



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUIMICA

**CARACTERIZACIÓN DE LA EXTRACCIÓN DE
CALOR DURANTE EL TEMPLE DE PROBETAS
DE ACERO CON TRANSFORMACIÓN DE FASE**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO

P R E S E N T A:

MAYRA MURILLO GARCÍA



MEXICO, D.F.

2014



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

Jurado asignado:

Presidente: Prof. JOSÉ BERNARDO HERNÁNDEZ MORALES

Vocal: Prof. SERGIO GARCÍA GALAN

Secretario: Prof. ARTURO ALEJANDRO SÁNCHEZ SANTIAGO

1er Suplente: Prof. BALBINA OJEDA RAMÍREZ

2do Suplente: Prof. SONIA LUCIA ELENA LÓPEZ MALDONADO

Sitio donde se desarrolló el tema:

Departamento de Ingeniería Metalúrgica

Facultad de Química, U.N.A.M.

Edificio D, Laboratorio 005.

Asesor del tema:

Dr. José Bernardo Hernández Morales

Sustentante:

Murillo García Mayra

Contenido

Resumen	1
1 Introducción.....	3
1.1 Marco de trabajo	3
1.2 Justificación	4
1.3 Hipótesis.....	4
1.4 Objetivo.....	4
1.5 Metas	5
2 Antecedentes	6
2.1 Tratamientos térmicos de los aceros	6
2.2 Transformaciones de fase	7
2.2.1 Martensita	8
2.2.2 Bainita	9
2.3 Tratamiento térmico de temple	11
2.4 Medios de temple	12
2.5 Mecanismos de transferencia de calor durante el temple.....	13
2.6 Métodos de caracterización de medios de temple	15
2.6.1 Curvas de enfriamiento.....	16
2.7 Lecho Fluidizado.....	17
2.7.1 Comportamiento general del lecho fluidizado	18
2.7.2 Velocidad de fluidización mínima	19
2.7.3 Número de fluidización	20
2.7.4 Transferencia de calor en un lecho fluidizado	21
2.8 Modelación matemática del temple	23
2.8.1 Problema directo de conducción de calor (DHCP).....	25
2.8.2 Problema inverso de conducción de calor (IHCP)	26
2.8.3 Algoritmo IHCP[20].....	27
2.8.4 Modelo de la transformación de fase.....	29
3 Procedimiento experimental	32

3.1	Dispositivo experimental	32
3.2	Metodología experimental.....	34
4	Resultados y discusión.....	37
4.1	Curvas de enfriamiento experimentales	37
4.2	Rapidez de enfriamiento local.....	44
4.3	Estimción de la condición de calor de frontera térmica	50
4.3.1	Sin transformación de fase.....	50
4.3.2	Con transformación de fase	58
4.4	Validación	64
4.5	Evaluación de la transformación de fase	66
4.6	Coeficiente de transferencia de calor y número de Biot.....	70
5	Conclusiones	73
6	Referencias bibliográficas	74
	Apéndice A	77
	Apéndice B	79

Índice de figuras

Figura 2.1 (a) Martensita en listones en acero de bajo carbono (X 80). (b) Martensita en placas en acero de alto carbono (X 400) [6].	9
Figura 2.2 (a) Bainita superior de un acero eutectoide obtenida por transformación isotérmica a 520 °C; (b) bainita inferior de un acero eutectoide obtenida por transformación isotérmica a 275 °C [4].	11
Figura 2.3 Etapas del enfriamiento durante el temple [8].	15
Figura 2.4 (a) Curva de enfriamiento; (b) curva de rapidez de enfriamiento [9].	17
Figura 2.5 Diversos tipos de contacto en lechos de partículas [14].	19
Figura 2.6 Caída de presión contra velocidad superficial en un lecho fluidizado [14].	20
Figura 2.7 Campos y relaciones físicas para la simulación de los tratamientos térmicos [17].	24
Figura 3.1 Representación esquemática del dispositivo experimental: 1)compresora, 2) rotámetro, 3) reactor de LF, 4) horno, 5) probeta.	33
Figura 3.2 Fotografía del dispositivo experimental utilizado en este estudio.	33
Figura 3.3 Geometría y dimensiones de la probeta fabricada de acero AISI 4140 (corte longitudinal): a) termopar para validación; b) termopares para estimación de la condición de frontera térmica.	34
Figura 3.4 Distribución de los termopares (vista superior).	35
Figura 4.1 Curvas de enfriamiento en tres posiciones diferentes de profundidad (termopares cercanos a la superficie), con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).	38
Figura 4.2 Curvas de enfriamiento en la subsuperficie (TC2) de 3 pruebas independientes, con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).	39
Figura 4.3 Curva de enfriamiento en la subsuperficie (TC2), con un flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$).	40
Figura 4.4 Curva de enfriamiento en la subsuperficie (TC2), con un flujo de aire de 78 LPM ($N_f=1.4$).	41
Figura 4.5 Curva de enfriamiento en la subsuperficie (TC2), con un flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).	42
Figura 4.6 Diagrama CCT para el acero AISI 4140 [11].	43
Figura 4.7 Rapidez de enfriamiento local vs. tiempo (experimental) en la subsuperficie (TC2), con un flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).	44

Figura 4.8 Rapidez de enfriamiento local vs. tiempo (experimental) en la subsuperficie (TC2) para: a) flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$); b) flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).	45
Figura 4.9 Rapidez de enfriamiento local vs. tiempo (experimental) en la subsuperficie (TC2) , para los tres valores de número de fluidización.	46
Figura 4.10 Rapidez de enfriamiento local vs. temperatura local (experimental) en la subsuperficie (TC2), con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).	47
Figura 4.11 Rapidez de enfriamiento local vs. temperatura local (experimental) en la subsuperficie (TC2) para: a) flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$); b) flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).	48
Figura 4.12 Rapidez de enfriamiento local vs. temperatura local (experimental) en la subsuperficie (TC2), para los tres valores de número de fluidización.	49
Figura 4.13 Flux de calor en la superficie vs. tiempo (estimado con WinProbe) con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).	52
Figura 4.14 Flux de calor en la superficie vs. tiempo (estimado con WinProbe) para: a) flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$); b) flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).	53
Figura 4.15 Flux de calor en la superficie vs. tiempo (estimados con WinProbe), para los tres valores de número de fluidización.....	54
Figura 4.16 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie (estimado con WinProbe) con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).	55
Figura 4.17 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie (estimados con WinProbe), para los tres valores de número de fluidización.	57
Figura 4.18 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie (incluyendo la transformación), con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$). 58	
Figura 4.19 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie (incluyendo la transformación) para: a) flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$); b) flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).	59
Figura 4.20 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie (incluyendo la transformación), para los tres valores de número de fluidización.	60
Figura 4.21 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie, con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).	61
Figura 4.22 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie, con un flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$).	62
Figura 4.23 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie, con un flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).	62

Figura 4.24 Curvas de enfriamiento en el centro geométrico de la probeta (TC1), con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).	64
Figura 4.25 Curvas de enfriamiento en el centro geométrico de la probeta (TC1), con un flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$).	65
Figura 4.26 Curvas de enfriamiento en el centro geométrico de la probeta (TC1), con un flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).	65
Figura 4.27 Evolución de la fracción transformada en la superficie y del flux de calor en la superficie, para un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).	67
Figura 4.28 Microestructura (nominalmente a 1500x) en el centro de la probeta templada con número de fluidización 1.8.	67
Figura 4.29 Evolución de la fracción transformada en la superficie y del flux de calor en la superficie, para un flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$).	68
Figura 4.30 Microestructura (nominalmente a 1500x) en el centro de la probeta templada con número de fluidización 1.0.	68
Figura 4.31 Evolución de la fracción transformada en la superficie y del flux de calor en la superficie, para un flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).	69
Figura 4.32 Microestructura (nominalmente a 1500x) en el centro de la probeta templada con número de fluidización 1.1.	69
Figura 4.33 Coeficiente de transferencia de calor vs temperatura en la superficie (estimados con los valores calculados con WinProbe), con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).	71
Figura 4.34 Número de Biot vs temperatura en la superficie (estimada con WinProbe), con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).	72

Índice de tablas

Tabla 3.1 Condiciones experimentales.	36
Tabla 4.1 Puntos críticos para los tres valores de número de fluidización. ...	63

Lista de símbolos

Símbolo	Cantidad	Unidades
N_f	Número de fluidización	—
v	Velocidad superficial del gas	ms^{-1}
v_{mf}	Velocidad superficial del gas para fluidización mínima	ms^{-1}
Q	Flujo volumétrico	<i>LPM</i>
Q_{mf}	Flujo volumétrico para fluidización mínima	<i>LPM</i>
T	Temperatura calculada	°C
t	Tiempo	<i>s</i>
ρ	Densidad	$kg\ m^{-3}$
k	Conductividad térmica	$Wm^{-1}K^{-1}$
C_p	Capacidad calorífica a presión constante	$Jkg^{-1}K^{-1}$
q	<i>Flux</i> de calor en la superficie	Wm^{-2}
r	Número de tiempos futuros	—
S	Función de números cuadrados	°C ²
X	Coefficiente de sensibilidad	°CW ⁻¹ m ²
Y	Temperatura medida	°C
Δt	Delta tiempo	<i>s</i>
j	Índice de sensor	—
\wedge	Denota una cantidad estimada	—
X^i	Fracción transformada	—

Resumen

El proceso de temple de materiales metálicos tiene como objetivo el modificar la microestructura para así obtener las propiedades mecánicas deseadas. Tradicionalmente, los procesos de temple de acero se han diseñado con –entre otras técnicas- el análisis de curvas de enfriamiento con probetas pequeñas, de materiales que no transforman durante el temple (acero austenítico, Inconel, plata, cobre, entre otros).

El objetivo de esta investigación es analizar las curvas de enfriamiento obtenidas con probetas de un acero que sí presenta transformaciones de fase durante el enfriamiento, para generar información más cercana a las condiciones de operación de la planta.

Aún, cuando los procesos de temple se practican cotidianamente en la industria de tratamientos térmicos de manera empírica, es deseable poder simularlos computacionalmente. Para esto es indispensable conocer las condiciones de frontera térmica con precisión; es por eso que también uno de los objetivos particulares de este trabajo es estimar la condición de frontera térmica.

Se analizaron curvas de enfriamiento obtenidas con probetas cilíndricas (fabricadas con acero AISI 4140) de punta cónica instrumentadas con termopares y templadas en un reactor de lecho fluidizado alúmina-aire, estudiando tres valores de número de fluidización para producir diversas transformaciones de austenita.

La respuesta térmica medida por el termopar cercano a la superficie de la probeta se alimentó a dos programas de cómputo: 1) *WinProbe* (no incluye transformación de fase), 2) *TmmFE (Thermal mechanical*

and metallurgical Finite Elements), (incluye la transformación de fase) que resuelven el problema inverso de conducción de calor, para estimar la historia de *flux* de calor en la superficie de la probeta.

Para la validación de las estimaciones se comparará la respuesta térmica asociada con la estimación del *flux* de calor con la curva de enfriamiento medida con un termopar que se encuentra en el centro geométrico de la probeta. Dado que ambas curvas son muy parecidas, puede concluirse que el algoritmo de solución y su implementación en computadora son válidos.

1 Introducción

En este primer capítulo se presentan algunos aspectos importantes que permiten familiarizar al lector con el contenido de este trabajo; también se presentan: la justificación, la hipótesis, el objetivo y las metas consideradas para esta investigación.

1.1 Marco de trabajo

Si bien los tratamientos térmicos han sido aplicados desde tiempo inmemorial, no es sino hasta recientemente que el diseño y la optimización de los mismos se ha realizado con herramientas ingenieriles. Esto se debe a que es difícil desarrollar modelos matemáticos para simular tratamientos térmicos, debido a la interacción entre diversos campos (térmico, microestructural y de desplazamiento), a la variación de las propiedades termofísicas (con la temperatura y con la distribución de fases) y a las complejas condiciones de frontera térmica. Este trabajo se centra en éste último aspecto, clave para la correcta modelación matemática de procesos de temple. El trabajo está acotado a un sistema bien controlado que asegura flujo de calor esencialmente uni-dimensional y condiciones de extracción de calor "suaves" dado que se busca validar el aspecto del acoplamiento entre los campos térmico y microestructural en la solución del problema inverso de conducción de calor para el caso de probetas de escala laboratorio.

1.2 Justificación

Aunque los estándares existentes para experimentos a escala laboratorio que involucran análisis de curvas de enfriamiento utilizan probetas fabricadas con materiales que no transforman (acero inoxidable, Inconel, plata) es conveniente utilizar el acero específico para una aplicación dada; esto involucra la presencia de transformaciones de fase a partir de la austenita. Entonces, es indispensable validar metodologías numéricas que se han desarrollado para la estimación de la condición de frontera térmica en probetas que presentan transformación de fase.

1.3 Hipótesis

Es posible analizar curvas de enfriamiento obtenidas durante el temple de probetas fabricadas con aceros que sí presentan transformación de fase durante el enfriamiento, para estimar la condición de frontera térmica.

1.4 Objetivo

El presente trabajo tiene como objetivo producir respuestas térmicas asociadas con transformaciones microestructurales durante el temple de probetas fabricadas de acero AISI 4140 y templadas en un dispositivo de escala laboratorio para, posteriormente, analizar las respuestas térmicas y estimar la condición de frontera térmica durante el temple.

1.5 Metas

- i. Medir curvas de enfriamiento durante el temple (en un reactor de lecho fluidizado) de probetas cilíndricas de acero AISI 4140
- ii. Producir gráficas de historia de rapidez de enfriamiento local
- iii. Producir gráficas de rapidez de enfriamiento local como función de la temperatura local
- iv. Estimar la condición de frontera térmica durante el enfriamiento mediante la solución al problema inverso de conducción de calor (*IHCP*, por sus siglas en inglés).
- v. Medir la dureza final y caracterizar a la microestructura final
- vi. Validar los resultados de la solución del *IHCP*

2 Antecedentes

En la primera sección de este capítulo se abordan algunos aspectos generales de los tratamientos térmicos, específicamente del tratamiento de temple. Más adelante se presentan algunos conceptos acerca del comportamiento de un lecho fluidizado, así como un apartado dedicado a la aplicación de la solución al problema inverso de conducción de calor (*IHCP*, por sus siglas en inglés).

2.1 Tratamientos térmicos de los aceros

Una gran cantidad de componentes metálicos se usan tal como se obtienen de colada, pero para muchas aplicaciones es necesario someterlos a un tratamiento mecánico o térmico; los aceros, debido a los cambios estructurales que presentan en estado sólido, se encuentran entre las aleaciones de ingeniería que pueden ser tratadas térmicamente con el fin de variar sus propiedades mecánicas.

La definición de tratamiento térmico que se menciona en *Metals Handbook* es: "Una combinación de operaciones controladas de calentamiento y enfriamiento que se aplican a un metal o aleación en estado sólido, de tal manera que se producen las propiedades deseadas" [1].

Todos los procesos básicos de tratamiento térmico de aceros incluyen la transformación o descomposición de la austenita. Los principales tratamientos térmicos que se aplican a los aceros son: recocido, temple y revenido [2].

Recocido: es un tratamiento que se aplica a las piezas trabajadas en frío y a piezas de colada. Consiste en calentar el acero a la temperatura de austenización y luego enfriarla muy lentamente (en el interior del horno). Su propósito puede ser: a) homogeneizar la estructura de colada; b) ablandar el acero para facilitar el mecanizado; c) eliminar tensiones internas.

Temple: consiste en calentar la pieza hasta una temperatura mayor a la temperatura crítica de la austenita, seguido de un enfriamiento rápido. Su propósito es modificar la microestructura mediante cambios controlados en estado sólido, principalmente transformar la austenita a martensita para endurecer la muestra.

Revenido: es un tratamiento complementario al temple. Consiste en calentar el acero templado a temperaturas inferiores a las de la temperatura de transformación eutectoide, seguido de un enfriamiento controlado. Su propósito es eliminar las tensiones generadas durante la transformación martensítica y modificar la estructura, devolviendo tenacidad al material.

2.2 Transformaciones de fase

La clave de los tratamientos térmicos consiste en las transformaciones de fase que se producen en el material, cuando así se requiere y que se llevan a cabo durante el proceso de calentamiento y enfriamiento de las piezas.

Los resultados deseados se consiguen al calentar la pieza en los rangos de temperatura donde la fase austenita es estable,

produciendo cambios en la microestructura, seguido de un enfriamiento entre los rangos de temperatura donde las diferentes fases que se buscan conseguir son estables, produciendo de este modo la transformación de fase requerida.

2.2.1 Martensita

El constituyente típico de los aceros templados es la martensita, una solución sólida sobresaturada de carbono, la austenita es la fase matriz que transforma en martensita durante el enfriamiento y, debido a que la transformación es sin difusión y atérmica, la martensita tiene exactamente la misma composición que la austenita inicial [3].

La martensita cristaliza en el sistema tetragonal, siendo los átomos de carbono los causales de la deformación de la red del hierro alfa inicial; al suprimir la difusión por el enfriamiento rápido, los átomos de carbono se encuentran atrapados en los sitios octaédricos de una estructura tetragonal centrada en el cuerpo, produciendo así la nueva fase.

Sus propiedades físicas varían con su composición, aumentando su dureza, resistencia y fragilidad con el contenido de carbono, hasta alcanzar un máximo para %C = 0.90 aproximadamente. Después de los carburos y la cementita, es el constituyente más duro de los aceros. Tiene una dureza de 50 a 68 Rockwell C [4].

Al igual que sus propiedades físicas, la estructura de la martensita en el acero depende del contenido de carbono de la aleación [5,6]. Cuando el contenido de carbono es bajo, la martensita crece en forma de "listones", compuestos por paquetes de placas planas y angostas que crecen unas al lado de las otras, formando agujas en zigzag [Figura 2.1(a)]. Con un mayor contenido de carbono, se forma la martensita de placa, en la cual crecen placas individuales, planas y angostas, en vez de crecer acicularmente [Figura 2.1(b)].

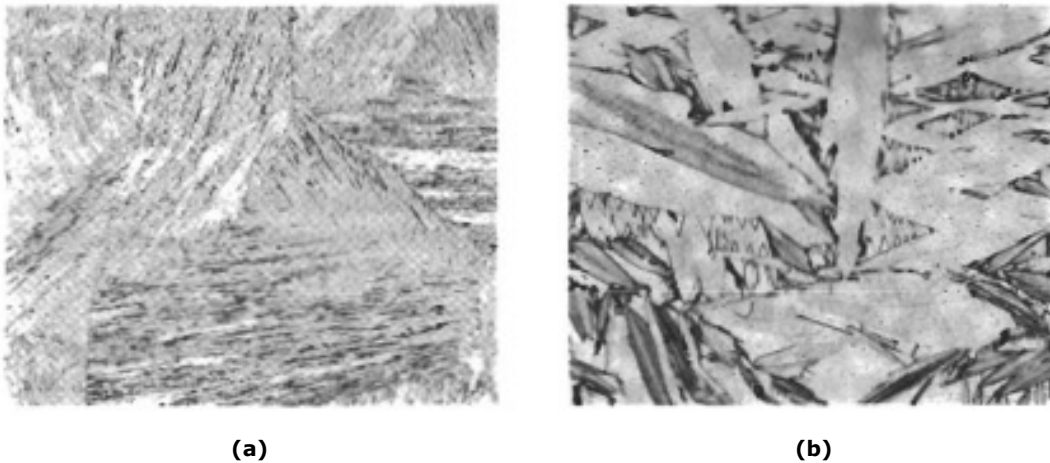


Figura 2.1 (a) Martensita en listones en acero de bajo carbono (X 80). (b) Martensita en placas en acero de alto carbono (X 400) [6].

2.2.2 Bainita

La bainita es un microconstituyente bifásico, el cual contiene ferrita y cementita; se forma en los aceros bajo enfriamiento continuo o condiciones de transformación isotérmicas y corresponde a una transformación intermedia entre la que corresponde a perlita y martensita.

Es una mezcla de las fases de ferrita y cementita, y por lo tanto depende de la partición de difusión controlada de carbono entre ferrita y cementita. Sin embargo, a diferencia de la perlita, las fases no están presentes en matrices laminares, sino que sus características dependen de la composición de la aleación y la temperatura de transformación.

Hay una similitud a la martensita porque se puede presentar en forma de agujas o placas que contienen dislocaciones en la estructura, y hasta cierto punto, por lo tanto, el mecanismo de formación de bainita incluye el cizallamiento, así como la difusión [3].

Los aceros que presentan bainita son más duros y resistentes que los perlíticos porque tienen una estructura más fina. Por este motivo exhiben una interesante combinación de resistencia y ductilidad.

La estructura de la bainita depende principalmente de la temperatura de transformación y se distinguen dos tipos [3,5]:

- Bainita superior: Se forma a temperaturas que oscilan justo por debajo de la temperatura de la formación de perlita. Está formada por una matriz ferrítica en forma de agujas conteniendo carburos entre ellas, [Figura 2.2(a)].
- Bainita inferior: Se forma a temperaturas ligeramente superiores a la temperatura de inicio de la de martensita (M_s). Está constituida de agujas alargadas de ferrita que contienen carburos dentro de ellas, [Figura 2.2(b)].

Los detalles microestructurales de la bainita son tan finos que su resolución sólo es posible mediante el microscopio electrónico.

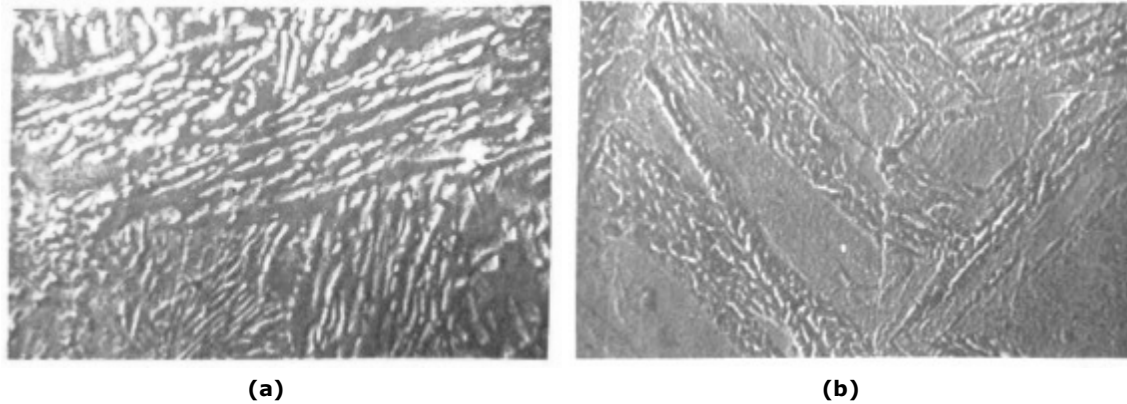


Figura 2.2 (a) Bainita superior de un acero eutectoide obtenida por transformación isotérmica a 520 °C; (b) bainita inferior de un acero eutectoide obtenida por transformación isotérmica a 275 °C [4].

