an extended period of time, and from Eq X2.10, it was determined that $u_{Reprod} = 0.21$ HRC for the low range of the HRC scale. Other uncertainty contributions are calculated as:

$$u_{Resol} = \frac{0.5}{\sqrt{12}} = 0.144 \text{ HRC and}$$

$$u_{Mach} = \frac{0.8}{2} = 0.4 \text{ HRC, therefore}$$

$$u_{Meas} = \sqrt{0.300^2 + 0.21^2 + 0.144^2 + 0.4^2} = 0.561 \text{ HRC}$$

and since $B = -0.3$ HRC, $U_{Meas} = (2 \times 0.561) + ABS(-0.3)$, or $U_{Meas} = 1.42$ HRC for the average value of the hardness measurements made on the single product item.

X2.8 Procedure for Calculating Uncertainty: Certified Value of Standardized Test Blocks

X2.8.1 Standardizing laboratories engaged in the calibration of reference test blocks must determine the uncertainty in the reported certified value. This uncertainty UCert provides an indication of how well the certified value would agree with the "true" average hardness of the test block.

X2.8.2 Test blocks are certified as having an average hardness value based on calibration measurements made across the surface of the test block. This analysis is essentially identical to the analysis given in 5.3.1 for measuring the

 E18 – 15

average hardness of a product. In this case, the product is a calibrated reference test block. The contributions to the standard uncertainty u_{Cert} of the certified average value of the test block are (1) $u_{Rep\&NU}$ (*Calib. Block*), the uncertainty due to the standardizing machine's lack of repeatability combined with the uncertainty due to the calibrated block's non-uniformity (Eq X2.9), which is determined from the calibration measurements made on the test block, (2) u_{Reprod} , the uncertainty contribution due to the lack of reproducibility (Eq X2.10), (3) u_{Resol} , the uncertainty due to the resolution of the standardizing machine's measurement display (Eq X2.11), and (4) u_{Mach} , the uncertainty in determining the "error" of the standardizing machine (Eq X2.14). The notation (*Calib. Block*) is added to the term $u_{Rep\&NU}$ to clarify that the uncertainty is determined from calibration measurements made on the calibrated block.

X2.8.3 The combined standard uncertainty u_{Cert} and the expanded uncertainty U_{Cert} are calculated by combining the appropriate uncertainty components described above for each hardness level of each Rockwell scale as:

$$u_{Cert} = \sqrt{u_{Rep\&NU}^2(\text{Calib. Block}) + u_{Reprod}^2 + u_{Resol}^2 + u_{Mach}^2} \quad (\text{X2.19})$$

and

$$U_{Cert} = k u_{Cert} + ABS(B) \quad (\text{X2.20})$$

X2.8.4 For this analysis, a coverage factor of $k = 2$ should be used. This coverage factor provides a confidence level of approximately 95 %.

X2.8.5 *Reporting the Measurement Uncertainty*—The value of U_{Cert} is an estimate of the uncertainty in the reported certified average hardness value of a reference test block. The reported value should be supplemented with a statement defining to what Rockwell scale and hardness level the uncertainty is applicable, with an explanatory statement such as, "The expanded uncertainty in the certified value of the test block is with respect to Rockwell hardness reference standards

maintained at _____ [for example, NIST], and was calculated in accordance with Appendix X2 of ASTM E18 with a coverage factor of 2 representing a confidence level of approximately 95 %."

X2.8.6 *Example X2.3*— A secondary level test-block standardizing laboratory has completed the calibration of a test block in the hardness range of 40 HRC. The values of the calibration measurements of the block were 40.61, 40.72, 40.65, 40.61, and 40.55 HRC, resulting in an average value of 40.63 HRC and an E18 repeatability range of 0.17 HRC. The laboratory must determine the uncertainty in the certified average hardness value of the block. A hardness of 40 HRC is considered within the mid-range of the HRC scale (see Table A1.3). The last indirect verification of the mid range of the HRC scale reported $U_{Mach} = 0.16$ HRC and an "error" of +0.11 HRC. The standardizing machine has a digital display with a resolution of 0.01 HRC. Therefore:

$$u_{Rep\&NU}(\text{Calib. Block}) = \frac{STDEV(40.61, 40.72, 40.65, 40.61, 40.55)}{\sqrt{5}} \text{ or} \\ u_{Rep\&NU}(\text{Calib. Block}) = 0.028 \text{ HRC}$$