2.3 Tratamiento térmico de temple

Uno de los tratamientos térmicos más utilizados es el proceso de temple. Este tratamiento consiste en el enfriamiento rápido a partir de la temperatura de austenización [7].

De manera práctica el temple del acero se puede dividir en dos etapas principales: la primera etapa consiste en la austenización, que se realiza calentando hasta la temperatura de estabilidad de la austenita, es decir, hasta una temperatura superior a la crítica; esta temperatura varía de acuerdo a la cantidad de carbono del acero, pero, como regla general, se elige una temperatura 50 °C por encima de la temperatura crítica correspondiente a la composición de la aleación. Se mantiene a esta temperatura hasta lograr la transformación completa y la homogeneización, pero no se debe dejar

un tiempo excesivamente largo, porque se pueden producir estructuras de grano grande, agrietamiento, distorsión, oxidación y descarbonización.

En la segunda etapa el acero se enfría y es la rapidez de enfriamiento la que determina la microestructura final y, por lo tanto, las propiedades mecánicas asociadas con ella. Usualmente esto se realiza por inmersión de la pieza en un medio líquido o gaseoso, la mayor parte de las veces con agitación.

2.4 Medios de temple

Un medio de temple es aquel fluido (líquido o gas) que tiene como propósito el extraer energía térmica de una pieza para así obtener la dureza requerida. Idealmente, el medio de temple debería minimizar la distorsión y los esfuerzos residuales, incrementando la uniformidad del enfriamiento en la superficie total de la pieza [8].

Muchos y variados medios de enfriamiento se han utilizado para el proceso de temple. Los más comunes son agua, aceites, salmuera (acuosa), soluciones cáusticas (acuosas), soluciones poliméricas, sales fundidas, metales fundidos, aire, y en otros casos, gases (inmóviles o en movimiento) y neblina [9].

El medio de enfriamiento junto con el tamaño y forma de las piezas son los factores que determinan la velocidad de enfriamiento de las piezas de acero en los tratamientos térmicos [2].

Una de las características del acero que es importante tomar en cuenta en la selección del medio de enfriamiento es la templabilidad del acero, que es la profundidad en la pieza de la zona endurecida [9].

La templabilidad depende de la composición del acero y se combina con el tamaño de la pieza y el medio de enfriamiento para definir el perfil de microestructura. Es necesario asegurar que la rapidez de enfriamiento sea lo más uniforme posible, de lo contrario la transformación de la austenita a martensita solo será superficial y el centro de la pieza no estará endurecido, lo que afectaría las propiedades mecánicas.

La forma más básica de diseño de un proceso de temple se basa en un diagrama CCT, que muestra los dominios de predominancia de cada microconstituyente en una gráfica temperatura vs. tiempo [2]. Es así que los diagramas CCT se pueden utilizar para determinar la velocidad de enfriamiento crítica.

2.5 Mecanismos de transferencia de calor durante el temple

Varios factores están involucrados en la rapidez de enfriamiento: la geometría de la pieza, las propiedades termofísicas de la misma (difusividad térmica, conductividad térmica, calor específico) y el medio de temple, así como la temperatura del baño y su nivel de agitación [12,14] .

En las curvas típicas para un medio de temple líquido se pueden distinguir tres diferentes mecanismos de enfriamiento (Figura 2.3). Estas etapas son [12]:

- *Enfriamiento en presencia de una capa de vapor (Etapa A):* Ilustra el primer efecto de inmersión, se caracteriza por la formación de una capa de vapor ininterrumpida a lo largo de toda la superficie caliente del metal.
El enfriamiento en esta etapa es por radiación principalmente a través de la capa de vapor, por lo que el enfriamiento es muy lento ya que la capa de vapor actúa como aislante.
- *Enfriamiento en presencia de burbujas (Etapa B):* Comienza cuando la temperatura en la superficie del metal se ha reducido y el líquido entra en contacto con la pieza, provocando que la película de vapor se rompa. Está caracterizado por una ebullición violenta en la superficie del metal. En esta etapa se producen las más altas rapidezces de transferencia de calor debido a que éste se remueve como calor de vaporización.
El tamaño y la forma de las burbujas de vapor controlan la duración de la etapa B, además de la rapidez de enfriamiento producida dentro de ésta.
- *Enfriamiento convectivo (Etapa C):* Sucede cuando la temperatura del metal está por debajo de la temperatura de ebullición del medio de enfriamiento por lo que la superficie de la pieza está completamente en contacto con el medio de enfriamiento. La rapidez de enfriamiento en esta etapa es mucho menor que en la etapa B, y depende de la agitación, la viscosidad y la temperatura del baño.
Esta etapa de enfriamiento se lleva a cabo por los mecanismos de conducción y convección.

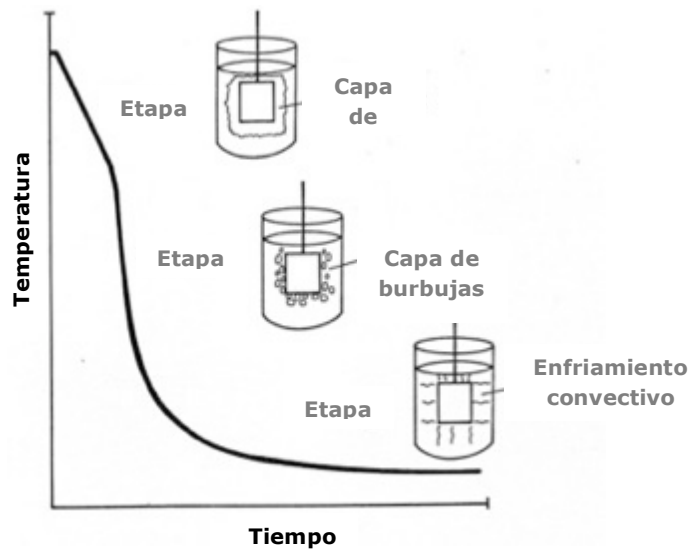


Figura 2.3 Etapas del enfriamiento durante el temple [8].

2.6 Métodos de caracterización de medios de temple

La industria de los tratamientos térmicos se ha vuelto más competitiva, de ahí la importancia de controlar al enfriamiento, pues se requiere coherencia en los resultados para identificar variaciones en la severidad del temple e implementar nuevos procesos de temple.

Se han desarrollado pruebas de laboratorio que reproducen algunos de los eventos que controlan a los tratamientos térmicos a partir del uso de probetas de geometría simple tales como cilindros, esferas, barras cuadradas, anillos, placas, etc. Dentro de estas pruebas de laboratorio se encuentran el ensayo Jominy [10,11] y el análisis de curvas de enfriamiento [9], entre otros.

2.6.1 Curvas de enfriamiento

La manera más fácil para describir los eventos que ocurren durante el temple es desarrollar una curva de enfriamiento, que es la representación gráfica de la relación entre la temperatura local y el tiempo en el que transcurre el enfriamiento bajo condiciones controladas [12]. Las curvas de enfriamiento son relativamente fáciles de obtener experimentalmente usando una probeta instrumentada y un sistema de adquisición de datos.

Las curvas de enfriamiento son especialmente sensibles a factores que afectan a la capacidad del medio de temple para extraer calor, incluyendo el tipo de medio de temple y sus propiedades físicas, la temperatura del baño y su agitación.

La forma de la curva de enfriamiento es indicativa de los diversos mecanismos de enfriamiento que ocurren durante el proceso de enfriamiento. En la figura 2.4 (a) se muestra el comportamiento de una curva de enfriamiento que presenta las tres etapas descritas anteriormente; al graficar la curva de rapidez de enfriamiento (Figura 2.4 b) es más fácil identificar cada una de éstas etapas.

De las curvas de enfriamiento se pueden obtener parámetros que son indicadores de la severidad del medio de temple. Estos parámetros incluyen la rapidez de enfriamiento que es la primera derivada de la curva de enfriamiento (Figura 2.4), la rapidez máxima de enfriamiento, el tiempo de enfriamiento en un rango de temperaturas, etc.

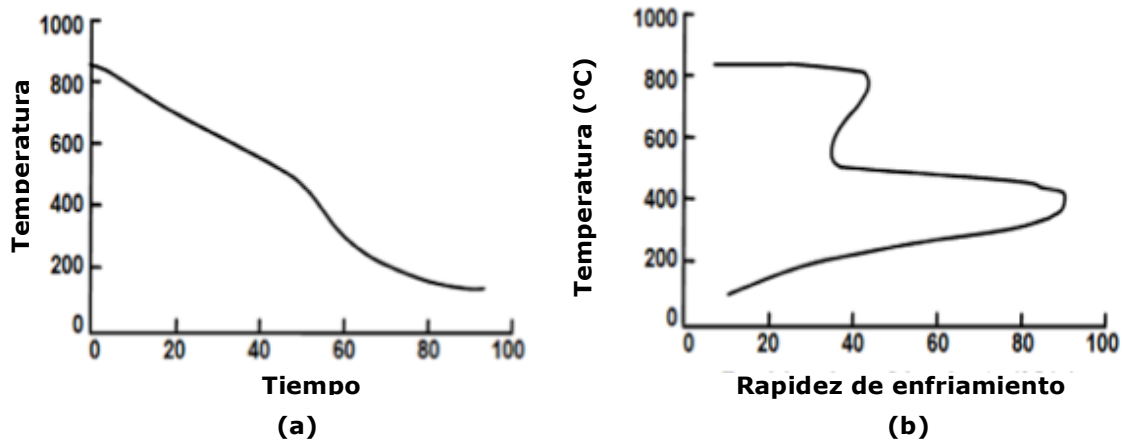


Figura 2.4 (a) Curva de enfriamiento; (b) curva de rapidez de enfriamiento [9].

2.7 Lecho Fluidizado

Hoy en día las especificaciones metalúrgicas exigen una mayor precisión en las operaciones de los tratamientos térmicos; para ello se requiere tener un mayor control en los procesos, cuidando la atmósfera, la temperatura y el nivel de uniformidad, y al mismo tiempo reduciendo los costos del proceso y los efectos ambientales.

Tradicionalmente, los procesos para endurecer el acero se han llevado a cabo en medios de enfriamiento líquidos (agua, aceite, sales fundidas, polímeros en solución acuosa). Aunque la rapidez de enfriamiento es alta y se consiguen las propiedades mecánicas deseadas, también se presenta una distorsión inaceptable debido a la aparición de gradientes térmicos significativos dentro de la pieza.

Además, el manejo de sales fundidas y aceite puede ser peligroso y contaminante. Esto ha hecho que se desarrollen sistemas y procesos que permitan realizar tratamientos térmicos de temple más eficientes y menos peligrosos.

Uno de estos nuevos sistemas son los reactores de lecho fluidizado, que tienen la ventaja de promover una gran uniformidad térmica dentro del reactor.

2.7.1 Comportamiento general del lecho fluidizado

La fluidización comienza cuando se hace pasar un gas a través de una cama de partículas sólidas (comúnmente de alúmina) contenidas en una columna. Esto produce una caída de presión y una fuerza de arrastre entre el gas y las partículas dando como resultado que estas últimas se separen y causen la expansión de la cama [13].

El movimiento de la cama varía con la velocidad de flujo del fluido. Si se incrementa la velocidad empezará una fluidización incipiente o fluidización mínima y el volumen del lecho aumentará ligeramente. Si se aumenta la velocidad más allá de la velocidad de fluidización mínima, se obtiene una fluidización apropiada para que el lecho empiece a burbujear. Esta condición es llamada fluidización agregativa (ver Figura 2.5).

Un lecho fluidizado con gas es semejante a un líquido. Se producen burbujas que se elevan y parecen estallar. Con lo cual se logra que las burbujas produzcan un mezclado vigoroso dentro del lecho.

Si la velocidad del flujo de gas se incrementa excesivamente, las burbujas crecerían a tamaños tan grandes que si alcanzan el diámetro de la columna del lecho ocasionará que el material sólido sea expulsado por la parte superior del reactor.

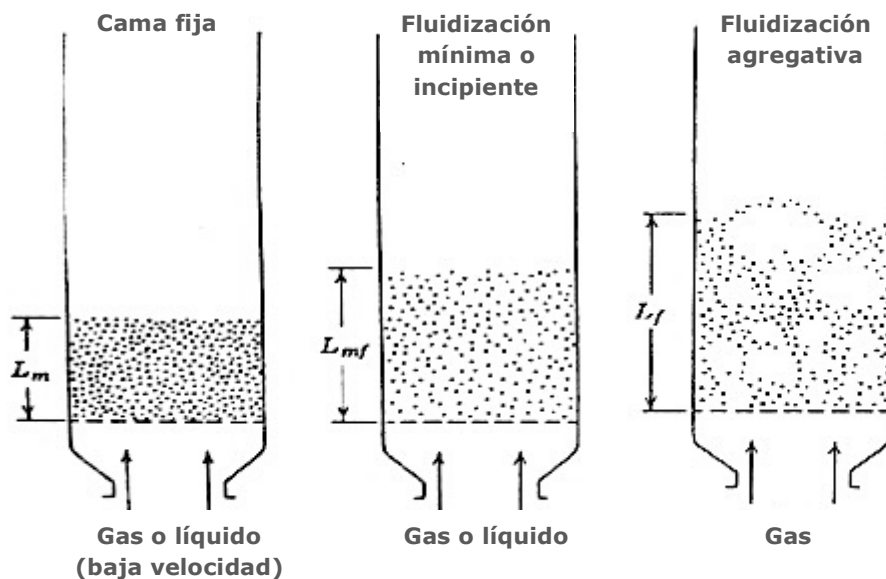


Figura 2.5 Diversos tipos de contacto en lechos de partículas [14].

2.7.2 Velocidad de fluidización mínima

La velocidad de fluidización mínima se observa cuando la mezcla en el lecho es totalmente homogénea, es decir, cuando la velocidad del fluido ha aumentado y la fuerza de arrastre sobre las partículas sólidas se hace igual al peso neto de las partículas, momento en el cual éstas empiezan a moverse libremente y a mezclarse unas con otras [14].

A mayores velocidades de flujo de gas la caída de presión es independiente de la velocidad del gas. Por lo tanto, la caída de presión medida puede usarse para determinar las condiciones de fluidización mínima. En la Figura 2.6 se aprecia que a velocidades bajas de flujo de gas, la caída de presión se incrementa linealmente (desde cero) con el aumento de la velocidad superficial del gas, hasta que el lecho se aproxima a las condiciones de fluidización. La velocidad mínima de fluidización corresponde a la velocidad en el punto de intersección

entre la elevación (lecho fijo) y el área recta de la curva (lecho fluidizado).

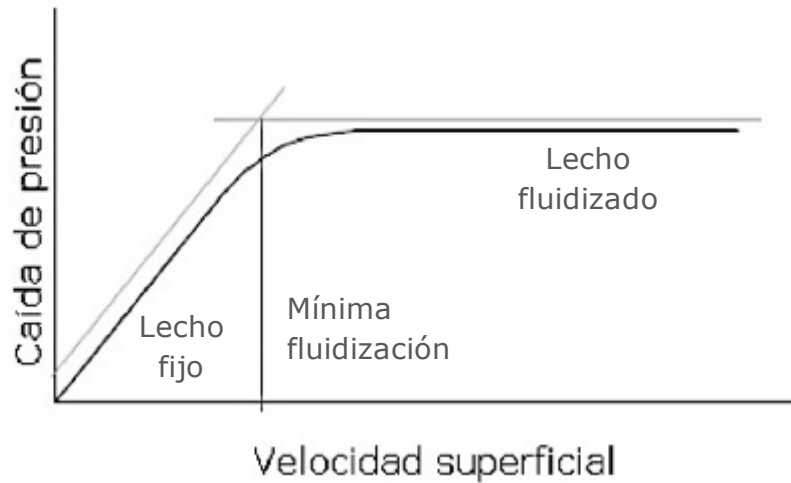


Figura 2.6 Caída de presión contra velocidad superficial en un lecho fluidizado [14].

2.7.3 Número de fluidización

Para comparar el comportamiento de lechos fluidizados que consisten en diferentes combinaciones de partículas (tamaño, material) y gas (tipo, velocidad superficial), se utiliza el número de fluidización, que es un número adimensional.

El número de fluidización, N_f , se define como la relación de la velocidad superficial del gas en el reactor dividido entre la velocidad que se requiere para la fluidización mínima [15]:

$$N_f = \frac{v}{v_{mf}} \equiv \frac{Q}{Q_{mf}} \quad (2.1)$$

Donde N_f es el número de fluidización, v velocidad superficial del gas, v_{mf} velocidad superficial del gas para fluidización mínima, Q es el flujo volumétrico alimentado al reactor del lecho fluidizado y Q_{mf} es el flujo volumétrico para producir fluidización mínima o incipiente.

2.7.4 Transferencia de calor en un lecho fluidizado

Debido a la mezcla completa y a la gran área de contacto entre el gas y las partículas, un lecho totalmente fluidizado está virtualmente a temperatura uniforme, incluso con las reacciones más exotérmicas, y el gas sale a una temperatura cercana a la del lecho.

Al sumergir un cuerpo (que se encuentra a una temperatura diferente a la del lecho) en un lecho fluidizado, aquél experimentará una rapidez de transferencia de calor superior a la que podría experimentar si solo estuviera en contacto con el gas. Esto se debe a que las partículas hacen contacto físico con el cuerpo sumergido penetrando la capa límite que normalmente impide la transferencia de calor.

En un lecho fluidizado están presentes tres mecanismos de transferencia de calor:

Primer mecanismo: convección mediante las partículas

Debido a su alta capacidad térmica, las partículas son capaces de transferir una gran cantidad de calor. Al primer contacto de las partículas con la superficie de transferencia de calor hay un gradiente de temperatura local grande. Por consiguiente, las rapidezces instantáneas de transferencia de calor serán altas.

El flujo de calor entre las partículas y la superficie causa que el gradiente de temperatura disminuya y las rapidezces instantáneas de transferencia de calor caen.

Por este mecanismo, puede esperarse que los coeficientes de la transferencia de calor se incrementen mientras el tamaño de partículas se reduce porque, en efecto, una gran proporción de la superficie de transferencia de calor es accesible a trayectorias de transferencia más cortas.

En la práctica los parámetros óptimos son un tamaño de partícula con diámetro de 100 μm y una densidad entre 1280 a 1600 kg/m^3 . Partículas de un tamaño y densidad mayor producen un coeficiente de transferencia de calor más bajo, lo que requiere más potencia de fluidización [16].

Con camas de estos materiales, la transferencia de calor por convección a través del gas es despreciable porque el flujo de gas intersticial es laminar, es decir, las partículas se desplazan pero no rotan, y siguen una trayectoria definida.

Segundo mecanismo: convección mediante el gas

Cuando las partículas de la cama son más grandes y más densas, el flujo de gas intersticial es turbulento, es decir, las partículas empiezan a chocar entre sí y cambian de rumbo en forma errática. Bajo estas circunstancias, la interface entre el gas y el componente convectivo de la transferencia de calor comienza a incrementarse de manera significativa.

Tercer mecanismo: radiación

A altas temperaturas y cuando hay una marcada diferencia de temperatura entre el seno de la cama y la superficie de transferencia, la transferencia por radiación comienza a ser un mecanismo de transporte importante [16].

2.8 Modelación matemática del temple

Las simulaciones de los tratamientos térmicos se consideran una herramienta importante para el diseño y optimización de sistemas de enfriamiento. Sin embargo, la simulación de los tratamientos térmicos requiere la solución de múltiples problemas en los que sus propiedades generalmente varían con la temperatura, la microestructura y la concentración, también son problemas que involucran complicadas interacciones entre diferentes eventos físicos (transferencia de calor y masa, interacciones mecánicas), transformaciones de fase y condiciones de frontera no lineales [17].

Estos eventos ocurren simultáneamente durante el enfriamiento y tienen una relación entre sí, (ver Figura 2.7); específicamente, el medio de enfriamiento genera cambios en el campo térmico lo que provoca que el campo de microestructuras se modifique. Al mismo tiempo, la evolución de gradientes térmicos y de microestructura al interior de la pieza provoca que se genere un campo de distorsión al que se asocia un campo de esfuerzos.

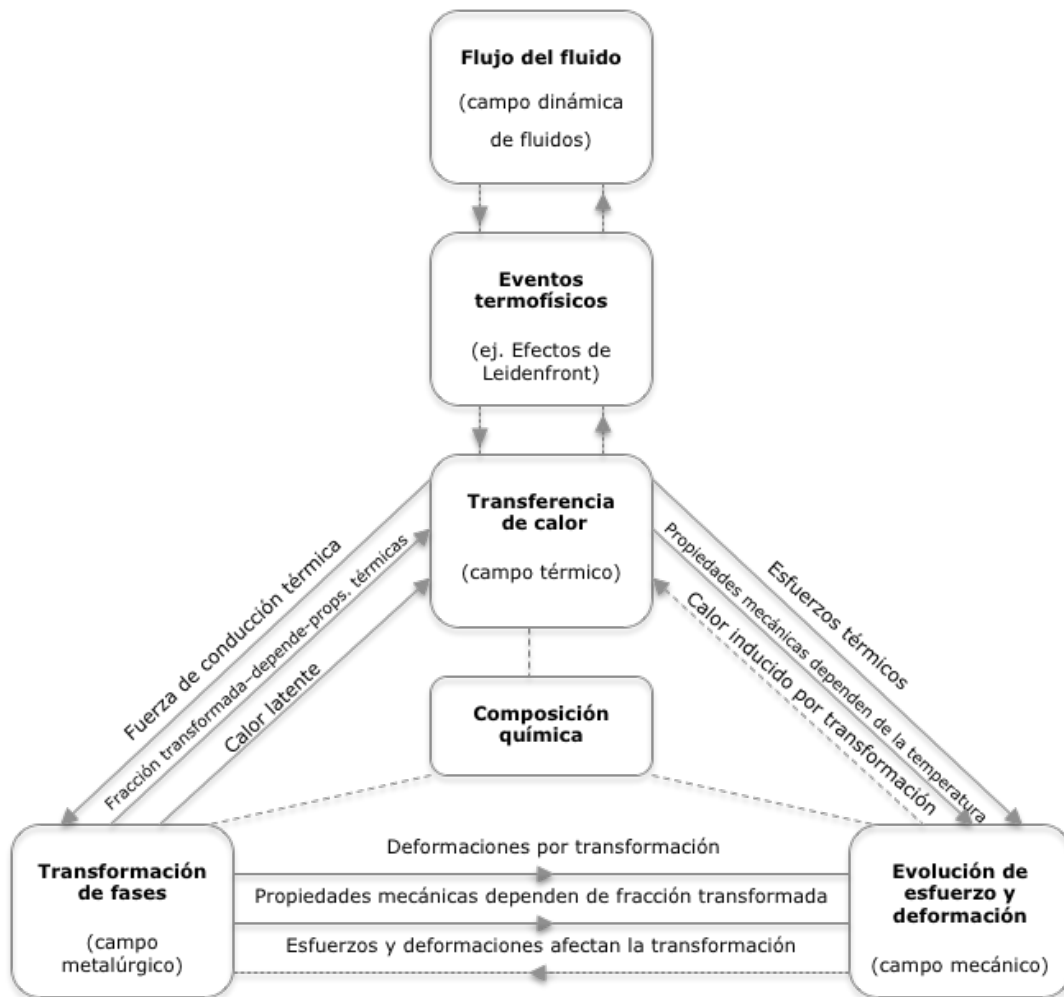


Figura 2.7 Campos y relaciones físicas para la simulación de los tratamientos térmicos [17].

Es evidente, entonces, que es muy difícil poder diseñar estos procesos a partir de mediciones en planta o en el laboratorio únicamente. No obstante, se han desarrollado ensayos de laboratorio que caracterizan la respuesta metalúrgica de componentes de manera indirecta. Por ejemplo, en estos procesos es relativamente sencillo medir las temperaturas resultantes en puntos seleccionados del material procesado o de la estructura sometida a la carga térmica (efectos),

pero generalmente no es fácil (o incluso posible) medir la distribución de flujo de calor que ha producido dichas temperaturas (causa).

2.8.1 Problema directo de conducción de calor (DHCP)

En un problema clásico de transferencia de calor, la causa es dada, y el efecto es lo que se determina. Esto se le conoce como problema directo de conducción de calor (DHCP, por sus siglas en ingles) toma como información conocida a la condición inicial y a las condiciones de frontera para calcular la respuesta térmica en uno o varios puntos al interior del sólido.

Así, la ecuación diferencial gobernante y las condiciones inicial y de frontera para el enfriamiento de un cilindro bajo condiciones de flujo unidireccional son [18]:

$$\frac{\partial}{\partial r} \left(k(r, t) \frac{\partial T(r, t)}{\partial x} \right) = \frac{\partial (\rho(r, t) C_p(r, t) T(r, t))}{\partial t} \quad (2.2)$$

$$\text{en } 0 \leq r \leq R, \text{ para } 0 < t \leq t_f$$

$$-k(r, t) \frac{\partial T}{\partial r} = q_1(t) \quad \text{en } r = R, \text{ para } 0 < t \leq t_f \quad (2.3)$$

$$\frac{\partial T}{\partial r} = 0 \quad \text{en } r = 0, \text{ para } 0 < t \leq t_f \quad (2.4)$$

$$T(r, t) = T_0 \quad \text{para } t = 0, \text{ en } 0 \leq r \leq L \quad (2.5)$$

La solución analítica exacta del problema directo solo es posible en determinados casos, frecuentemente alejados de situaciones reales;

no obstante, se puede decir que estos problemas están bien planteados en tanto que su solución existe y es única.

2.8.2 Problema inverso de conducción de calor (*IHCP*)

Para el caso de estudio en particular, interesa conocer el comportamiento de la transferencia de calor en las fronteras de la probeta, principalmente en la superficie que está en contacto con el medio de temple ya que es por esta frontera donde se extrae la mayor cantidad de calor.

Es por eso que en este trabajo se utilizó una solución al problema inverso de conducción de calor (*IHCP* por sus siglas en inglés). El *IHCP* consiste en estimar la condición de frontera térmica mediante el conocimiento de la historia térmica en uno o varios puntos (dentro del sólido) cercanos a dicha frontera [19]. La palabra "estimación" tiene aquí un significado literal ya que no es posible asegurar la solución exacta del problema en ningún caso.

Así, la ecuación diferencial gobernante y las condiciones inicial y de frontera son [18]:

$$\frac{\partial}{\partial r} \left(k(r, t) \frac{\partial T(r, t)}{\partial x} \right) = \frac{\partial (\rho(r, t) C_p(r, t) T(r, t))}{\partial t} \quad (2.6)$$

$$\text{en } 0 \leq r \leq R, \text{ para } 0 < t \leq t_f$$

$$-k(r, t) \frac{\partial T}{\partial r} = q_1(t) =? \quad \text{en } r = R, \text{ para } 0 < t \leq t_f \quad (2.7)$$

$$\frac{\partial T}{\partial r} = 0 \quad \text{en } r = 0, \text{ para } 0 < t \leq t_f \quad (2.8)$$

$$T(r, t) = T_0 \quad \text{para } t = 0, \text{ en } 0 \leq r \leq L \quad (2.9)$$

Matemáticamente hablando, los problemas de transferencia de calor inversa son problemas “mal planteados” (*ill-posed*), puesto que no satisface los criterios de existencia, unicidad y la estabilidad de la solución de los problemas clásicos de transferencia de calor.

2.8.3 Algoritmo IHCP[20]

Hay tres métodos básicos para resolver el problema inverso – especificando la función, regularización y mezclas de ambas (método de la función de prueba) – cada uno de los cuales puede ser implementado de forma secuencial, es decir, el cálculo de un único componente del flujo de calor en la superficie a la vez, o para todo el dominio de tiempo, donde todos los componentes del flujo de calor superficial se calculan simultáneamente. La principal ventaja de un algoritmo secuencial es una mejora significativa en el tiempo de cálculo.

El algoritmo empleado en esta investigación fue propuesto por Beck *et al.* [21] y sigue un método secuencial de especificación de la función, es decir, se supone una forma funcional del *flux* de calor desconocido en la superficie. En particular, el *flux* de calor superficial en cada delta de tiempo se estima suponiendo que es temporalmente constante para un número finito de espacios de tiempo futuros.

El *flux* de calor en la superficie q^M se obtiene a partir de mediciones de temperatura que incluye varios pasos de tiempo futuros,

minimizando la siguiente expresión de mínimos cuadrados con respecto al componente de *flux* de calor en el tiempo $t = t_M$.

$$S = \sum_{l=1}^r \sum_{j=1}^j (Y_j^{M+i-1} - T_j^{M+i-1})^2 \quad (2.10)$$

donde Y_j^{M+i-1} es la temperatura medida en el sensor j en el tiempo t_{M+i-1} ; T_j^{M+i-1} es la temperatura calculada correspondiente; r es el número de tiempos futuros utilizado para estimar q^M .

Diferenciando la Ecuación 2.10 con respecto a q^M , reemplazando q^M por \hat{q}^M (*flux* de calor estimado en el tiempo t_M), e igualando la ecuación a cero, se obtiene:

$$2 \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^j (Y_j^{M+i-1} - T_j^{M+i-1}) \left(\frac{\partial T_j^{M+i-1}}{\partial q^M} \right) = 0 \quad (2.11)$$

con la ecuación evaluada en \hat{q}^M .

La temperatura futura en la posición del sensor j , T_j^{M+i-1} , puede ser calculada con la expansión en serie de Taylor sobre \hat{q}^M :

$$T_j^{M+i-1} = T_j^{*M+i-1} + (q^M - \hat{q}^M) X_j^{*M+i-1} \quad (2.12)$$

donde el asterisco implica que las funciones T y X son evaluadas usando las propiedades y los valores del *flux* de calor en el tiempo t_{M-1} . El termino X_j^{*M+i-1} es llamado coeficiente de sensibilidad y es definido como:

$$X_j^{M+i-1} = \frac{\partial T_j^{M+i-1}}{\partial q^M} \quad (2.13)$$

Introduciendo la ecuación 2.12 en la ecuación 2.11 y resolviendo para \hat{q}^M quedaría:

$$\hat{q}^M = \hat{q}^{M-1} + \frac{1}{\Delta M} \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^j (Y_j^{M+i-1} - T_j^{*M+i-1}) X_j^{*M+i-1} \quad (2.14)$$

donde:

$$\Delta M = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^j (X_j^{*M+i-1})^2 \quad (2.15)$$

Hay que tener en cuenta que la estimación de $T^M \dots T^{M+r-1}$ y $X^M \dots X^{M+r-1}$ adoptan las propiedades termofísicas, k y ρC_p , que corresponden al tiempo previo, el problema se linealiza y la ecuación 2.14 es explícita en q^M . La justificación de esta hipótesis es que, para un delta de tiempo pequeño, Δt , las propiedades térmicas varían muy poco de un lugar determinado, de un tiempo al siguiente, a pesar de que las propiedades pueden tener una gran variación de un extremo del cuerpo al otro.

Cabe mencionar que el desarrollo mostrado líneas arriba es válido para el caso en el que no hay transformación de fase.

2.8.4 Modelo de la transformación de fase

La descomposición de la austenita es una reacción exotérmica por lo que debe incluirse en el término de "generación" de calor en la

ecuación gobernante. En el algoritmo de solución del IHCP desarrollado por Prasanna Kumar [22], se incluye a la "generación" a través de una formulación de entalpía; el código incluye tanto transformaciones difusionales como adifusionales.

Como un primer paso, el diagrama TTT del acero se digitaliza y se utiliza la regla de aditividad de Scheil para marcar el comienzo de cantidades "medibles" de fracción transformada (0.01) para las transformaciones difusionales :

$$\sum_{j=1}^m \frac{\Delta t_j}{t_s(T_j)} \geq 1 \quad (2.16)$$

Dado que puede ocurrir una mezcla de microconstituyentes, la fracción normalizada se calcula como la relación de la fracción real transformada en el delta de tiempo y la fracción de equilibrio de ese producto a esa temperatura:

$$X_{norm}^i(T_m) = \frac{X_{real}^i(T_{m-1})}{X_{eqbrm}^i(T_m)} \quad (2.17)$$

Para las transformaciones difusionales se requiere calcular un tiempo "equivalente" (virtual) que daría lugar a la cantidad de fracción normalizada en el presente delta de tiempo; esto se realiza a partir de una relación inversa de la ecuación JMAK (Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov):

$$t_{eq}^i = \left[\frac{-\ln[1 - X_{norm}^i(T_m)]}{b(T_{m+1})} \right]^{\frac{1}{n(T_{m+1})}} \quad (2.18)$$

Entonces, la fracción real de la fase formada en el paso de cálculo se obtiene utilizando:

$$X_{real}^i(T_{m+1}) = X_{notm}^i(T_{m+1})X_{eqbrm}^i(T_{m+1}) \quad (2.19)$$

Por otra parte, para la transformación adifusional (austenita martensita) se utiliza la ecuación de Koistinen-Marburger [23]:

$$f_{martensita} = 1 - \exp(-A(M_s - T)) \quad (2.20)$$

3 Procedimiento experimental

En este capítulo se describe la metodología desarrollada para generar evidencia experimental que sirvió para implementar la solución al problema inverso de conducción de calor, así como para validar los resultados de las simulaciones computacionales.

El objetivo del trabajo experimental fue producir respuestas térmicas asociadas con transformaciones microestructurales tales que durante el enfriamiento en el lecho fluidizado ocurriera: 1) transformación a martensita, 2) transformación a bainita y 3) transformación a bainita + martensita.

3.1 Dispositivo experimental

Los experimentos se realizaron en el equipo que se muestra esquemáticamente en la Figura 3.1. El equipo está compuesto de un reactor de lecho fluidizado con una cama (19 cm de alto) de alúmina malla 54, conectado a un sistema de alimentación de aire con una compresora marca Evans de 235 L de capacidad y 3 HP de potencia, además de un filtro regulador de presión marca Truper, y un rotámetro marca Cole-Parmer para aire (rango de medición de 0 a 140 LPM).

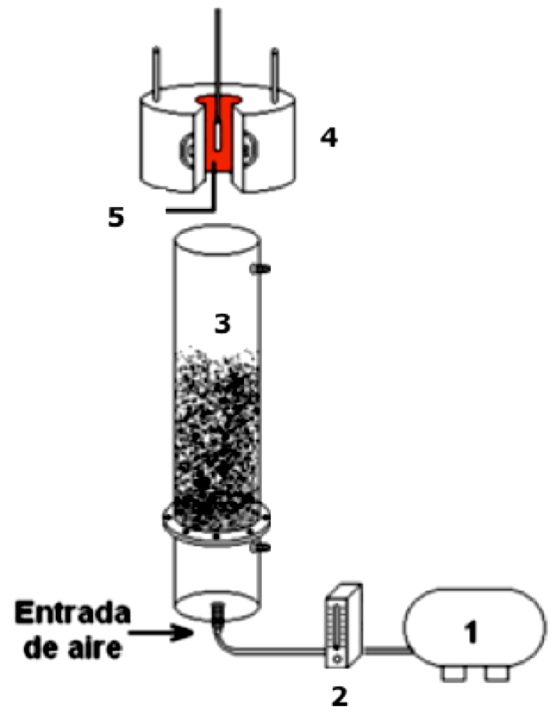


Figura 3.1 Representación esquemática del dispositivo experimental:
 1)compresora, 2) rotámetro, 3) reactor de LF, 4) horno, 5) probeta.



Figura 3.2 Fotografía del dispositivo experimental utilizado en este estudio.

3.2 Metodología experimental

Se midió la curva de enfriamiento durante el temple de probetas cilíndricas con punta cónica, de acero AISI 4140, con las dimensiones mostradas en la Figura 3.3. Inicialmente, las probetas se instrumentaron con cuatro termopares distribuidos a lo largo de la probeta, como se muestra en las Figuras 3.3 y 3.4 La distribución de los termopares es tal que los termopares cercanos a la superficie se utilicen para implementar la solución al problema inverso de conducción de calor (IHCP) y que el termopar en el centro se utilice para validación.

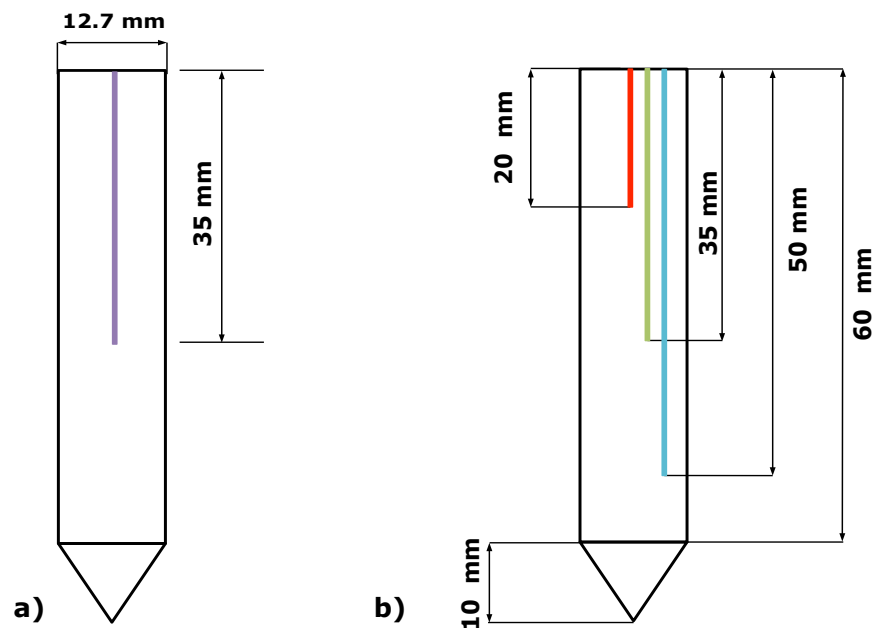


Figura 3.3 Geometría y dimensiones de la probeta fabricada de acero AISI 4140 (corte longitudinal): a) termopar para validación; b) termopares para estimación de la condición de frontera térmica.

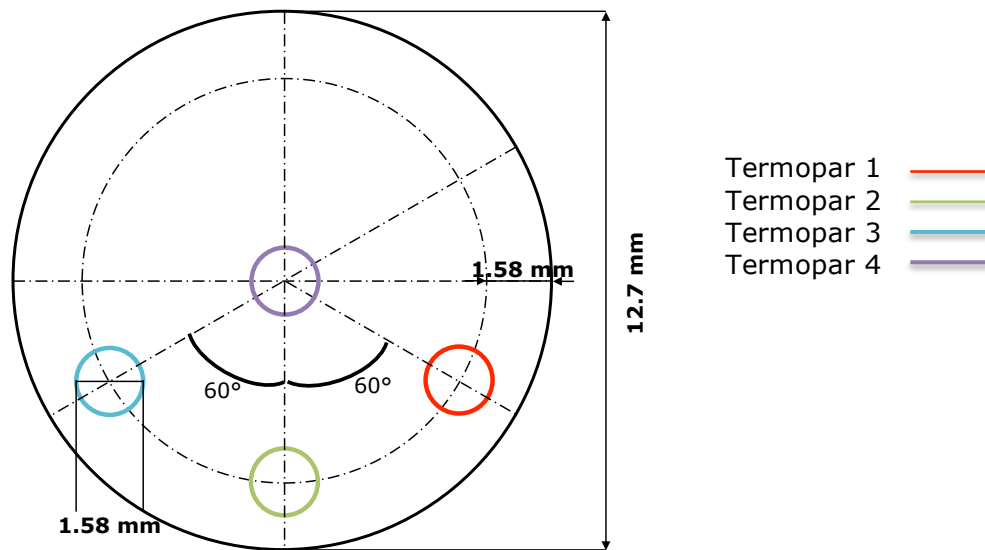


Figura 3.4 Distribución de los termopares (vista superior).

A cada probeta se le realizó un tratamiento térmico previo a las pruebas experimentales. En particular, las probetas fueron sometidas a un recocido a 845 °C por 45 minutos para homogenizarlas antes de maquinarse los barrenos donde se colocarían los termopares; posteriormente al maquinado se les hizo un relevado de esfuerzos a 600 °C por 30 minutos (de acuerdo a lo indicado en [24]). Durante los tratamientos térmicos las probetas fueron cubiertas con una mezcla de arena Shell y carbón en polvo, para reducir el riesgo de oxidación. (Apéndice A)

Se estudiaron tres valores de número de fluidización, manteniendo constante la temperatura inicial de la probeta (temperatura de austenización de 870 °C, siguiendo la recomendación en [25]).

Las condiciones experimentales se muestran en la Tabla 3.1 Se espera que el flujo máximo produzca una estructura esencialmente martensítica, que el flujo mínimo produzca una estructura bainítica y que los flujos intermedios produzcan una mezcla de bainita+martenista.

Tabla 3.1 Condiciones experimentales.

Condición	Número de fluidización (adimensional)	Flujo de aire (LPM)	Observaciones
1	1.8	100	Flujo máximo
2	1.0	56	Flujo mínimo
3	1.4	78	Flujo intermedio
4	1.1	62	Flujo intermedio

Antes de realizar las pruebas experimentales, los termopares fueron calibrados para asegurar la confiabilidad de las mediciones realizadas. (Apéndice B).

Los termopares estaban conectados a un adquisidor de datos marca PICO Technology, modelo TC-08 y la adquisición se controlaba con el programa PicoLog Recorder.

Después de realizar el temple, las probetas se cortaron transversalmente (a la altura donde se encontraban las puntas de los termopares) en una cortadora marca BUEHLER IsoMet 1000 para medirles dureza (Rocwell C) y prepararlas para observación metalográfica; para revelar su microestructura, las probetas se atacaron químicamente con Nital 2. La microestructura se observó en un microscopio electrónico de barrido marca Jeol 35CF.

4 Resultados y discusión

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos del trabajo experimental y computacional. Se reportan las curvas de enfriamiento obtenidas experimentalmente; posteriormente se presentan las metalografías y los valores de dureza medidos para cada condición de temple. En cuanto a la solución al problema inverso de conducción de calor se muestran resultados de la condición de frontera estimada, así como su validación.

4.1 Curvas de enfriamiento experimentales

Se realizó un experimento preliminar (en frío y sin la probeta) para determinar el flujo de aire para la condición de fluidización mínima, obteniéndose que es de 56 LPM para el reactor de lecho fluidizado utilizado en este estudio.

La Figura 4.1 muestra las curvas de enfriamiento (temperatura vs. tiempo) obtenidas al realizar la prueba con el valor máximo de número de fluidización considerado en este estudio (flujo de aire de 100 LPM, equivalente a un número de fluidización de 1.8). En los primeros segundos de las curvas de enfriamiento se observa una zona de temperatura constante, que corresponde a la lectura de los datos cuando la probeta se encuentra aún dentro del horno; seguido de esto se observa como empieza el enfriamiento con un ligero cambio de pendiente, que corresponde al traslado de la pieza del horno al seno del reactor. Enseguida, comienza el enfriamiento ya dentro de la cama de alúmina fluidizada. Alrededor de los 320 °C se presenta una

recalescencia que se asocia con la transformación de fase de la martensita; aproximadamente a los 300 segundos comienza a estabilizarse la temperatura (aproximadamente a 60 °C), indicando que la probeta y el lecho fluidizado se han equilibrado térmicamente.

Durante el enfriamiento, los termopares TC2 y TC3 tienen un comportamiento muy similar, lo que indica que no hay gradientes axiales significativos en la zona correspondiente. El termopar TC1 muestra un comportamiento parecido en lo general, pero se enfrió un poco más lentamente; esto se atribuye a que se encontraba muy cerca del cople donde se sujetaba la probeta y este le aportaba calor. Con base a estas observaciones, se decidió que en el resto de los experimentos ya solo era necesario utilizar un termopar de subsuperficie, seleccionándose TC2 para las pruebas realizadas con los otros valores de número de fluidización.