For this example, let's assume that the standardizing machine has been monitored for an extended period of time, and from Eq X2.10, it was determined that $u_{Reprod} = 0.125$ HRC for the mid range of the HRC scale. Other uncertainty contributions are calculated as:

$$u_{Resol} = \frac{0.01}{\sqrt{12}} = 0.003 \text{ HRC and} \\ u_{Mach} = \frac{0.16}{2} = 0.08 \text{ HRC therefore,} \\ u_{Cert} = \sqrt{0.028^2 + 0.125^2 + 0.003^2 + 0.08^2} = 0.151 \text{ HRC}$$

and, since $B = +0.11$ HRC, $U_{Cert} = (2 \times 0.151) + ABS(+0.11)$, or $U_{Cert} = 0.41$ HRC for the certified hardness value of the single calibrated test block.

SUMMARY OF CHANGES

Committee E28 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (E18–14a) that may impact the use of this standard. (Approved February 1, 2015.)

(1) A1.5.3.4 was revised.

Committee E28 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (E18–14) that may impact the use of this standard. (Approved Oct. 1, 2014.)

(1) A3.9.1.6 was revised.

(2) A3.9.3.6 was revised.

Committee E28 has identified the location of selected changes to this standard since the last issue (E18–12) that may impact the use of this standard. (Approved Jan. 1, 2014.)

(1) A3.4.5.1 was revised.

(3) A3.5.3.2 was revised.

(2) A3.4.5.4 was revised.

(4) A3.5.3.7 was revised.

**E18 – 15**

- (5) A3.8.2 was added.
- (6) A3.8.3 was added.
- (7) A3.9.1.6 was added.

- (8) A3.9.3.6 was added.
- (9) New Table A3.4 was added.
- (10) New Table A3.7 was added.

ASTM International takes no position respecting the validity of any patent rights asserted in connection with any item mentioned in this standard. Users of this standard are expressly advised that determination of the validity of any such patent rights, and the risk of infringement of such rights, are entirely their own responsibility.

This standard is subject to revision at any time by the responsible technical committee and must be reviewed every five years and if not revised, either reapproved or withdrawn. Your comments are invited either for revision of this standard or for additional standards and should be addressed to ASTM International Headquarters. Your comments will receive careful consideration at a meeting of the responsible technical committee, which you may attend. If you feel that your comments have not received a fair hearing you should make your views known to the ASTM Committee on Standards, at the address shown below.

This standard is copyrighted by ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959, United States. Individual reprints (single or multiple copies) of this standard may be obtained by contacting ASTM at the above address or at 610-832-9585 (phone), 610-832-9555 (fax), or service@astm.org (e-mail); or through the ASTM website (www.astm.org). Permission rights to photocopy the standard may also be secured from the Copyright Clearance Center, 222 Rosewood Drive, Danvers, MA 01923, Tel: (978) 646-2600; <http://www.copyright.com/>

ANEXO IV

Resultado del ensayo destructivo de tracción



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA
MECÁNICA



LABORATORIO DE ANÁLISIS
DE ESFUERZOS Y VIBRACIONES

F01-PE-LAEV-01 Rev.01

INFORME TÉCNICO

LAEV – M23.054

Quito, 9 de mayo de 2023

Solicitado por: UNIVERSIDAD TÉCNICA DEL NORTE
Persona de contacto: Luis Cahuasqui
Teléfono: 0979836072
Correo: lhcahuasqui@utn.edu.ec
Fecha de recepción: 04/05/2023
Fecha de ejecución: 08/05/2023

ORDEN DE TRABAJO N°: DM-OT0072-2023

1. **MUESTRAS:** Nueva (9) probetas circulares para ensayo de tracción.

2. **GENERALIDADES E IDENTIFICACION DE LAS MUESTRAS:**

Según información proporcionada por el cliente:

Proyecto de investigación: ESTUDIO DE LA ADICIÓN DE NANOTUBOS DE CARBONO EN FUNDICIÓN DE HIERRO

Detalle de las muestras a ensayar:

- P = material puro (AGG-20)
- 1= material puro con 1% de nanotubos de carbono.
- 0.5 = material puro con 0.5% de nanotubos de carbono.