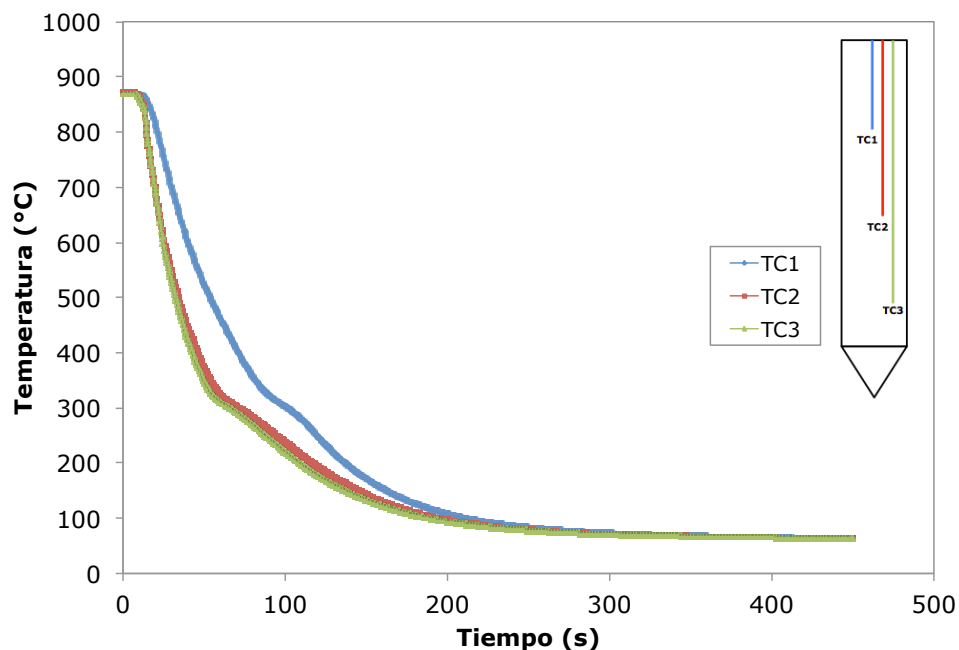


Figura 4.1 Curvas de enfriamiento en tres posiciones diferentes de profundidad (termopares cercanos a la superficie), con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).

La reproducibilidad de los experimentos se puede observar en la Figura 4.2, en la que se muestra la respuesta térmica en una misma posición de subsuperficie (TC2) de 3 pruebas independientes.

Todas las curvas de enfriamiento siguen el mismo comportamiento; una zona horizontal que corresponde al tiempo que la probeta aún se encuentra dentro del horno, luego el traslado al horno y finalmente el enfriamiento en el lecho fluidizado. Con base en esta figura se puede establecer que los experimentos son reproducibles.

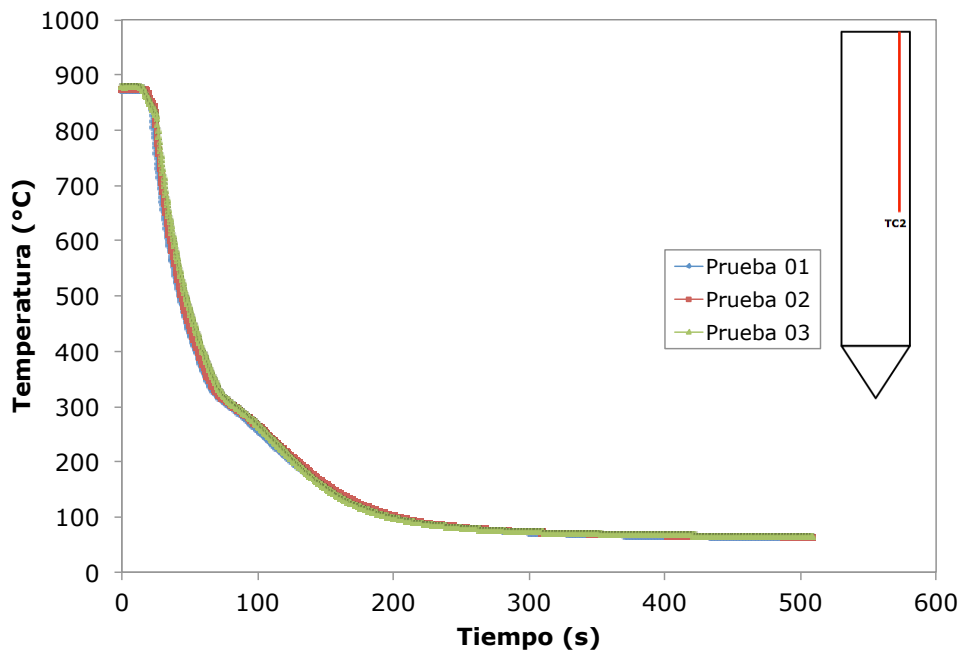


Figura 4.2 Curvas de enfriamiento en la subsuperficie (TC2) de 3 pruebas independientes, con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).

La Figura 4.3 muestra la curva de enfriamiento obtenida con el valor mínimo de número de fluidización, que corresponde a 56 LPM, para el termopar TC2. Se observa que el enfriamiento fue muy lento; en esta curva la recalescencia se presenta a una temperatura mayor (alrededor de los 550°C, donde indica la flecha) con respecto al caso anterior, que concuerda con la transformación a bainita.

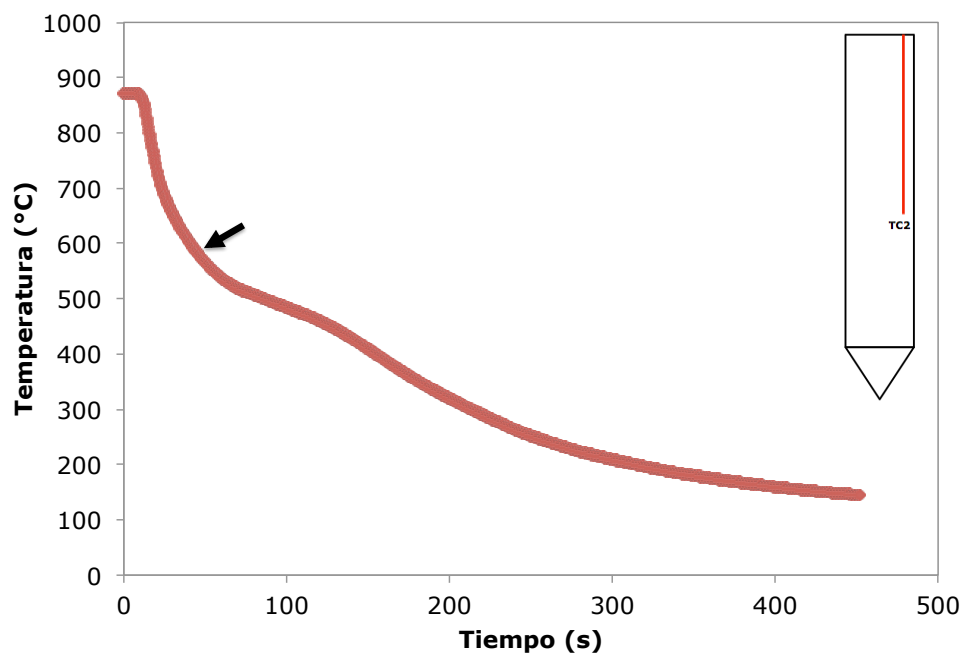


Figura 4.3 Curva de enfriamiento en la subsuperficie (TC2), con un flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$).

Se realizó una prueba con un número de fluidización intermedio ($N_f = 1.4$) entre los valores máximo y mínimo del número de fluidización, esperándose obtener dos puntos de recalentamiento, correspondientes a las dos transformaciones. Sin embargo, en la Figura 4.4 sólo se puede observar un punto de recalentamiento, alrededor de los 300 °C, y un comportamiento parecido al que se obtiene con el valor máximo de fluidización. Por esta razón, esta condición experimental ya no se consideró en el posterior análisis.

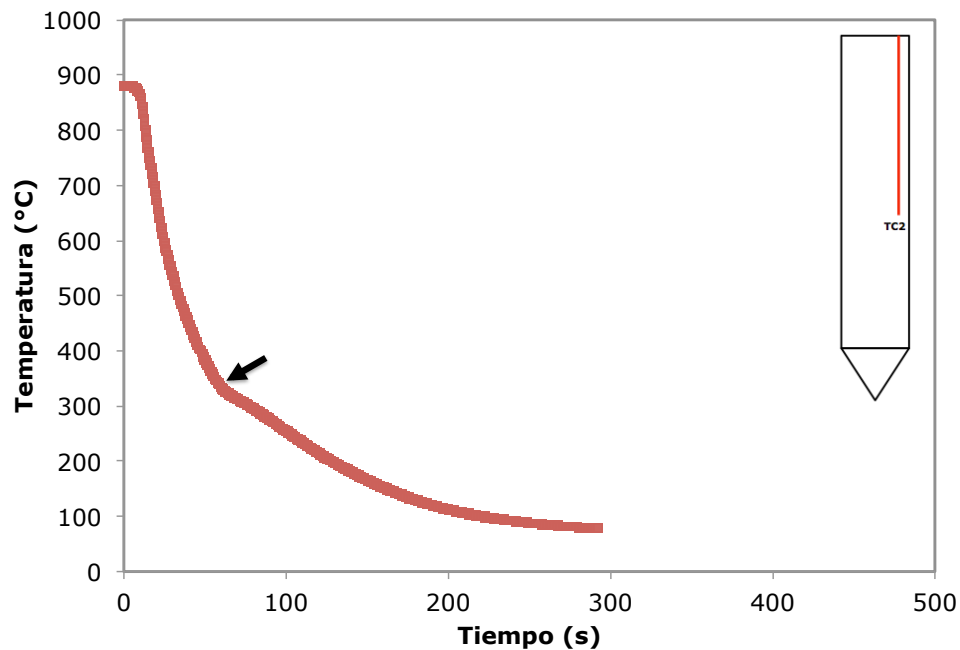


Figura 4.4 Curva de enfriamiento en la subsuperficie (TC2), con un flujo de aire de 78 LPM ($N_f = 1.4$).

Se realizó una prueba más, para asegurar obtener la combinación de las dos microestructuras (martenita y bainita); ésta se obtuvo al realizar la prueba con un flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$). La Figura 4.5 muestra la curva de enfriamiento bajo las condiciones mencionadas, donde se observan dos ligeros cambios de pendiente, relacionados con las transformaciones de fase (las flechas indican los inicios de las transformaciones) que sufrió el acero de manera consecutiva.

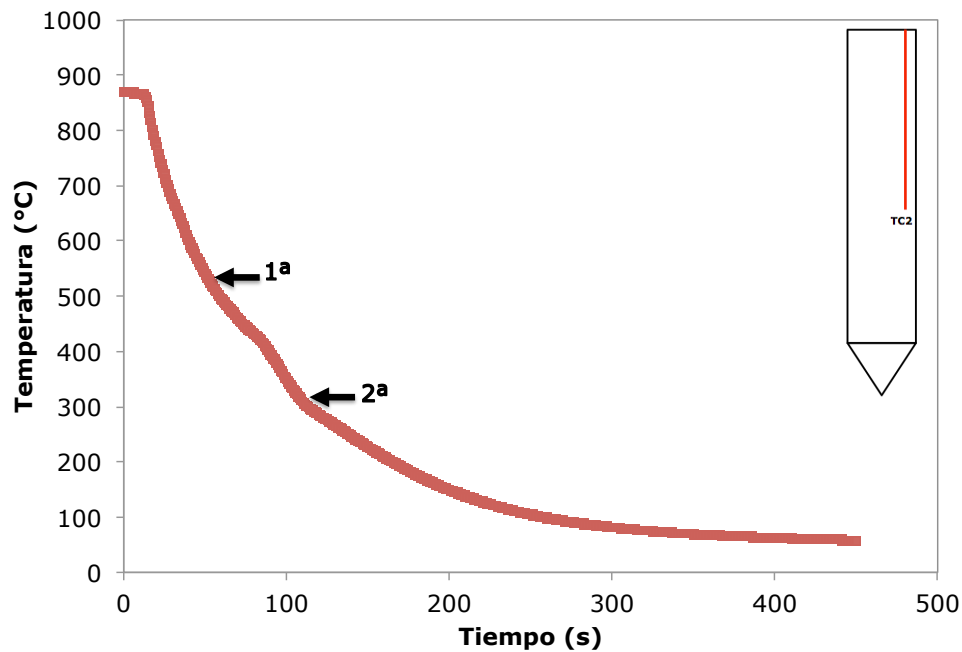


Figura 4.5 Curva de enfriamiento en la subsuperficie (TC2), con un flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).

En la Figura 4.6 se muestra un diagrama CCT para el acero AISI 4140 [11]. Dada la forma de la "nariz" de la transformación a bainita, las condiciones de enfriamiento en el reactor de lecho fluidizado favorecen la transformación ya sea a bainita o a martensita, pero la ventana de operación para producir una mezcla es pequeña. Esta es la razón por la que se tuvo que utilizar un valor de número de fluidización de 1.1 para producir bainita + martensita.

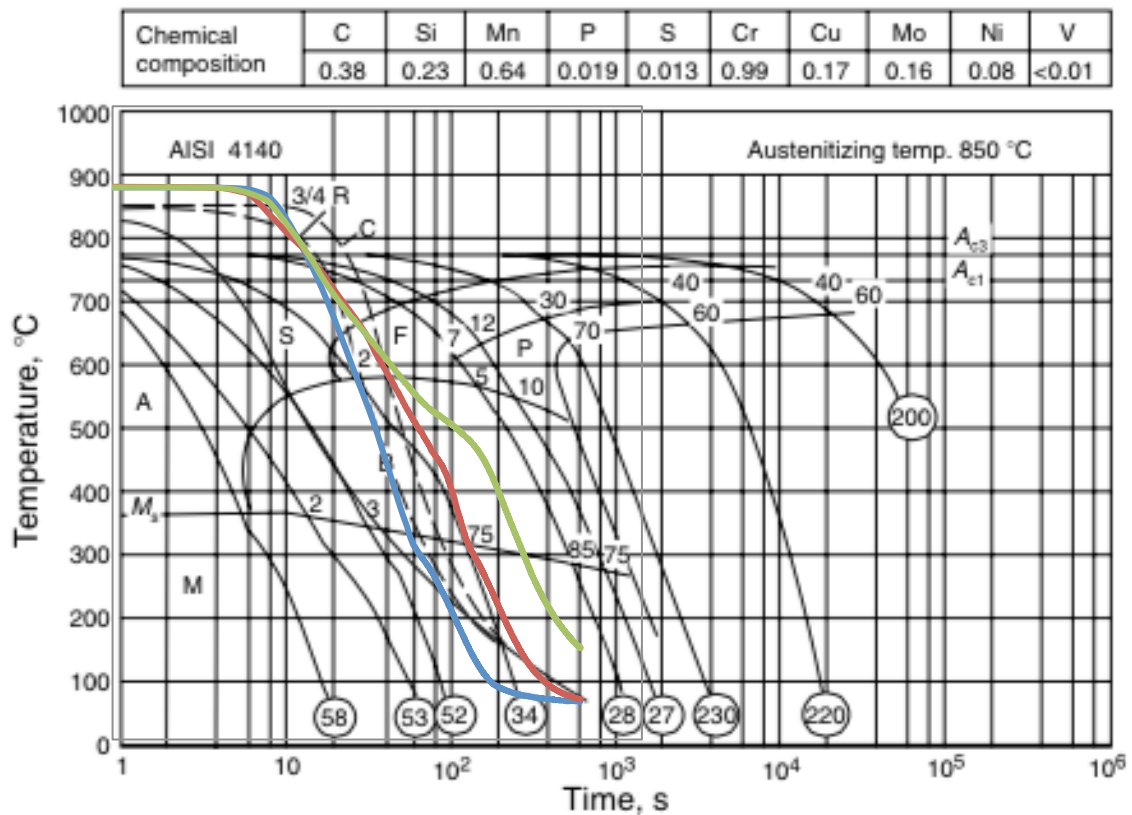


Figura 4.6 Diagrama CCT para el acero AISI 4140 [11]; se superponen las curvas para el enfriamiento en el reactor de lecho fluidizado para número de fluidización de 1 (verde), 1.1 (roja) y 1.8 (azul).

4.2 Rapidez de enfriamiento local

La Figura 4.7 muestra la rapidez de enfriamiento local como función del tiempo, calculada con los datos de la respuesta térmica obtenidos experimentalmente; la curva corresponde al experimento realizado con el máximo valor del número de fluidización ($N_f=1.8$). Se observa que en los primeros puntos hay un comportamiento casi lineal, hasta que se llega al punto máximo de la rapidez de enfriamiento (con un valor de -20.64 °C/s) y luego ésta comienza a disminuir hasta que, alrededor de los 60 s, hay un pequeño decremento en la rapidez de enfriamiento que se asocia con la transformación de fase (la flecha indica el inicio de la transformación) y después vuelve a seguir disminuyendo hasta que, cerca de los 200 s, comienza a estabilizarse.

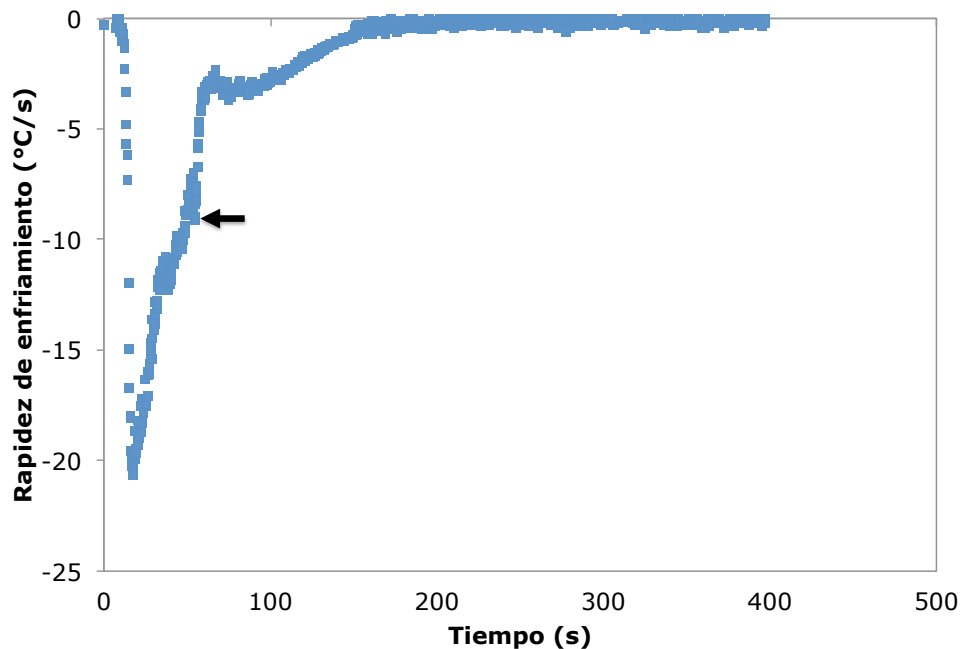


Figura 4.7 Rapidez de enfriamiento local vs. tiempo (experimental) en la subsuperficie (TC2), con un flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).

En la Figura 4.8 se presenta la rapidez de enfriamiento local como función del tiempo para las condiciones de flujo medio ($N_f=1.1$) y de fluidización mínima ($N_f=1.0$), donde la flecha indica el inicio de cada transformación.

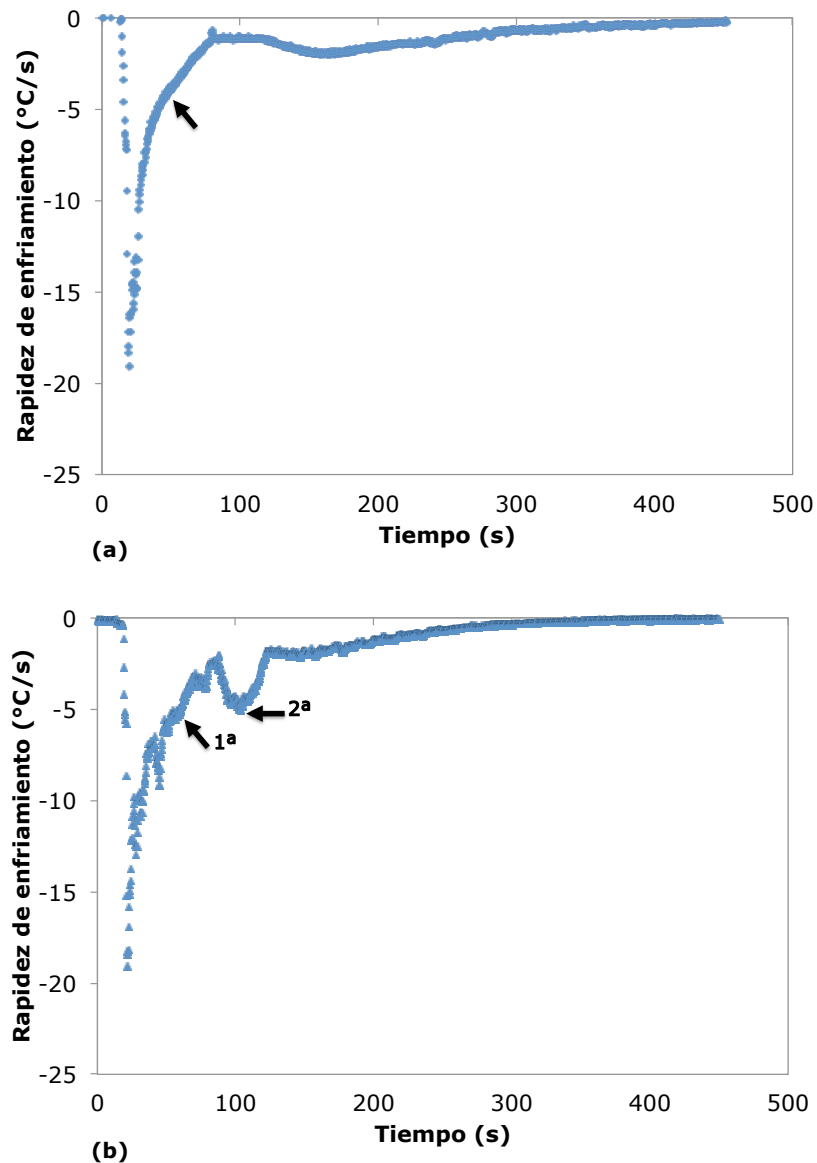


Figura 4.8 Rapidez de enfriamiento local vs. tiempo (experimental) en la subsuperficie (TC2) para: **a)** flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$); **b)** flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).

En la Figura 4.9 se muestra de la rapidez de enfriamiento local como función del tiempo para las tres condiciones experimentales. Se observa que el comportamiento al inicio es muy similar: los puntos máximos de cada curva se encuentran practicamente en el mismo tiempo, pero a diferente valor de rapidez de enfriamiento, siendo la curva obtenida con la fluidización máxima ($N_f=1.8$) para la que se obtiene un valor mayor de rapidez de enfriamiento, como se esperaba; sin embargo, se tiene practicamente el mismo valor de rapidez de enfriamiento con la fluidización mínima ($N_f = 1.0$), y utilizando un flujo ligeramente mayor ($N_f = 1.1$).

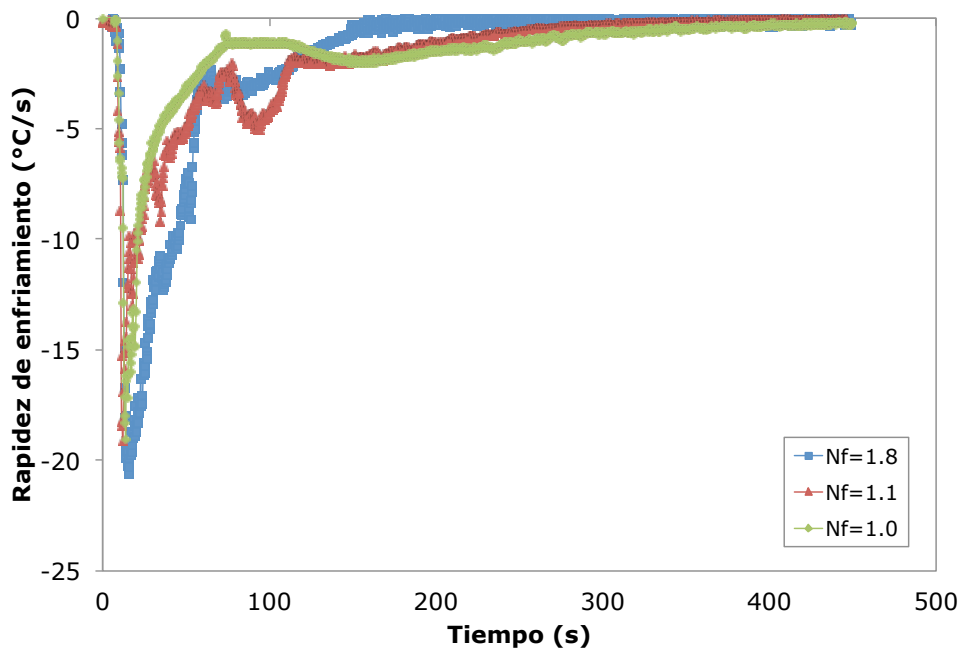


Figura 4.9 Rapidez de enfriamiento local vs. tiempo (experimental) en la subsuperficie (TC2) , para los tres valores de número de fluidización.

En la Figura 4.10 se muestra la rapidez de enfriamiento local como función de la temperatura local obtenida experimentalmente utilizando el valor máximo del número de fluidización ($N_f=1.8$); la flecha indica el inicio de la transformación a martensita. Nuevamente se observa en los primeros puntos (parte superior izquierda) un comportamiento lineal, después (cerca de los 800 °C) llega a la máxima rapidez de enfriamiento y luego comienza a disminuir casi linealmente hasta que, alrededor de los 300 °C, hay un decremento en la rapidez de enfriamiento, debido al comienzo de la transformación a martensita. Es práctica común en el análisis de curvas de enfriamiento que esta gráfica se presente con la rapidez de enfriamiento en el eje de las abcisas.

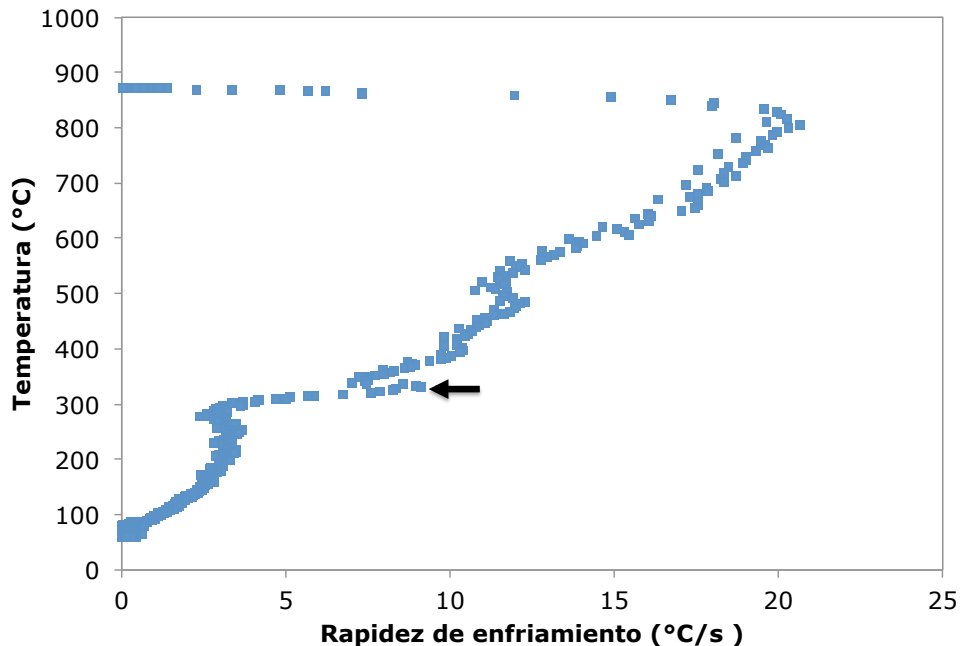


Figura 4.10 Rapidez de enfriamiento local vs. temperatura local (experimental) en la subsuperficie (TC2), con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).

En la Figura 4.11 se presenta la rapidez de enfriamiento local como función de la temperatura local para las condiciones de flujo medio ($N_f=1.1$) y de fluidización mínima ($N_f=1.0$); las flechas indican el inicio de cada transformación.

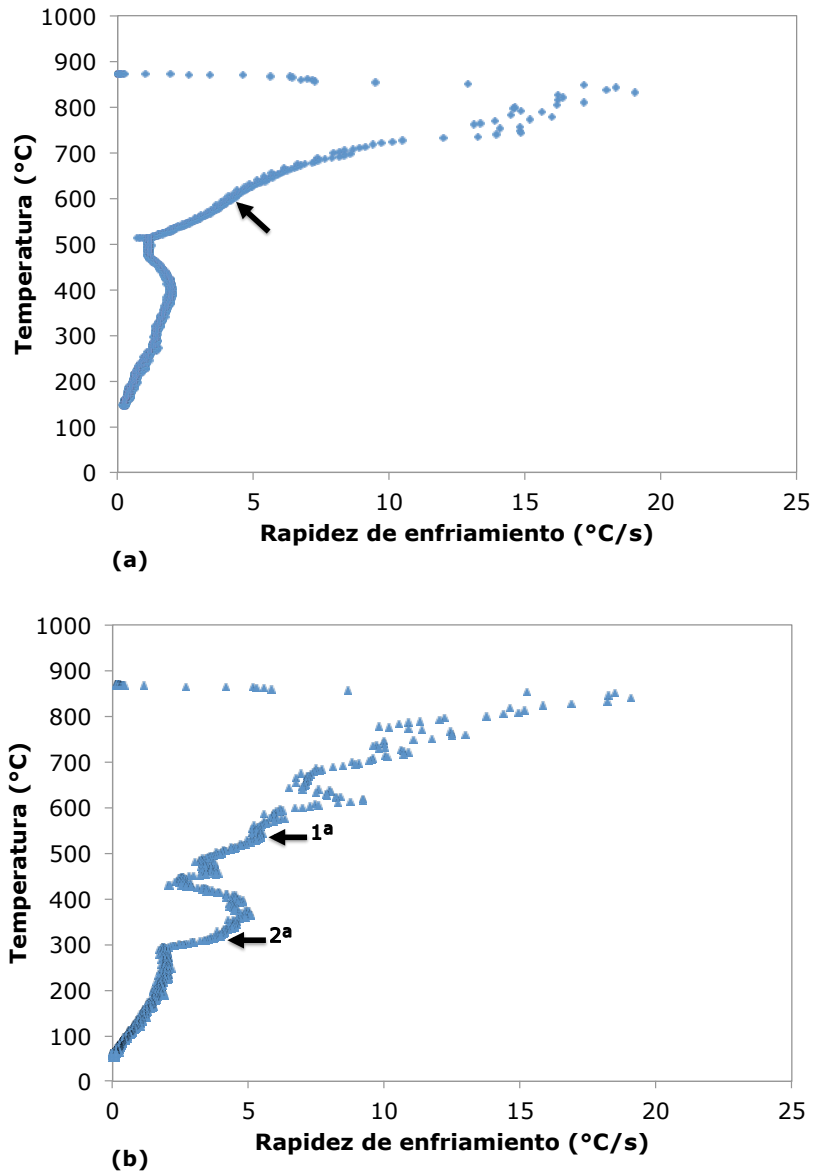


Figura 4.11 Rapidez de enfriamiento local vs. temperatura local (experimental) en la subsuperficie (TC2) para: **a)** flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$); **b)** flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).

Al hacer la comparación de las tres condiciones, como se muestra en la Figura 4.12, nuevamente se tiene un comportamiento en el que los puntos máximos se encuentran a una temperatura parecida; en este formato se aprecia mejor la diferencia en la rapidez de enfriamiento. En la curva que se obtuvo con la prueba de número de fluidización de 1.1 (línea roja), se observa con mayor claridad los decrementos de la rapidez de enfriamiento debidos a la transformación de fase. Comparándola con las otras curvas, coinciden aproximadamente a los 600 °C con la transformación a bainita obtenida con el valor mínimo del número de fluidización y a los 300 °C con la transformación a martensita de la curva realizada con el valor máximo del número de fluidización.

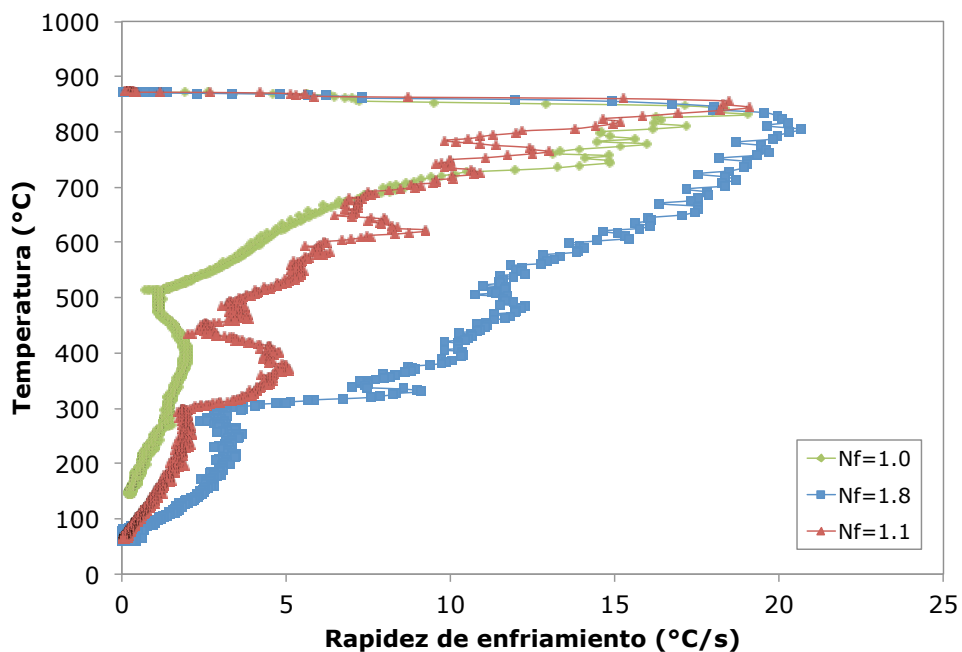


Figura 4.12 Rapidez de enfriamiento local vs. temperatura local (experimental) en la subsuperficie (TC2), para los tres valores de número de fluidización.

4.3 Estimación de la condición de calor de frontera térmica

La rapidez de enfriamiento local es un parámetro importante para el diseño de tratamientos térmicos; sin embargo, la condición de frontera térmica es clave para la modelación matemática de estos procesos. Como las respuestas térmicas obtenidas experimentalmente no estaban uniformemente espaciadas en el tiempo, los datos de la respuesta térmica en la posición del termopar de la subsuperficie a la mitad de la longitud de la probeta (TC2) se filtraron e interpolaron utilizando las herramientas del *software ModelaUNAM* [26].

4.3.1 Sin transformación de fase

Las respuestas térmicas (filtradas e interpoladas) se utilizaron como datos de entrada al ejecutar el *software WinProbe* [27] para estimar la condición de frontera térmica. Este *software* implementa la solución al problema inverso de conducción de calor (*IHCP*, por sus siglas en inglés) desarrollada por Beck *et al.* [21], para un sistema con flujo de calor unidimensional (dirección r de coordenadas cilíndricas) y sin generación de calor; aunque esto último no corresponde a los experimentos realizados, se utilizó el paquete computacional para obtener resultados que se compararán con una solución numérica del *IHCP* que sí incluye transformación de fase. Los parámetros de cómputo fueron: número de tiempos futuros = 4; 20 nodos en la región entre el termopar y la superficie; el paso de cálculo fue de 0.5 s para todos los valores de número de fluidización; las propiedades termofísicas del acero AISI 4140 se tomaron como constantes.

El resultado se obtuvo en forma de historia de *flux* de calor estimado y respuesta térmica estimada en la superficie, para cada experimento.

La Figura 4.13 muestra la curva de *flux* calor estimada en la superficie (estimado) en función del tiempo, para la prueba realizada con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$). Los primeros segundos, donde se tiene un valor de *flux* de calor cercano a cero, corresponden al intervalo de tiempo en el que la probeta se encontraba dentro del horno. Después, la extracción de calor se incrementa rápidamente en cuanto la probeta entra al seno del lecho, hasta que alcanza un máximo. Mientras sigue el enfriamiento, la extracción de calor disminuye de forma monótona conforme disminuye la fuerza motriz, hasta que se observa un cambio súbito en el *flux* de calor, cerca de los 70 segundos del tiempo transcurrido. Este cambio es efecto del inicio de la transformación de la austenita a la martensita (donde indica la flecha). Antes de este tiempo también se observa un ligero cambio en el *flux* de calor, alrededor de los 50 segundos; este se puede asociar al inicio de la transformación a bainita posiblemente. A medida que la probeta se acerca a alcanzar el equilibrio térmico con la cama del reactor el *flux* de calor disminuye (en valor absoluto) hasta llegar a cero.

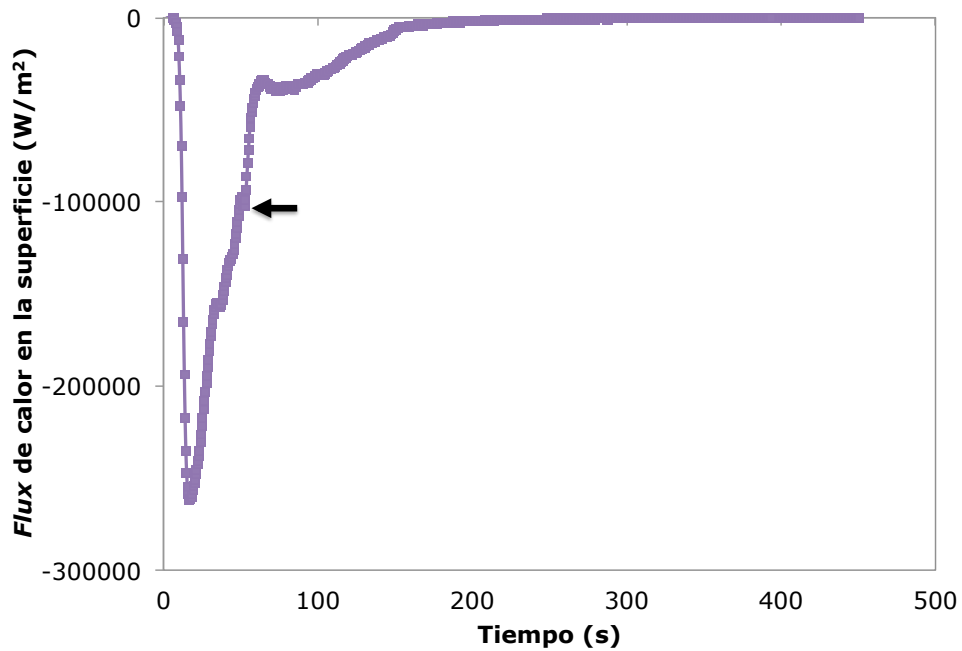


Figura 4.13 Flux de calor en la superficie vs. tiempo (estimado con *WinProbe*) con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).

La Figura 4.14 muestra el *flux* de calor en la superficie (estimado) en función del tiempo para las condiciones de flujo medio ($N_f=1.1$) y de fluidización mínima ($N_f=1.0$); las flechas indican el inicio de cada transformación.

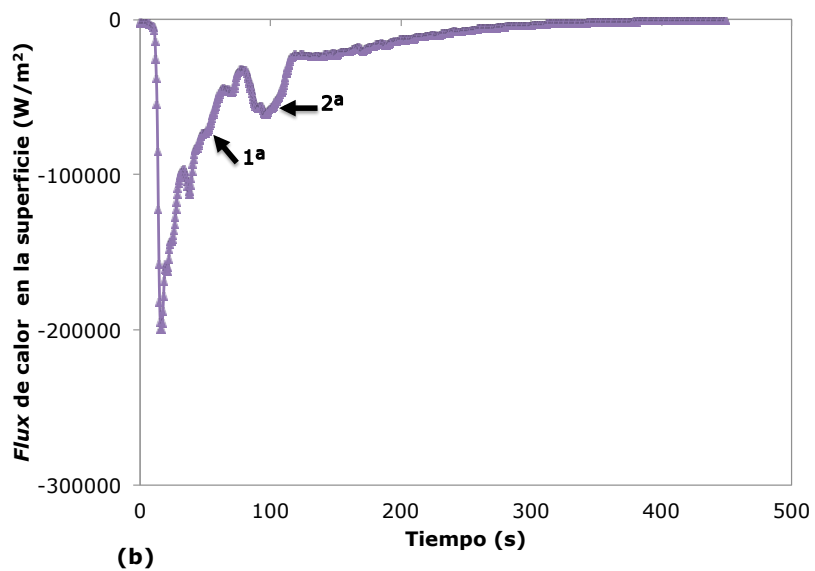
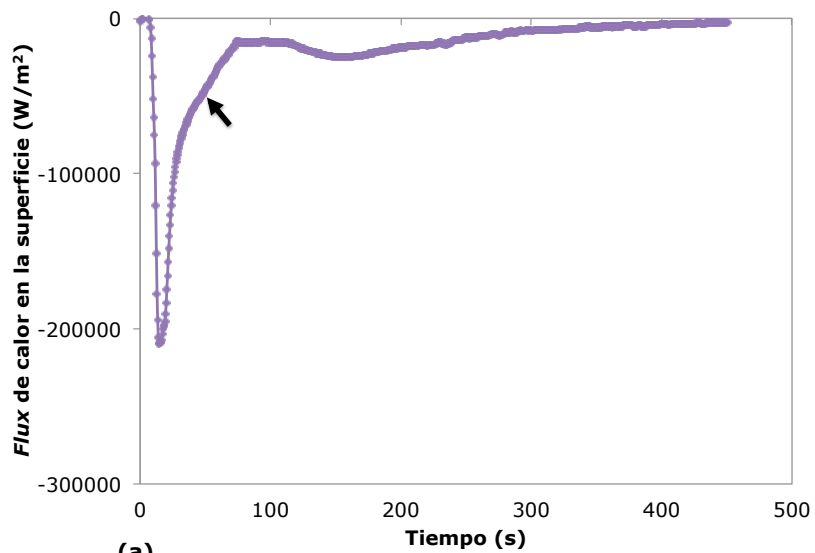


Figura 4.14 Flux de calor en la superficie vs. tiempo (estimado con *WinProbe*) para: **a)** flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$); **b)** flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).

En la Figura 4.15 se presenta la comparación de la historia del *flux* de calor en la superficie (estimado) para las tres condiciones de trabajo. Tienen un mismo comportamiento en el tiempo que transcurre de sacar la probeta del horno y entrar en el seno del lecho, con la

diferencia que la prueba realizada con el mayor número de fluidización extrae mayor cantidad de calor, mientras que las otras dos pruebas realizadas con el número de fluidización de 1.1 y 1.0 extraen menos con un valor similar entre ellas (se esperaba que la prueba realizada con el número de fluidización mínimo tuviera el valor mínimo). Todas las curvas siguen el comportamiento antes descrito, con la diferencia que el cambio súbito que se observa en el *flux* de calor cuando éste va disminuyendo ocurre a diferentes tiempos, de acuerdo a la transformación que se lleva a cabo en cada condición.

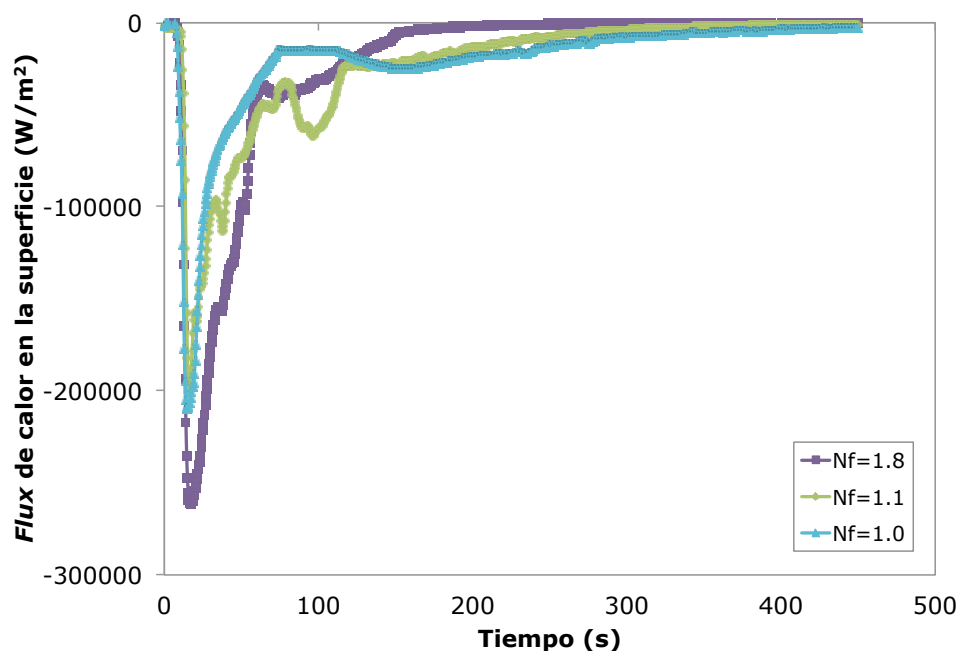


Figura 4.15 Flux de calor en la superficie vs. tiempo (estimados con *WinProbe*), para los tres valores de número de fluidización.