En la tabla 1 se muestra la identificación de las muestras a ser ensayadas:

Tabla 1. Identificación de las muestras.

Id. cliente	Id. del LAEV
Grupo P (3 probetas)	M23.054.01 - M23.054.03
Grupo 1 (3 probetas)	M23.054.04 - M23.054.06
Grupo 0.5 (3 probetas)	M23.054.07 - M23.054.09

3. CONDICIONES AMBIENTALES:

Temperatura: $25,2 \pm 1,1$ °C

Humedad relativa: $38,5 \pm 4,0$ %

4. ENSAYO DE TRACCIÓN

En las tablas 2, 3 y 4 se presentan los resultados de los ensayos de tracción realizados.

Tabla 2. Resultados del ensayo de tracción Grupo P.

Id.	Diámetro promedio	Carga máxima registrada		Resistencia a la tracción	
	mm	lbf	N	ksi	MPa
M23.054.01	12,73	5 511	24 515	27,9	192,6
M23.054.02	12,81	5 569	24 772	27,9	192,2
M23.054.03	12,79	5 027	22 361	25,2	174,0

Tabla 3. Resultados del ensayo de tracción Grupo 1.

Id.	Diámetro promedio	Carga máxima registrada		Resistencia a la tracción	
	mm	lbf	N	ksi	MPa
M23.054.04	12,78	3 560	15 836	17,9	123,4
M23.054.05	12,77	3 459	15 386	17,4	120,1
M23.054.06	12,80	2 623	11 668	13,2	90,7

Tabla 4. Resultados del ensayo de tracción Grupo 0.5.

Id.	Diámetro promedio	Carga máxima registrada		Resistencia a la tracción	
	mm	lbf	N	ksi	MPa
M23.054.07	12,78	3 755	16 702	18,9	130,2
M23.054.08	12,77	4 093	18 205	20,6	142,1
M23.054.09	12,78	4 072	18 112	20,5	141,2

En el anexo se presentan fotografías del ensayo.

Nota.- Los resultados contenidos en el presente informe corresponden únicamente a las muestras ensayadas por el Laboratorio de Análisis de Esfuerzos y Vibraciones (LAEV). Además, los valores de fuerza que se emiten en el presente documento corresponden a valores corregidos en función del último certificado de calibración del equipo de fuerza y no se ha utilizado el valor de la incertidumbre.

	REVISADO POR:	APROBADO POR:
Firma:	 <p>Firmado digitalmente por JONATHAN FERNANDO CASTRO REVELO</p>	<p>WILSON IVAN GUACHAMIN ACERO</p> <p>Firmado digitalmente por WILSON IVAN GUACHAMIN ACERO Fecha: 2023.05.09 19:33:49 -05'00'</p>
Nombre:	Ing. Jonathan Castro. M.Sc.	PhD. Wilson Guachamín
Cargo:	ESPECIALISTA DE LABORATORIO	JEFE
LABORATORIO DE ANALISIS DE ESFUERZOS Y VIBRACIONES		

ANEXO



Fotografía 1. Montaje de la muestra M23.054.01 en la máquina universal de ensayos.



Fotografía 2. Muestras (Grupo P) después del ensayo de tracción.



Fotografía 3. Montaje de la muestra M23.054.04 en la máquina universal de ensayos.



Fotografía 4. Muestras (Grupo 1) después del ensayo de tracción.



Fotografía 5. Montaje de la muestra M23.054.07 en la máquina universal de ensayos.



Fotografía 6. Muestras (Grupo 0.5) después del ensayo de tracción.