También se graficó la historia del *flux* de calor en la superficie (estimada) en función de la temperatura en la superficie (estimada), como se muestra en la Figura 4.16, que corresponde a la prueba realizada con el valor máximo del número de fluidización ($N_f=1.8$).

Como se puede observar no hay extracción de calor significativa hasta que la probeta entra al lecho, llegando luego al valor máximo de *flux* de calor. Después nuevamente se observa que va disminuyendo la extracción de calor (casi linealmente) hasta que se topa con el inicio de una transformación (donde lo indica la flecha); los cambios más perceptibles se encuentran cerca de los 500 °C y los 300 °C, siendo el primero un cambio menos notorio.

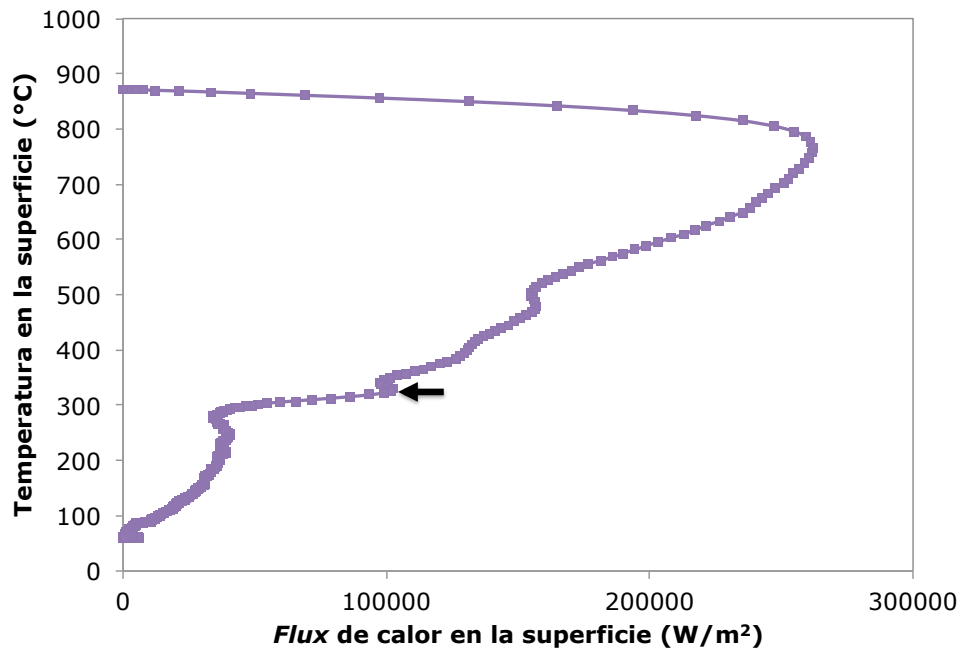
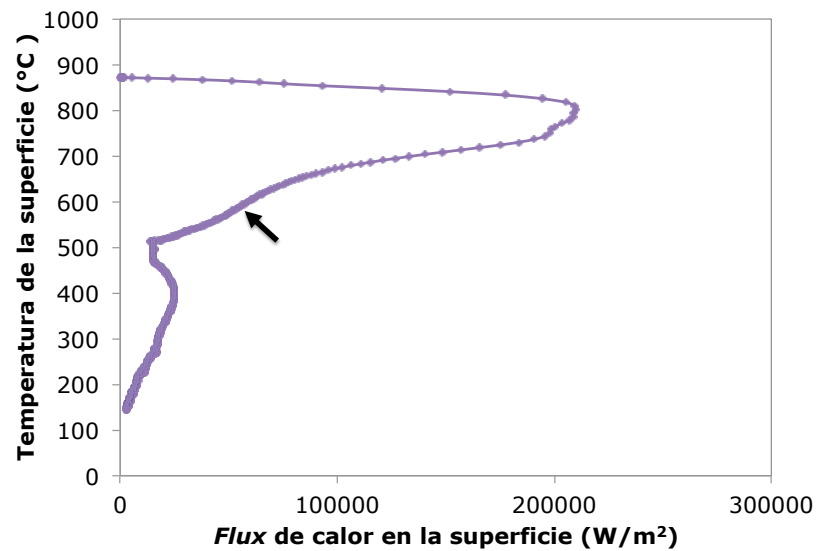
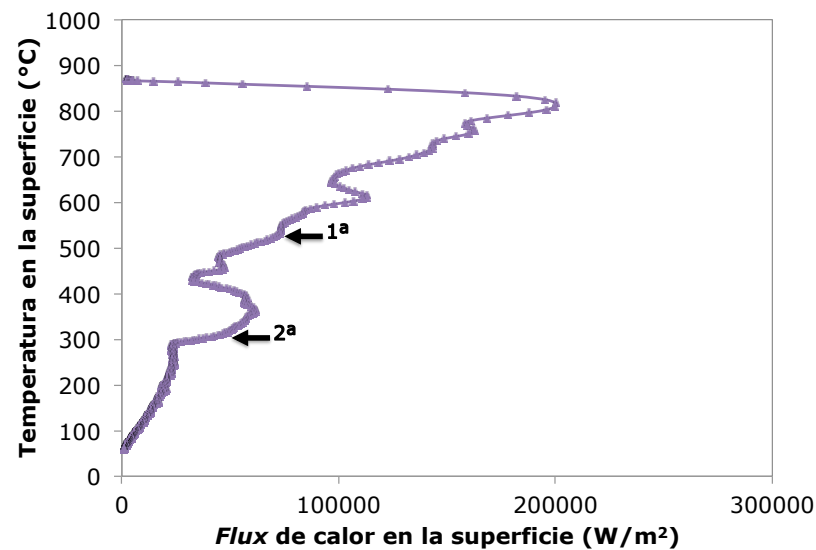


Figura 4.16 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie (estimado con *WinProbe*) con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).

La Figura 4.17 muestra el *flux* de calor en la superficie (estimado) en función del tiempo para las condiciones de flujo medio ($N_f=1.1$) y de fluidización mínima ($N_f=1.0$); las flechas indican el inicio de cada transformación.



(a)



(b)

Figura 4.17 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie (estimado con *WinProbe*) para: **a)** flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$); **b)** flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).

Al comparar las curvas obtenidas a las diferentes condiciones trabajadas, como se muestra en la Figura 4.18, hay un comportamiento similar al inicio del enfriamiento: los puntos máximos de *flux* de calor se encuentran casi a la misma temperatura, pero tienen distintos valores. En esta figura se puede apreciar mejor la diferencia de la extracción de calor de cada condición. También es más fácil asociar el cambio que sufre el *flux* de calor en la superficie cuando inicia una transformación, puesto que la prueba en la que se supone existen las dos transformaciones (línea verde), sus cambios coinciden con los cambios significativos de las curvas en los que solo se tiene una transformación (a los 550 °C para la transformación a bainita y alrededor de los 300 °C para la transformación de la martensita).

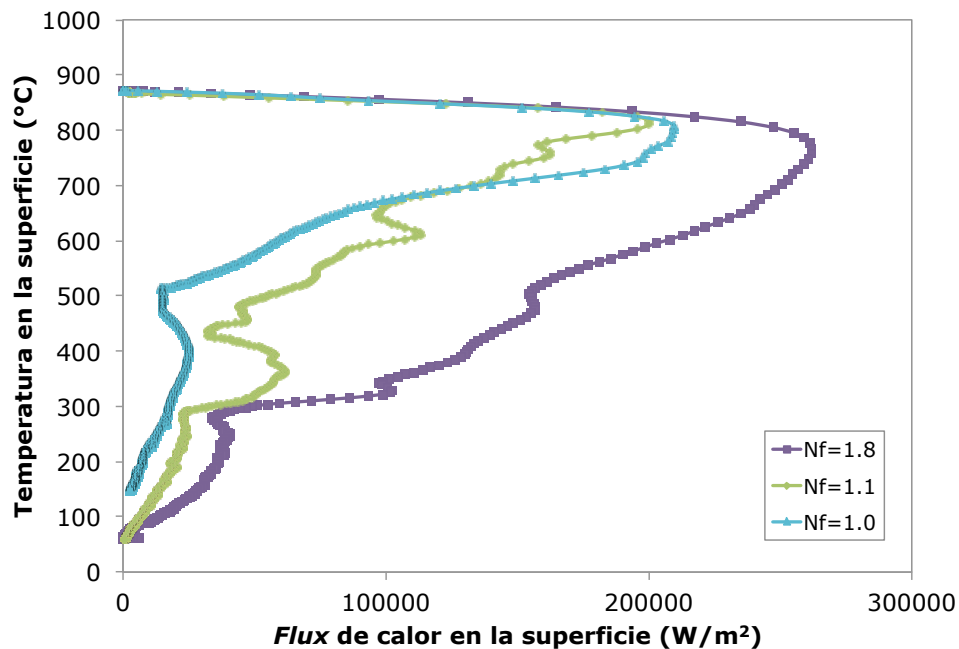


Figura 4.17 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie (estimados con WinProbe), para los tres valores de número de fluidización.

4.3.2 Con transformación de fase

Los datos de la respuesta térmica también se analizaron con el programa de cómputo **TmmFE** (*Thermal mechanical and metallurgical Finite Elements*) [22], que implementa el algoritmo de Beck *et al.* para el caso en el que sí existe transformación de fase.

La Figura 4.18 muestra la evolución del *flux* de calor en la superficie estimado (incluyendo la transformación de fase) en función de la temperatura en la superficie bajo la condición de número de fluidización a $N_f=1.8$. La gráfica muestra un comportamiento muy similar al obtenido con el algoritmo que no incluye transformación de fase. El *flux* de calor llega a un máximo y después va disminuyendo con los mismos cambios de comportamiento asociados a las transformaciones de fase.

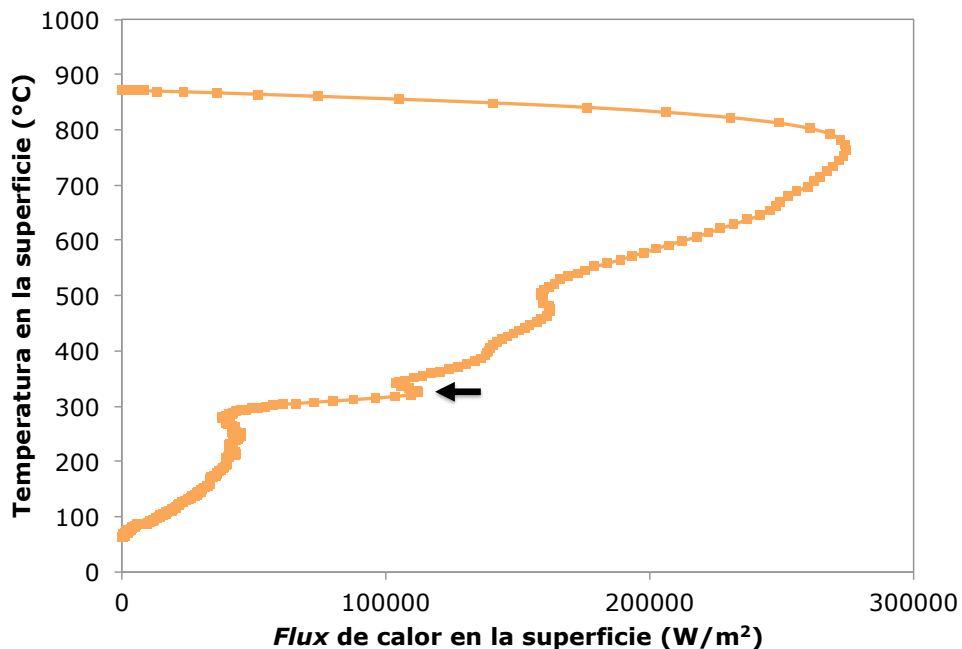
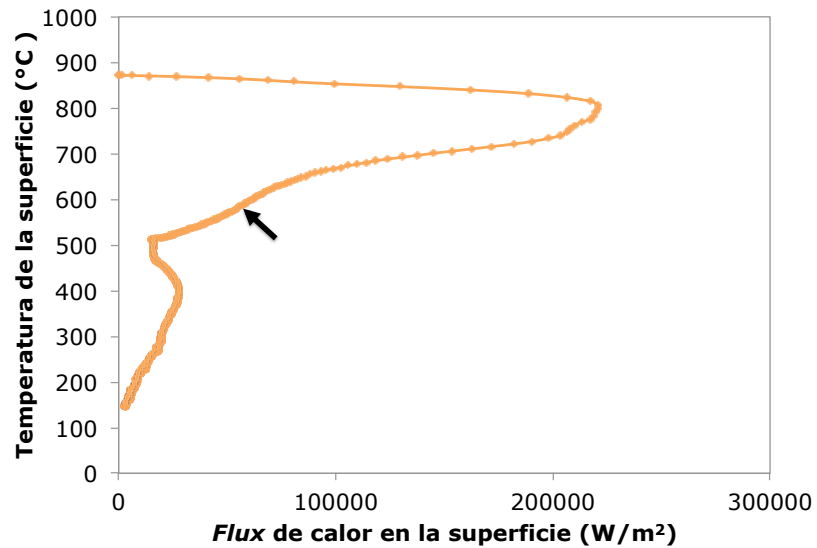
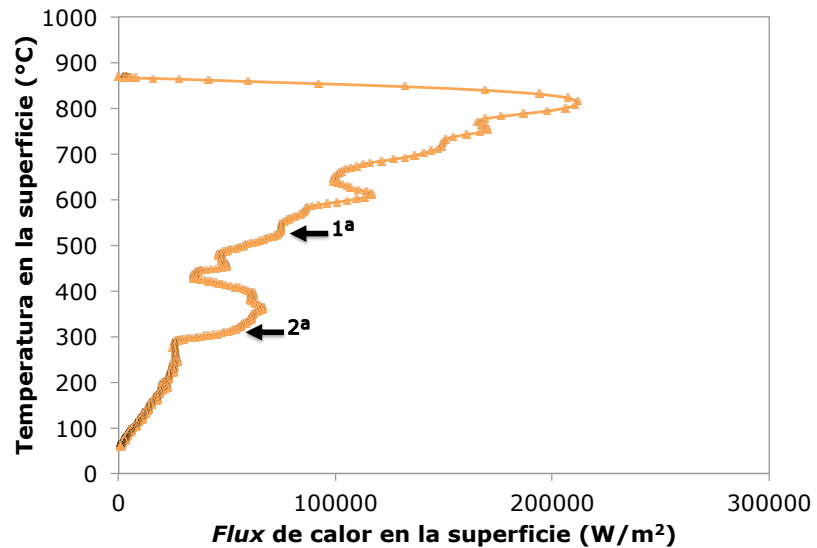


Figura 4.18 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie (incluyendo la transformación), con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).

La Figura 4.19 muestra el *flux* de calor en la superficie (estimado) en función del tiempo para las condiciones de flujo medio ($N_f=1.1$) y de fluidización mínima ($N_f=1.0$); las flechas indican el inicio de cada transformación.



(a)



(b)

Figura 4.19 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie (incluyendo la transformación) para: **a)** flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$); **b)** flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).

Se comparó el comportamiento de las tres condiciones (Figura 4.20), y nuevamente se obtuvo que la prueba realizada con el valor máximo del número de fluidización ($N_f = 1.8$) alcanza un mayor valor de flux máximo, mientras que la realizada con el número de fluidización igual a 1.1 (en la que ocurren las dos transformaciones) es la que tiene el valor más bajo del máximo *flux* de calor en la superficie.

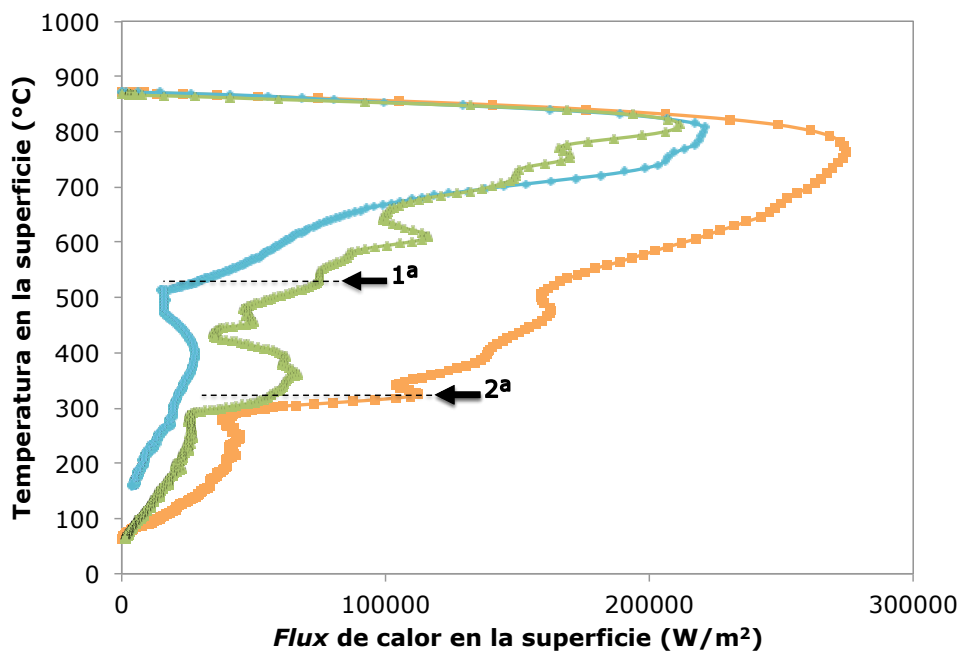


Figura 4.20 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie (incluyendo la transformación), para los tres valores de número de fluidización.

Las Figuras 4.21 a 4.23 muestran la evolución del *flux* de calor en la superficie con respecto de la temperatura en la superficie para cada uno de los diferentes números de fluidización, comparando los resultados estimados con la solución al *IHCP* donde no se incluía la transformación junto con los resultados donde si se incluía.

Como se puede observar los resultados son muy similares en toda la evolución de la curva, lo único que se obtiene son valores más altos del máximo *flux* de calor al estimarlos incluyendo la transformación.

De esta comparación se puede señalar que el programa utilizado para estimar la condición de frontera sin incluir la transformación puede ser utilizado para predecir la respuesta térmica de un acero que sí presenta transformación de fase con una buena aproximación y reafirma el hecho de que la solución al problema inverso de conducción de calor (*IHCP*, por sus siglas en inglés) puede parecer correcta aunque físicamente no lo sea, lo cual se debe a que por su naturaleza, el *IHCP* tiene un número infinito de soluciones.

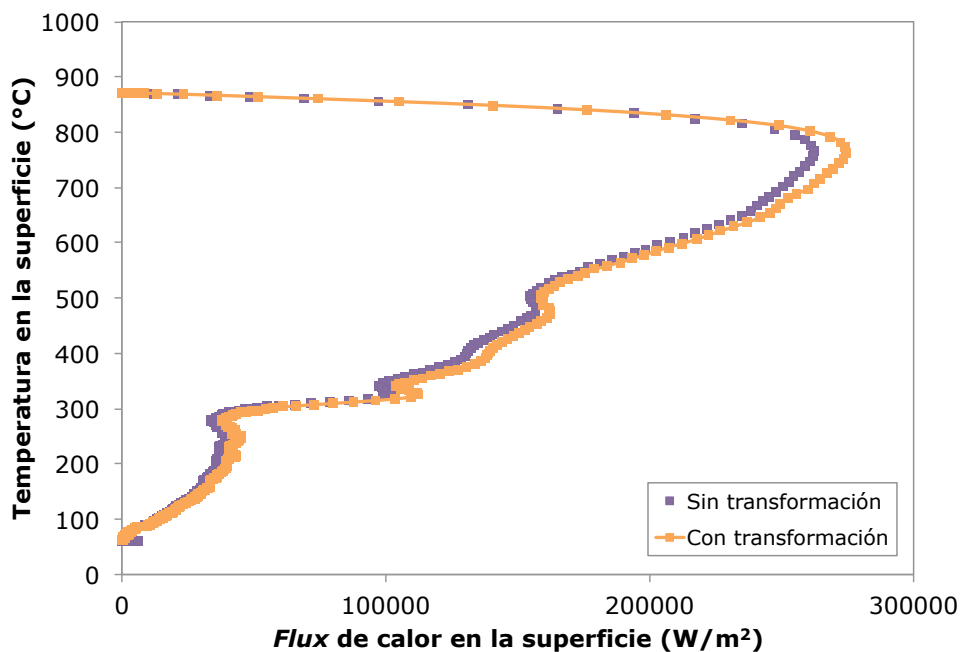


Figura 4.21 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie, con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).

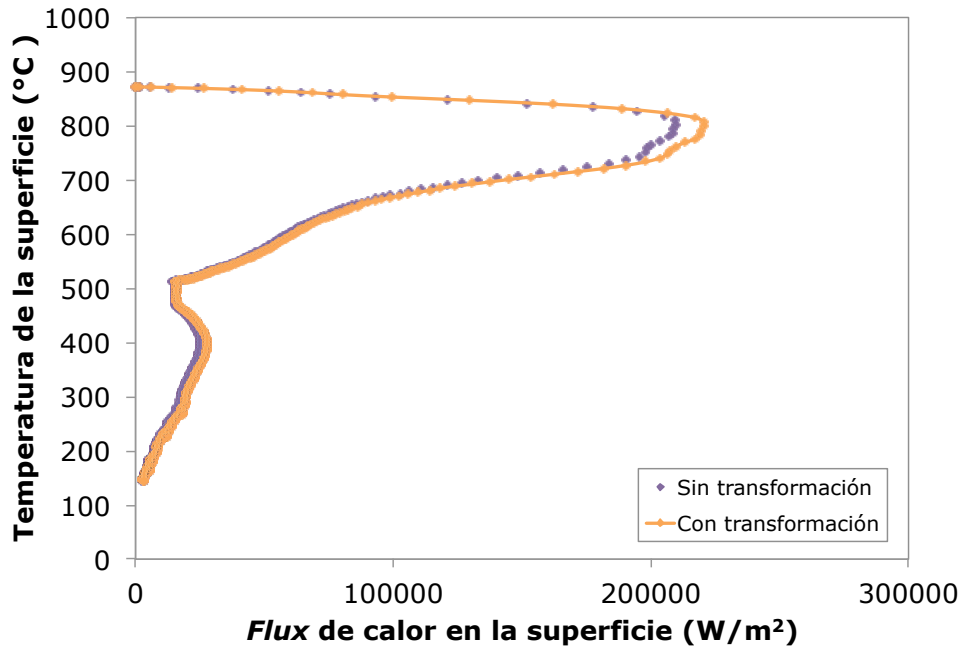


Figura 4.22 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie, con un flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$).