ANEXO V

Resultado del ensayo metalográfico de mapeo de durezas

	ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL Laboratorio de Metalografía Desgaste y Falla (LMDF)	Revisión: 000	
		Fecha: 09/09/2019	
	INFORME DE RESULTADOS	Página: Pág. 1 de 4	
	N° P0596-23	RT-LMDF-0701	

INFORME DE RESULTADOS N° P0594-23

Información General

Cliente / Empresa/ Entidad:	Luis Héctor Cahuasquí Montaluisa		
Persona de contacto:	Luis Héctor Cahuasquí Montaluisa		
Teléfono: 0979836072	E-mail:	lhcahuasquim@utn.edu.ec	
Muestras suministradas por:	Luis Cahuasquí	Fecha de recepción de muestra:	22/05/2023
Fecha de emisión de Informe:	07/06/2023	Fecha/ plan y método de muestreo:	N/A
Fecha de inicio de ensayo:	22/05/2023	Fecha de fin de ensayo:	07/06/2023

1. ANTECEDENTES.

Se recibe en el Laboratorio de Metalografía, Desgaste y Falla, de la Escuela Politécnica Nacional, unas muestras de ensayo, según especificaciones del cliente perteneciente a fundición de hierro con nanotubos de carbono multicapa, se solicita realizar la medición de dureza de dichas muestras. Ver Fotografía N° 1.

2. IDENTIFICACIÓN DEL ELEMENTO SUMINISTRADO.

El elemento entregado en el laboratorio se identifica de la siguiente manera. Tabla 1:

Tabla 1. Identificación del elemento entregado al laboratorio.

Ítem	Codificación LMDF	Cantidad	Lote/ Codificación del cliente	Descripción del ítem/ observaciones
1	23-045-A	1	Muestra 1	Elemento de sección rectangular de aproximadamente 29,95 mm X 26,85 mm y altura de 19,60 mm, Ver Fotografía N°1.

	ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL Laboratorio de Metalografía Desgaste y Falla (LMDF)	Revisión: 000	
		Fecha: 09/09/2019	
	Página: Pág. 2 de 4		
	INFORME DE RESULTADOS N° P0596-23		

2	23-045-B	1	Muestra 2	Elemento de sección rectangular, de geometría variable, de aproximadamente 26,05 mm X 27,90 mm y altura de 20,2 mm, Ver Fotografía N°1.
3	23-045-C	1	Muestra 3	Elemento de sección rectangular, de geometría variable, de aproximadamente 25,35 mm X 31,35 mm y altura de 20,9 mm, Ver Fotografía N°1.

3. MAPEO DE DUREZAS

El mapeo de durezas se lo realizó en sentido transversal de cada una de las muestras 23-045, en base a la Norma ASTM E18-22, tal como se observa en la Figura N° 1, obteniendo los resultados que se muestran en la tabla N° 2.

Elemento 23-045

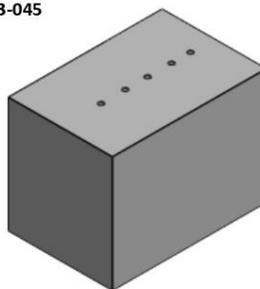


Figura N° 1 Bosquejo de lugar de medición para ensayo de dureza

Tabla N° 2. Valores de dureza obtenidos.

Muestra	Durezas					
	Escala	1	2	3	4	5
23-045-A	HRBW	79,0	80,1	78,0	81,1	80,5
	HB	143,9	147,2	133,0	150,2	148,4

	ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL Laboratorio de Metalografía Desgaste y Falla (LMDF)	Revisión: 000	
		Fecha: 09/09/2019	
	INFORME DE RESULTADOS	Página: Pág. 3 de 4	
	N° P0596-23	RT-LMDF-0701	

23-045-B	HRBW	89,8	86,8	87,8	89,8	87,3
	HB	182,4	169,8	174,0	182,4	171,9
23-045-C	HRBW	83,3	82,4	85,4	84,7	84,5
	HB	156,9	154,2	163,8	161,1	160,5

DECLARATORIA:

- Los resultados de este informe, se aplican al objeto de ensayo como se recibió y son exclusivos del mismo.
- Este informe de resultados no debe ser reproducido parcialmente, excepto cuando se reproduzca en su totalidad y con aprobación escrita del LMDF.
- Los ensayos solicitados se han realizado en las instalaciones del LMDF.

Atentamente:

Informe

Elaborado por:



Ing. Patricia Proaño
Especialista del Laboratorio de Metalografía,
Desgaste y Falla.

Revisado por:



Ing. Carlos Díaz
Jefe del Laboratorio de Metalografía,
Desgaste y Falla.