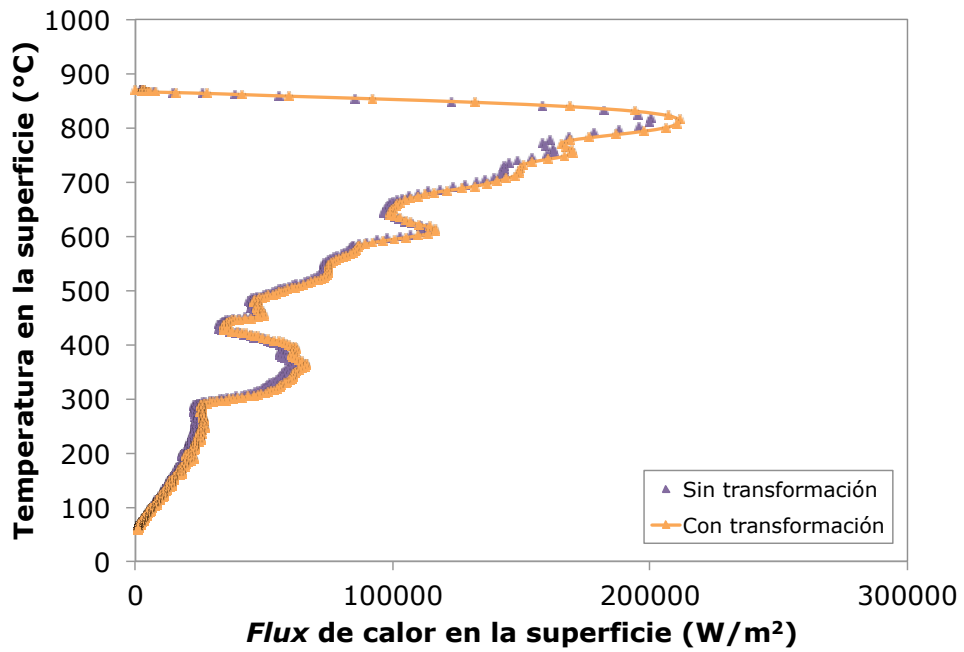


Figura 4.23 Flux de calor en la superficie vs. temperatura en la superficie, con un flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).

En la Tabla 4.1 se presentan los resultados que se obtuvieron para los puntos críticos en las curvas de enfriamiento a los diferentes números de fluidización trabajados, junto con los valores de *flux* de calor máximo estimados sin y con transformación de fase. El *flux* de calor máximo en la superficie aumenta ligeramente al incluir la transformación de fase en la estimación.

Tabla 4.1 Puntos críticos para los tres valores de número de fluidización.

Condición Parámetro	Fluidización mínima ($N_f = 1.0$)	Fluidización intermedia ($N_f = 1.1$)	Fluidización máxima ($N_f = 1.8$)
Rapidez de enfriamiento máxima	19.1°C/s	19.1°C/s	20.6 °C/s
<i>Flux</i> de calor máximo en la superficie (estimado sin transformación)	2.1×10^5 W/m ²	2.0×10^5 W/m ²	2.6×10^5 W/m ²
Temperatura en la superficie para el <i>flux</i> de calor máximo	809°C	822°C	766°C
<i>Flux</i> de calor máximo en la superficie (estimado con transformación)	2.2×10^5 W/m ²	2.1×10^5 W/m ²	2.7×10^5 W/m ²
Temperatura en la superficie para el <i>flux</i> de calor máximo	806°C	814°C	772°C

4.4 Validación

A continuación se presentan las respuestas térmicas experimentales en las tres condiciones a las que se trabajó, comparadas con las respuestas térmicas simuladas (Figuras 4.24 a 4.26), para el termopar localizado en el centro geométrico de la probeta. En la simulación la curva es estimada incluyendo la transformación de fase.

Como se puede observar en cada una de las curvas, los resultados experimentales son similares a los simulados, por lo que el modelo y la estimación de la condición de frontera mediante la solución al problema inverso de conducción de calor (*IHCP*) fueron validados.

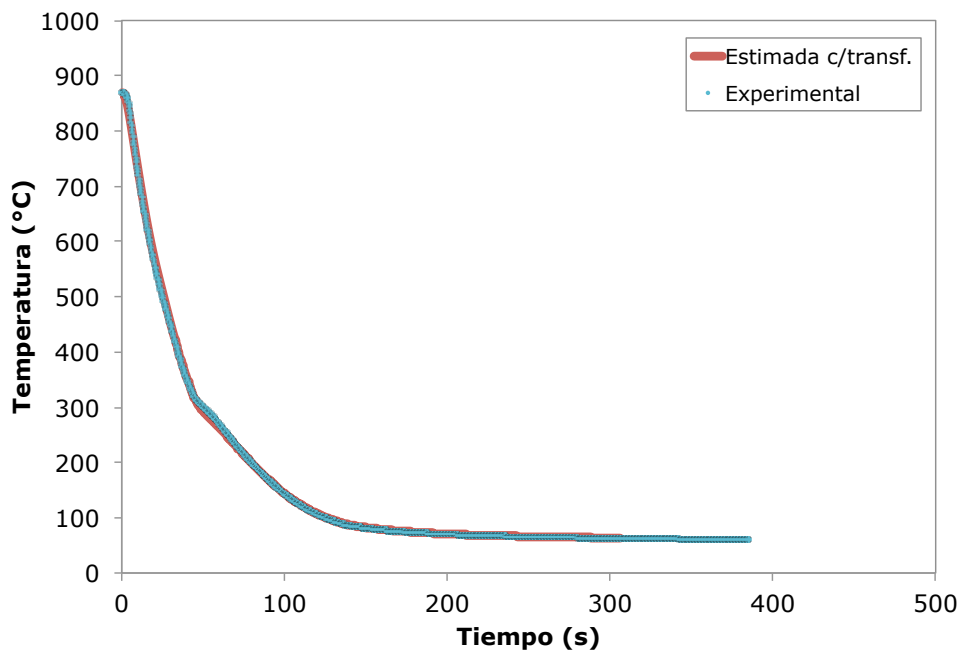


Figura 4.24 Curvas de enfriamiento en el centro geométrico de la probeta (TC1), con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).

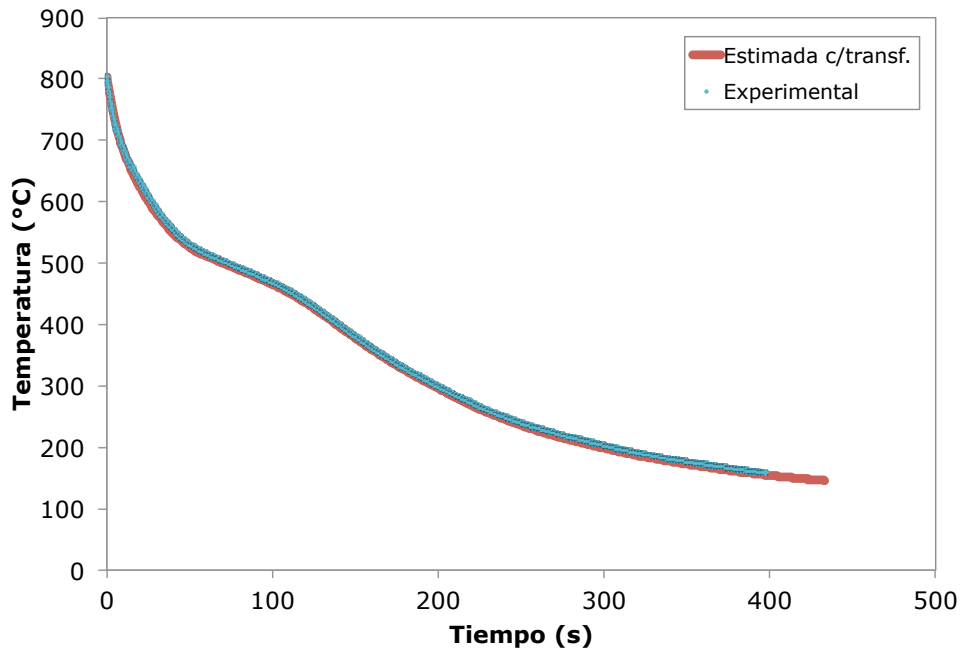


Figura 4.25 Curvas de enfriamiento en el centro geométrico de la probeta (TC1), con un flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$).

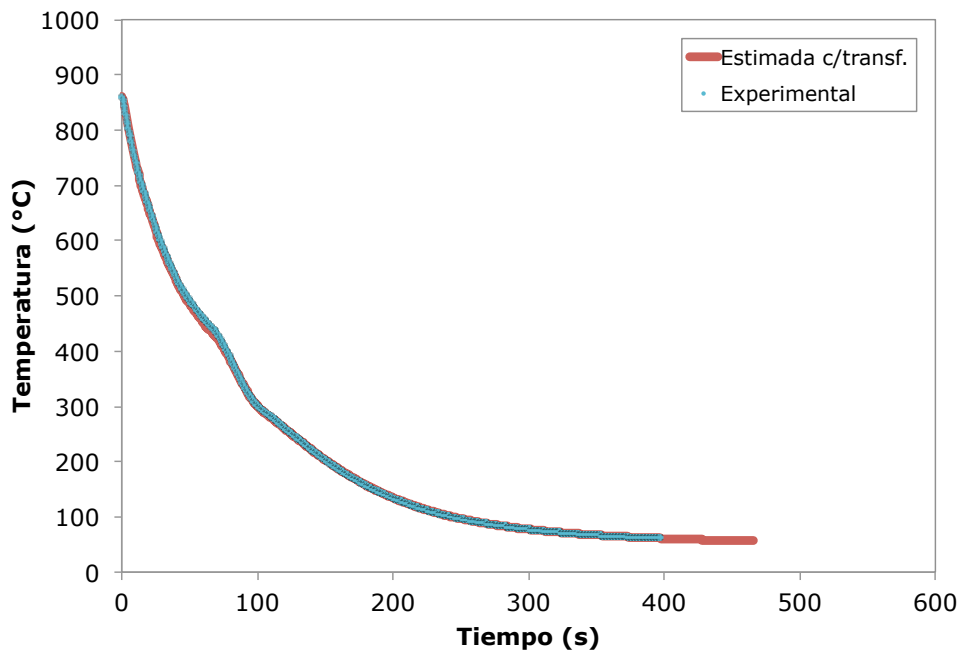


Figura 4.26 Curvas de enfriamiento en el centro geométrico de la probeta (TC1), con un flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).

4.5 Evaluación de la transformación de fase

El programa de cómputo **TmmFE** (*Thermal mechanical and metallurgical Finite Elements*) resuelve simultáneamente el IHCP y la evolución del campo microestructural. Las Figuras 4.27, 4.29 y 4.31 muestran la evolución de la fracción transformada en la superficie (calculada a partir de la ecuación 2.19) junto con la curva de *flux* de calor en la superficie (estimada) para cada una de las condiciones $N_f = 1.8, 1.0$ y 1.1 , respectivamente. La fracción transformada se lee en el eje de la izquierda mientras que el *flux* de calor en el de la derecha.

Se puede observar que para cada inicio de transformación de cualquier microestructura se le puede asociar un cambio en la pendiente de la disminución de *flux* de calor, pues la transformación hace que haya un ligero incremento en el *flux* de calor.

Aunque en la Figura 4.27 existen oscilaciones en el descenso del *flux* de calor, los cambios más significativos se observan en los inicios de una transformación de fase; por ejemplo, alrededor de los 550 °C se observa un cambio correspondiente al inicio de la transformación de la bainita y el más notorio es el de la transformación de martensita a los 320 °C aproximadamente.

En la Figura 4.29, que corresponde al valor mínimo del número de fluidización ($N_f = 1.0$), estos cambios son menos perceptibles, pero sí se presentan.

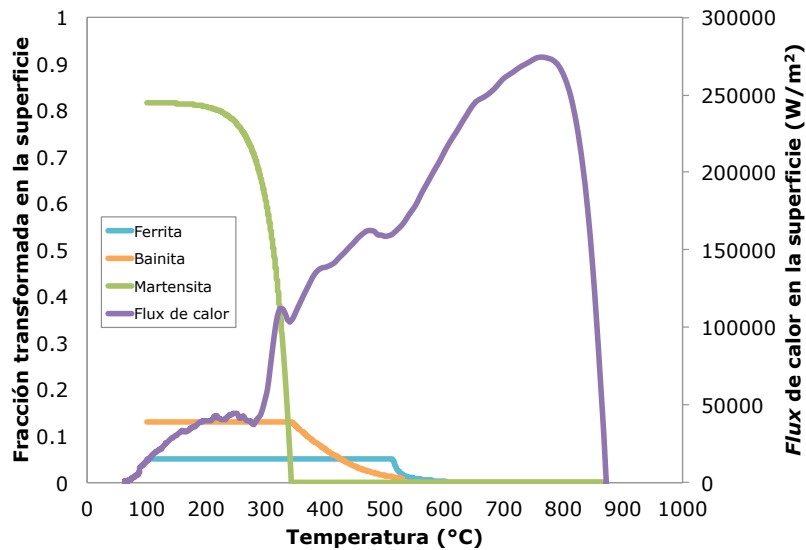


Figura 4.27 Evolución de la fracción transformada en la superficie y del *flux* de calor en la superficie, para un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).

Una vez tratadas térmicamente, las probetas se prepararon para observación metalográfica y medición de dureza. Para el caso de $N_f = 1.8$ la microestructura final producida en el centro es casi totalmente martensítica, como se muestra en la Figura 4.28; de acuerdo a la Figura 4.27, la cantidad de martensita predicha es de arriba de 80 %. La dureza correspondiente es de 52 HRC.

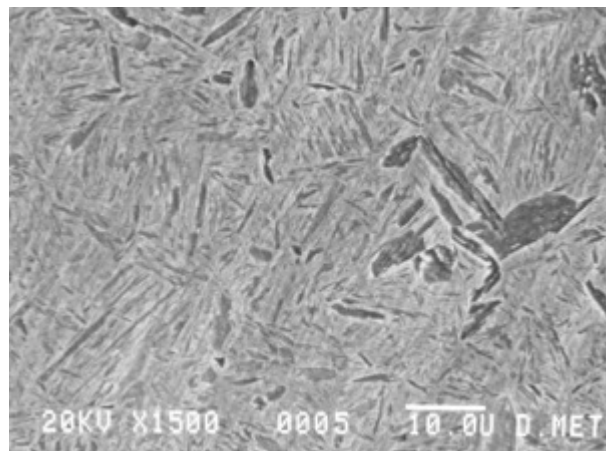


Figura 4.28 Microestructura (nominalmente a 1500x) en el centro de la probeta templada con número de fluidización 1.8.

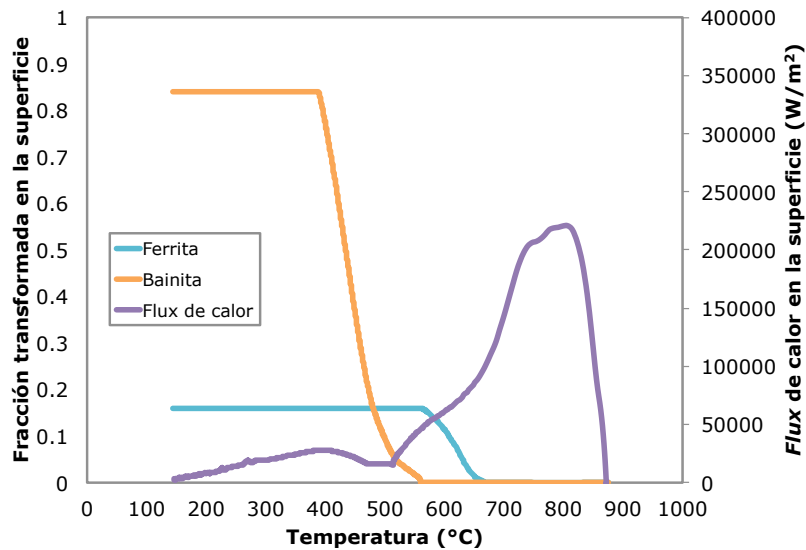


Figura 4.29 Evolución de la fracción transformada en la superficie y del *flux* de calor en la superficie, para un flujo de aire de 56 LPM ($N_f=1.0$).

Para el temple con número de fluidización de 1.0 la microestructura final producida en el centro de la probeta es casi totalmente bainítica, como se muestra en la Figura 4.30; de acuerdo a la Figura 4.29, la cantidad de bainita predicha es de arriba de 80 %. La dureza correspondiente es de 32.2 HRC.

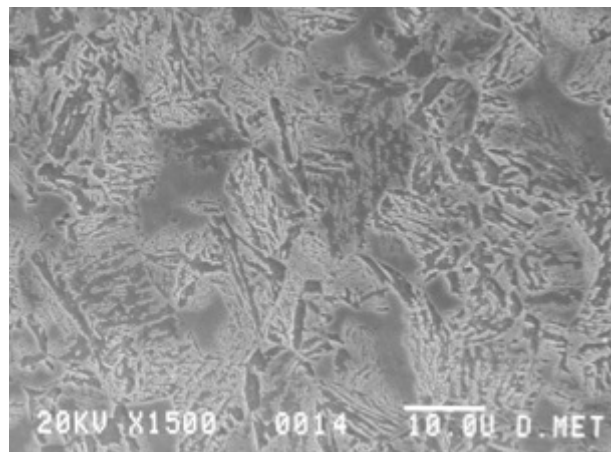


Figura 4.30 Microestructura (nominalmente a 1500x) en el centro de la probeta templada con número de fluidización 1.0.

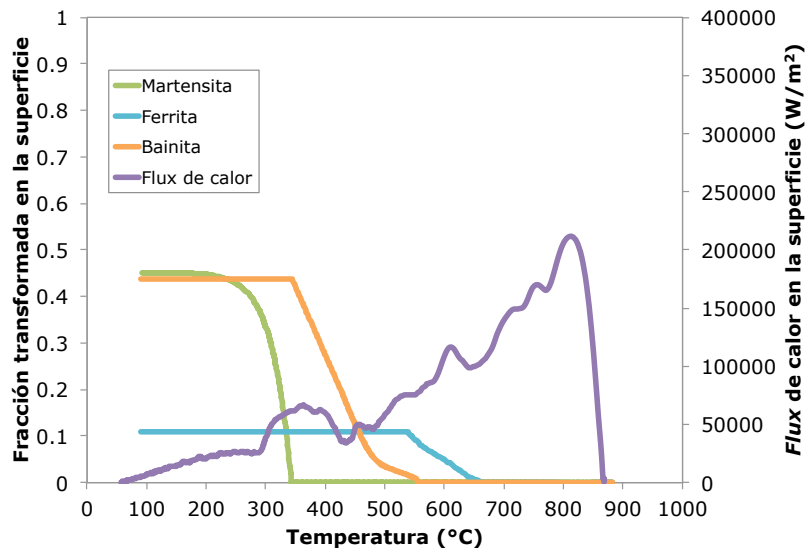


Figura 4.31 Evolución de la fracción transformada en la superficie y del *flux* de calor en la superficie, para un flujo de aire de 62 LPM ($N_f=1.1$).

Finalmente, cuando se utilizó un número de fluidización de 1.1, en el centro de la probeta mostró una combinación de martensita y bainita, con la martensita ligeramente en mayor proporción (ver Figura 4.32); de acuerdo a la Figura 4.31, la cantidad de martensita y de bainita calculada es de arriba de alrededor de 45 %. La dureza correspondiente es de 46 HRC.

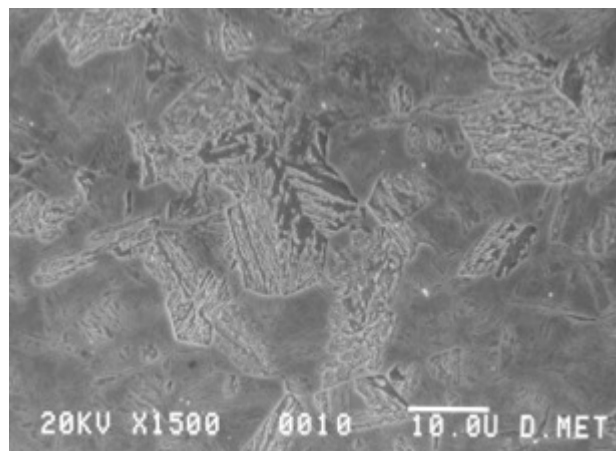


Figura 4.32 Microestructura (nominalmente a 1500x) en el centro de la probeta templada con número de fluidización 1.1.

En general, las microestructuras observadas corresponden a los valores finales calculados con el modelo matemático, lo que constituye otra fuente de validación del mismo. Asimismo, las durezas medidas en el centro de la probeta están en los rangos esperados de acuerdo a las distribuciones de microestructura calculadas.

4.6 Coeficiente de transferencia de calor y número de Biot

En algunos cálculos de transferencia de calor se utiliza al coeficiente de transferencia de calor para caracterizar al intercambio de energía térmica entre una superficie y el fluido en contacto con ésta. El coeficiente de transferencia de calor está relacionado con el *flux* de calor de la superficie mediante la ley de Enfriamiento de Newton.

La Figura 4.33 muestra el coeficiente de transferencia de calor (calculado con los valores de *flux* de calor en la superficie y temperatura de la superficie estimados con el programa *WinProbe*) con respecto a la temperatura en la superficie estimada con el mismo programa bajo la condición de fluidización máxima $N_f = 1.8$. Se observa que al inicio del enfriamiento el coeficiente de transferencia de calor tiene un aumento súbito, después se estabiliza, hasta que cae rápidamente (línea punteada) debido a la transformación de fase de la austenita a martensita.