Nota: Se anexa 1 fotografía y los resultados obtenidos en el equipo (Durómetro Universal).

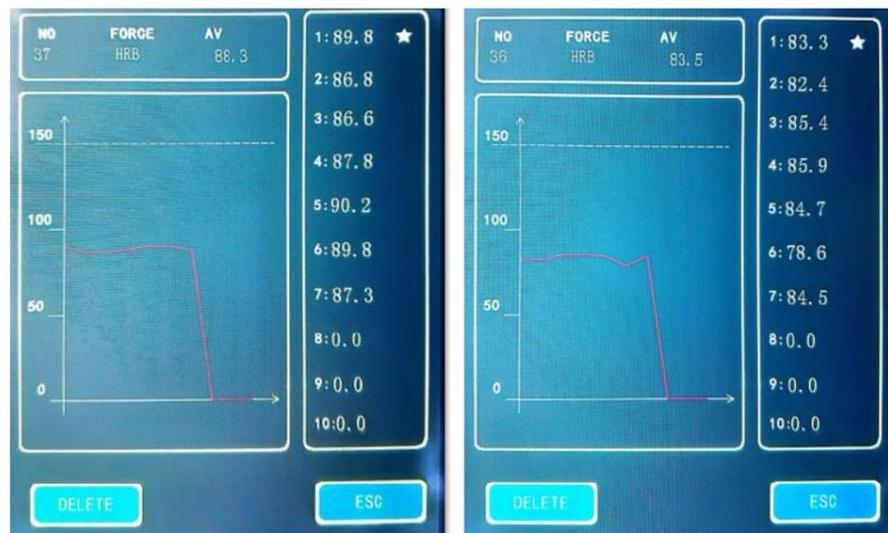
	ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL Laboratorio de Metalografía Desgaste y Falla (LMDF)	Revisión: 000	
		Fecha: 09/09/2019	
	Página: Pág. 4 de 4		
	INFORME DE RESULTADOS	RT-LMDF-0701	
	N° P0596-23		

ANEXOS



Fotografía N° 1. Elementos 23-045, entregados en el Laboratorio de Metalografía, Desgaste y Falla para análisis.

Resultados obtenidos en el equipo Durómetro Universal Novotest



ANEXO VI

Resultado del ensayo de espectrometría de emisión por chispa



**ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA**



Resultados de análisis por Espectrometría de Chispa

Solicitante : Luis Héctor Cahuasquí
No. Referencia : ST - 8567
Fecha : 08/05/2023
Muestras recibidas : Tres fundiciones de hierro con nanotubos de carbono (P, 1, 0,5)

La cuantificación de los metales presentes en la muestra se realizó empleando el Espectrómetro de Chispa marca BRUKER modelo Q4TASMAN y se reportan los datos con tres cifras decimales por pedido del cliente. A continuación, los resultados obtenidos:

Metales	P (%)	0,5 (%)	1 (%)
Carbono (C)	4,394	4,200	4,366
Silicio (Si)	1,824	1,823	1,857
Manganeso (Mn)	0,501	0,539	0,532
Fósforo (P)	0,002	0,005	0,006
Azufre (S)	0,032	0,041	0,051
Cromo (Cr)	0,219	0,235	0,201
Molibdeno (Mo)	0,031	0,015	0,013
Níquel (Ni)	0,085	0,048	0,047
Cobre (Cu)	0,235	0,229	0,212
Cerio (Ce)	0,152	0,150	0,147
Estaño (Sn)	0,025	0,020	0,018
Titanio (Ti)	0,021	0,020	0,020
Vanadio (V)	0,013	0,010	0,010
Hierro (Fe)	92,38	92,59	92,44



Ing. Diana Endara D. PhD.
Jefe de Departamento



MSc. Evelyn Criollo T.
Jefe de Laboratorio



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA



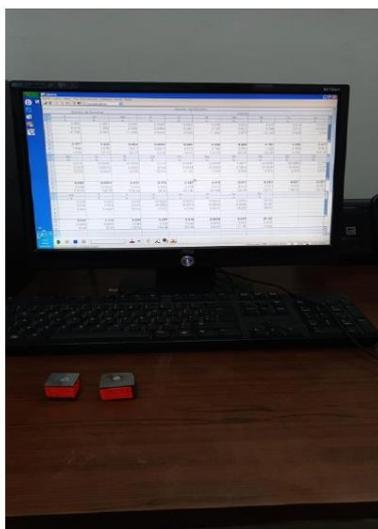
Análisis por Espectrometría de Chispa

Anexos:





ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
DEPARTAMENTO DE METALURGIA EXTRACTIVA



ANEXO VII

Resultado del ensayo de microscopía SEM y XRD

	Informe de ensayos de caracterización de materiales	
---	--	---

Datos generales del cliente	
Nombre	Luis Héctor Cahuasquí Montaluísa
Correo	lhcahuasquim@utn.edu.ec
Teléfono	0979836072
RUC	1004435457
Fecha	31-05-2023
Dirección	Calle Ernesto Guevara

1. Objetivo

El objetivo del presente informe es presentar los resultados de los ensayos de materiales de aceros de alto carbono (fundiciones) caracterizados por difracción de rayos x (XRD) y microscopía electrónica de barrido (SEM).

2. Técnicas experimentales**Ensayos de materiales acero de alto carbono por difracción de rayos x, XRD**

Este método es muy utilizado para estudiar las fases cristalinas que se pueden determinar de diferentes materiales, tales como: cerámicos, metales y polímeros semicristalinos. Debido al caso expuesto se utilizó un difractómetro de rayos X, modelo X'Pert Pro, marca PANalytical.

Las condiciones de operación fueron de 45 kV y 30 mA, con un paso de 0.05°, 20 segundos de tiempo de escaneo por paso, con apertura de 1/4 mm en el incidente y máscara de 10 mm, entre los ángulos 5°-90° (2 θ).

Ensayos de acero de alta carbono por Microscopía Electrónica, SEM

Este método es muy utilizado para estudiar la morfología de diferentes materiales, debido a esto se utilizó un microscopio electrónico de barrido marca FEI, modelo Inspec S50. Los parámetros operativos del equipo fueron los siguientes:

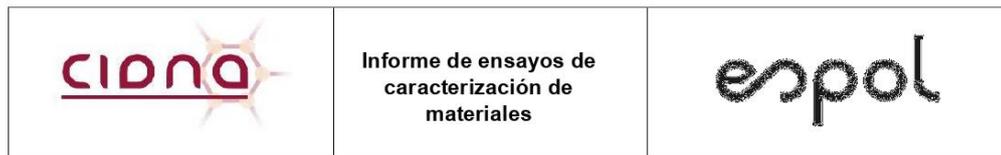
Tabla 1. Parámetros del ensayo

Modo de Atmosfera	Voltaje	Spot	Detector
Alta vacío	15.5-25.0	3.5	Imágenes con electrones retrodispersados y composición empleando un detector BSED (Back Scattering Electron Detector).

3. Materiales

Cantidad	Detalle
3	ensayo de material de acero de alto carbono por difracción de rayos x (XRD) y microscopía electrónica de barrido (SEM)

* Los parámetros seleccionados y equipos utilizados para los ensayos solicitados son previamente acordado con los clientes.
* Los resultados obtenidos en este informe se refieren únicamente a los objetos ensayados.



4. Resultados

En el siguiente ítem se presenta los datos obtenidos de los ensayos realizados:

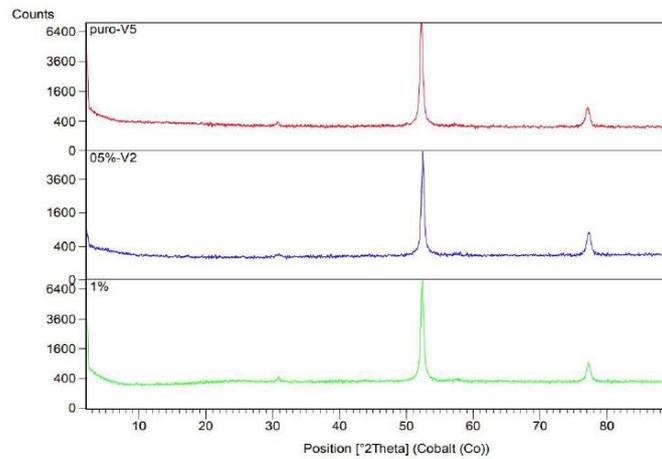


Figura 1. Difractograma de las muestras de acero de alto carbono

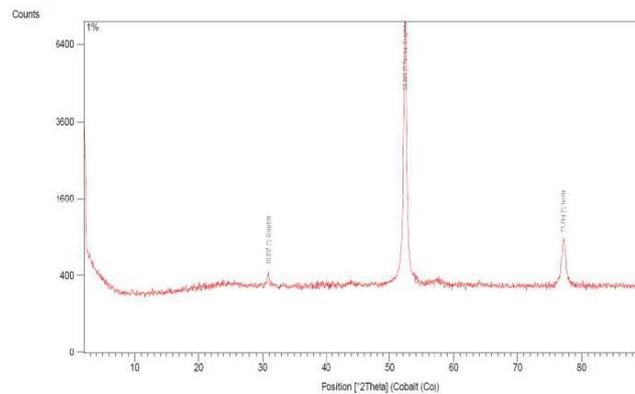
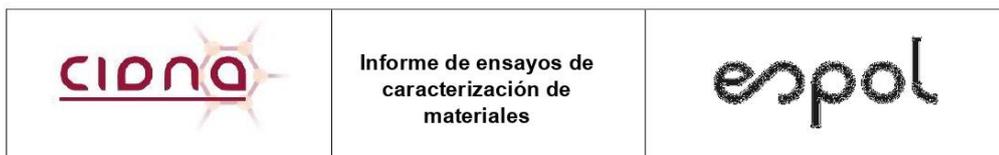
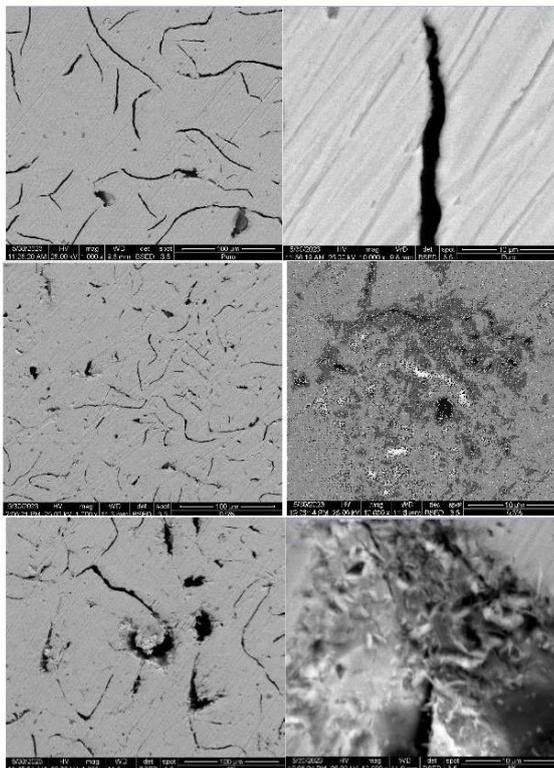


Figura 2. Difractograma cualitativo de las muestras de acero de alto carbono

- * Los parámetros seleccionados y equipos utilizados para los ensayos solicitados son previamente acordado con los clientes.
- * Los resultados obtenidos en este informe se refieren únicamente a los objetos ensayados.


Tabla 2. Detalle de las fases cristalinas de la muestra 23-9103

Ref. Code	Score	Compound Name	Scale Factor	Chemical Formula
00-006-0696	70	ferite	0,971	Fe
00-012-0212	13	Graphite	0,041	C


Figura 3. Micrografías de las muestras de acero de alto carbono


FORMA AUTENTICACIONE PDF
JULIO ALBERTO
CACERES ZAMBRANO

Elaborado por: **Julio Cáceres Zambrano, MSc.**
Analista-CIDNA



FORMA AUTENTICACIONE PDF
ARMANDO FREDY
ADRIANO MACAS

Revisado por: **Armando Adriano Macas, MSc.**
Administrador-CIDNA

* Los parámetros seleccionados y equipos utilizados para los ensayos solicitados son previamente acordado con los clientes.
* Los resultados obtenidos en este informe se refieren únicamente a los objetos ensayados.