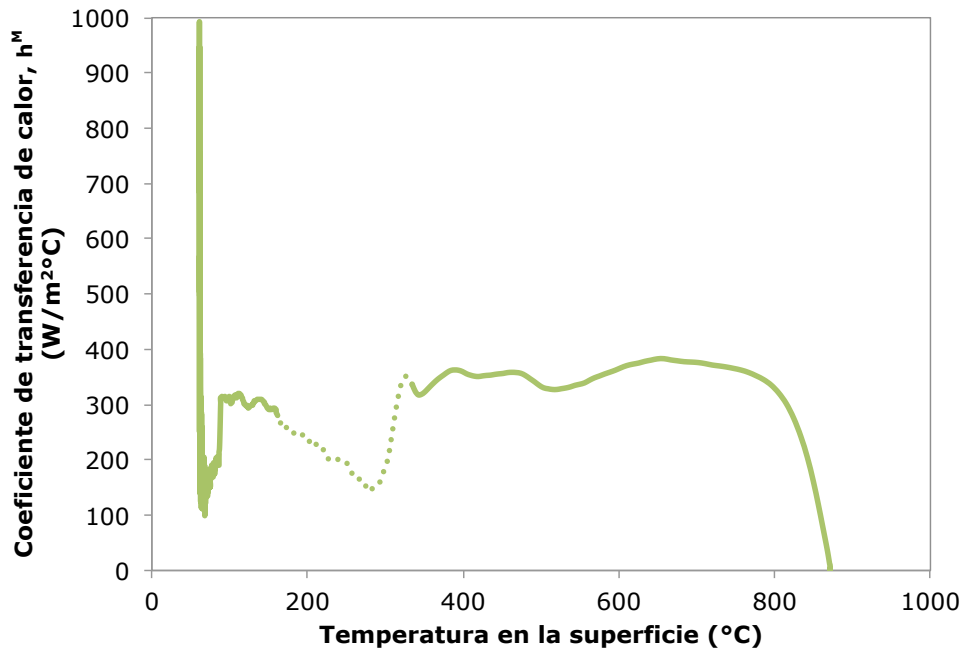


Figura 4.33 Coeficiente de transferencia de calor vs temperatura en la superficie (estimados con los valores calculados con *WinProbe*), con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).

En la Figura 4.34 se muestra el número de Biot en función de la temperatura de superficie (estimada con *WinProbe*) para la prueba realizada con el número de fluidización igual a 1.8; la curva muestra un comportamiento idéntico al obtenido en la Figura 4.33, debido a que el número de Biot depende del coeficiente de transferencia de calor:

$$Bi = \frac{\bar{h}L}{k} \quad (2.16)$$

donde:

\bar{h} es el coeficiente de calor en la superficie

L es una longitud característica

k es la conductividad térmica en el material del cuerpo

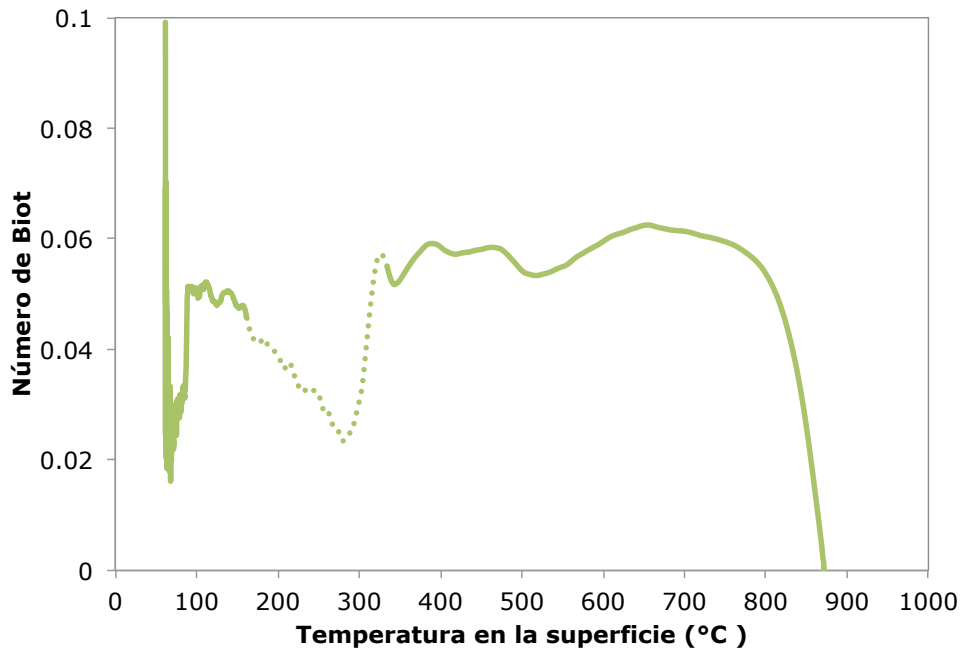


Figura 4.34 Número de Biot vs temperatura en la superficie (estimada con *WinProbe*), con un flujo de aire de 100 LPM ($N_f=1.8$).

Se muestra la prueba realizada con el valor máximo del número de fluidización debido a que es la condición más extrema, en donde habría mayor posibilidad de que no existiera un enfriamiento newtoniano (gradientes térmicos despreciables); se puede corroborar que no hay gradientes radiales significativos en la probeta, puesto que todos los valores en el enfriamiento están por debajo del valor crítico ($Bi \leq 0.1$)

5 Conclusiones

Con el trabajo experimental realizado se obtuvieron respuestas térmicas que produjeron las transformaciones microestructurales que se buscaban.

La condición de frontera estimada con el programa *WinProbe* puede ser utilizada para predecir la respuesta térmica de un acero que sí transforma, pero la solución del *IHCP* con este código no permite el cálculo simultáneo de la evolución microestructural.

El comportamiento observado entre los resultados (respuesta térmica y microestructura en el centro de la probeta) experimentales y los simulados son muy similares, por lo que validaron la estimación de la condición de frontera mediante la solución de *IHCP*.

6 Referencias bibliográficas

1. Heat Treating. En *Metals Handbook*, Vol. 4, 9ª ed., Ohio, ASM International, 1981, pp. 39- 58.
2. Totten G.E., Ph.D., FASM. "Steel Heat Treatment Handbook". 2ª ed. Taylor and Francis Group, 2006, EUA, pp. 145-146, 159-163, 395.
3. Krauss, G. "Principles of Heat Treatment of Steel". 1ª ed. EUA, ASM International, 1989, pp. 43-48,75-80.
4. Apraiz, J. "Tratamientos Térmicos de los aceros". 8ª ed. España, CIE Inversiones Editoriales Dossat, 2000, pp. 116-120,124-126.
5. Askeland, D. "Ciencia e Ingeniería de los materiales". México, International Thomson editores, 3ª edición, 1998, pp. 307-309.
6. *Metals Handbook*, Vol. 8, 8ª Ed., American Society for Metals 1973.
7. Grinberg M.K. "Tratamientos térmicos de aceros y sus prácticas de laboratorio". México, Editorial Limusa, 1986, pp. 22-23,83.
8. Tensi, H., Stich, A., y Totten, G. "Fundamentals about quenching by submerging". *Proceedings of International Heat Treating Conference: Equipment and Processes*: pp. 243-251, abril 1994.
9. Totten G.E., Bates C.E., y Clinton N.A. "Handbook of Quenchants and Quenching Technology". EUA, ASM International, 1993, pp. 70-72, 161- 188.
10. Bender, E., y Gilliland, H. "New Way to Measure Quenching Speed", *Steel*, diciembre 1957, pp. 56-59.
11. Bender, E., y Gilliland, H. "Magnetic Test Accurately Compares Heat Extraction Properties of Quenching Media", *Tooling & Production*, septiembre 1958, pp. 55-58.
12. Boyer H., Cary P. "Quenching and Control of Distortion". 1ª ed. Universidad de Michigan, EUA, ASM International, 1988, pp. 12-15.

13. G.H. Geiger, D.R. Poirier. "Transport Phenomena in Metallurgy", Addison-Wesley Publishing Company, Reading, 1973, Massachusetts, pp. 102-105.
14. R. W. Reynolson, Heat Treatment in Fluidized Bed Furnaces, ASTM International, 1995, United States of America, pp. 3 – 10, 33 – 54, 85 – 110.
15. Hernández-Morales J.B., Dueñas-Pérez A.M., Díaz-Cruz M., Yates R. "Mathematical Model of the Microstructural Response of a Medium-Carbon, Low-Alloy Steel Quenched in a Fluidized Bed" En: *Proceedings of the 24th ASM Heat Treating Society Conference USA*. ASM International, 2007, pp. 231-232.
16. Dueñas A. M. "Análisis de la evolución microestructural de los aceros grado maquinaria (AISI 4140 y AISI 9840) durante el temple en un lecho fluidizado alúmina – aire" Tesis de Maestría, Instituto Politécnico Nacional, Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, 2007, pp. 15-26.
17. Gür C. Hakan, Simir Caner, "Simulation of Quenching: A Review", *Materials Performance and Characterization*, Vol. 1, Issue 1, 2012, pp. 1-37, doi:10.1520/MPC104479. ISSN 2165-3992.
18. Hernández-Morales B., Téllez-Martínez J.S., Pérez W., Olaya J.J., Dueñas-Pérez A.M. "Modelación matemática de la respuesta térmica y microestructural durante el temple del acero 5160H" En: *Congreso SAM/CONAMET 2009*, Buenos Aires, 2009.
19. Rappaz M., Bellet M., Deville M. "Numerical Modeling in Materials Science and Engineering". Germany, Springer, 2003, pp. 447.
20. Hernandez-Morales B., Brimacombe J.K., Hawbolt E.B. *Application of Inverse Techniques to determine Heat-Transfer*

- Coefficients in Heat-Treating Operations*. Journals of Materials Engineering and Performance, 1992, ASTM International.
21. Beck J.V., Blackwell B., St. Clair Jr. C.R. *Inverse Heat Conduction: Ill-Posed Problems*. New York, 1985, Wiley-Interscience.
 22. Prasanna-Kumar T.S., Hernández-Morales B., Totten G.E., ""Reference QuenchProbe" – An Alternative Probe Design for In-Situ Estimation of Cooling Rates, Heat Flux and Hardenability During Immersion Quenching of Hardenable Steels," *Materials Performance and Characterization*, 2014, doi:10.1520/MPC20140003. ISSN 2165-3992.
 23. D.P. Koistinen and R.E. Marburger, *A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels*, *Acta Metallurgica*, 7, 59-60 (1959).
 24. Brooks, Ch.R. "Principles of the Heat Treatment of Plain Carbon and Low Alloy Steels". ASM International, 1996, pp. 235-242.
 25. "Alloy Steel" En: *Heat Treater's Guide, Practices and Procedures for Irons and Steels*. 2^a ed. ASM International, 1998, pp. 319-320.
 26. <http://depa.pquim.unam.mx/modelaunam/> (consultada el 27 de septiembre del 2014).
 27. Meekisho L., Hernández-Morales B., Téllez-Martínez J.S., Chen X. "Computer-aided cooling curve analysis using WinProbe", *Int. J. Materials and Product Technology*, Vol. 24, Nos. 1-4, 2005, pp. 155-169.

Apéndice A

Oxidación durante el ciclo térmico

A continuación se muestran las microestructuras en la orilla de la probeta para cada uno de los pasos del ciclo térmico. Esto se realizó para corroborar que la pieza no sufrió oxidación significativa durante los tratamientos térmicos.

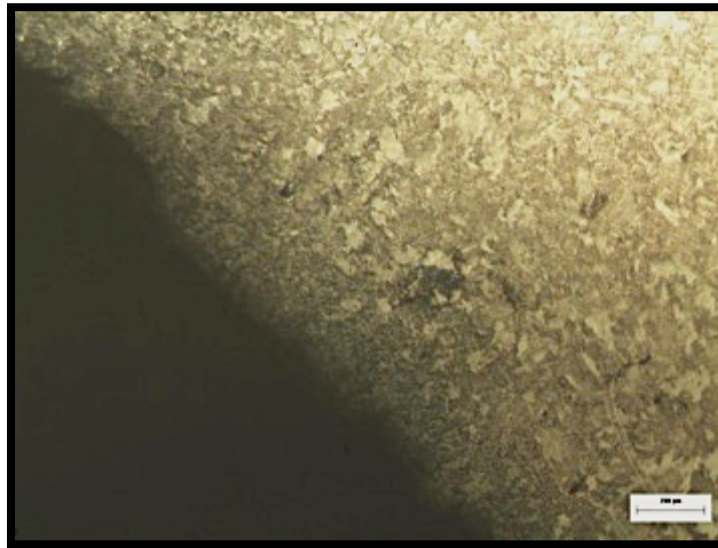


Figura A1. Microestructura de la probeta inicial (sin tratamiento).

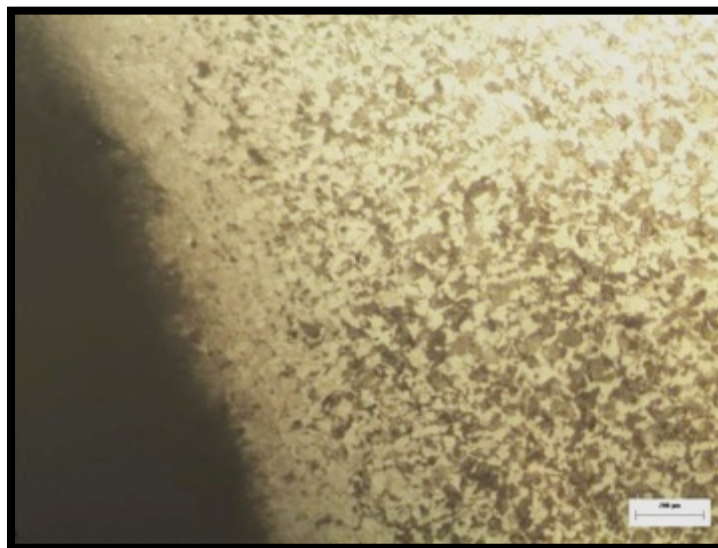


Figura A2. Microestructura de la probeta sometida a tratamiento de recocido a 845 °C por 45 minutos.

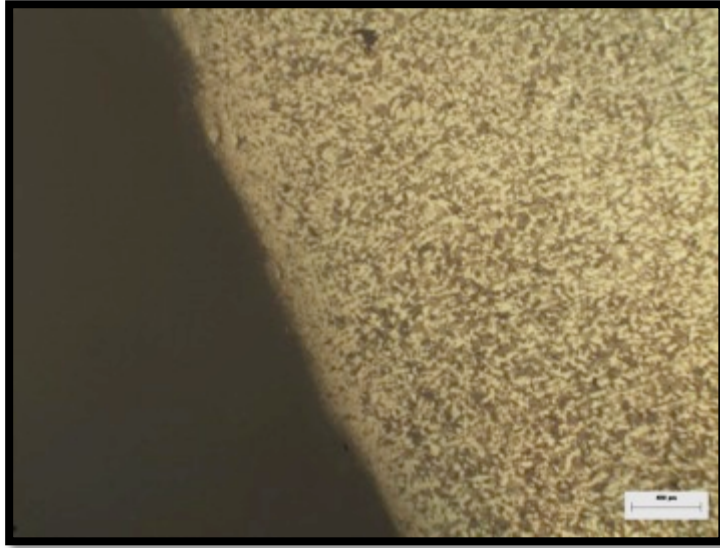


Figura A3. Microestructura de la probeta sometida a tratamiento de recocido a 845 °C por 45 min. + relevado de esfuerzos a 600 °C por 30 min.

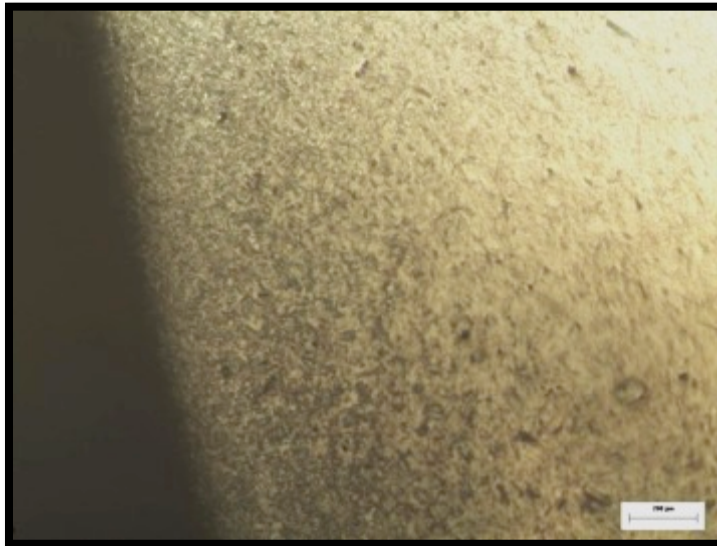


Figura A4. Microestructura de la probeta templada con número de fluidización 1.8

Apéndice B

Calibración de los termopares¹

Este procedimiento tiene por objetivo establecer y definir un protocolo para realizar la calibración de termopares tipo K por comparación con un sensor de temperatura (*RTD*, por sus siglas en inglés) inmerso en un medio isotérmico de temperatura especificada.

Geometría y dimensiones de la probeta

Las pruebas de calibración se realizaron con una probeta cilíndrica sólida de una longitud de 40 mm y un diámetro de 25.4 mm (1 in), fabricada con acero 4140. En una de las tapas tiene 4 barrenos equidistantes con una profundidad de 20 mm. En el centro de la cara lateral del cilindro se realizaron dos barrenos más para colocar dos puntos de sujeción (uno de cada lado) tal como se muestra en la Figura A1.

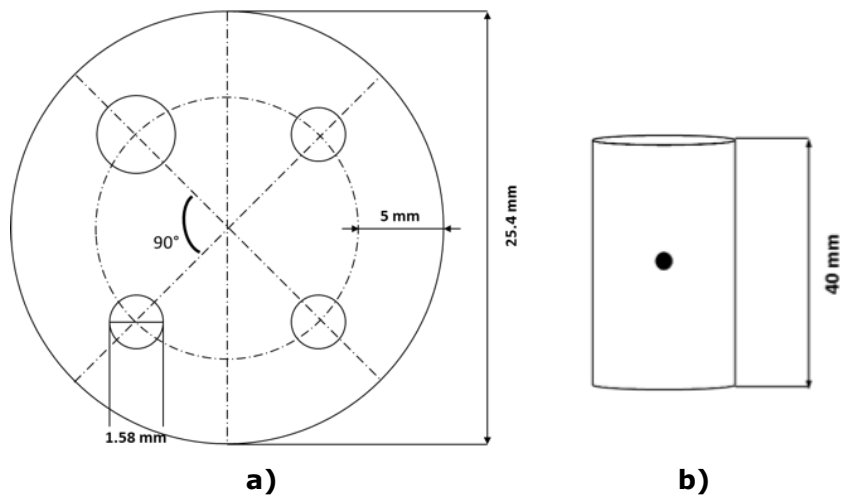


Figura A1. Esquema de la probeta cilíndrica: a) vista superior de la distribución de todos los barrenos para termopares, b) vista lateral de los barrenos para colocar los puntos de sujeción.

¹ R. Cruces Reséndez. Reporte de Estancia de Investigación, Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales, junio de 2014.

Equipo experimental

El equipo experimental mostrado esquemáticamente en la Figura A2, está compuesto de un calibrador portátil (*Yokogawa CA51/71 Handy CAL Calibrator*) al cual se conecta un detector de temperatura resistivo (*Resistance Temperature Detector*) PT100 de 3 hilos. Este sensor se coloca en la probeta al igual que los termopares (Tipo K). Para realizar las lecturas de temperatura de los termopares se empleó un sistema de adquisición de datos que consiste de una computadora y un adquirente de datos (marca Pico Technology modelo TC-08).

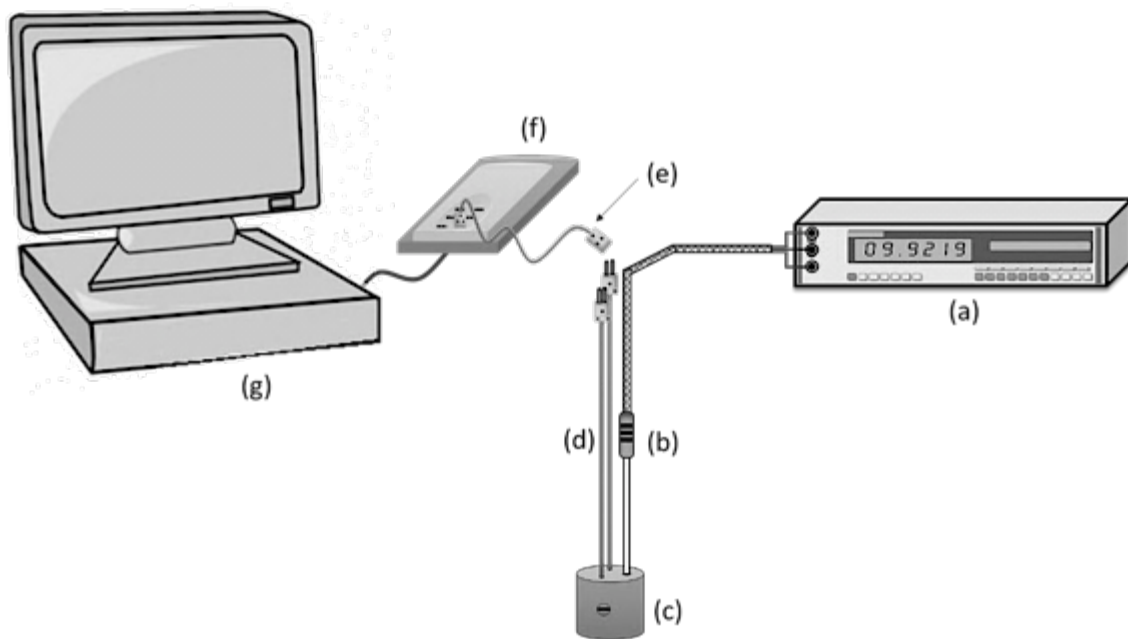


Figura A2. Representación esquemática del equipo experimental empleado para la calibración de termopares: (a) calibrador CA51/71, (b) sensor de temperatura PT100, (c) probeta, (d) termopares tipo K, (e) extensiones para termopar, (f) adquirente de temperatura y (g) computadora.

Procedimiento experimental

A continuación se describe el procedimiento que se siguió para la realización de cada uno de los experimentos de calibración:

1. Se coloca el *RTD* y los termopares en los barrenos de la probeta revisando que correspondan a la profundidad especificada etiquetándolos debidamente para identificarlos durante los experimentos.
2. Se ajusta la probeta en el centro de la cámara de calentamiento del horno de resistencia ajustando la altura con un par de alambres sujetos a los barrenos laterales con tornillos.
3. Antes de comenzar la calibración, se conectan los equipos (computadora, calibrador y adquisidor) a un regulador de corriente para mantener un voltaje constante durante la prueba. Posteriormente se hacen las conexiones del *RTD* a las terminales del calibrador y los termopares con sus extensiones a los puertos del adquisidor.
4. El calentamiento del horno se hace de forma escalonada en intervalos de 50°C a partir de la temperatura ambiente y hasta 500°C para evitar daños en el *RTD*. Una vez alcanzada la temperatura a la cual se realiza la medición, es necesario dejar un tiempo de estabilización adecuado para tomar la lectura.

Resultados

Un dispositivo termo-resistivo Pt100 consiste en un alambre de platino que a 0 °C tiene una resistencia de 100 Ω y que al aumentar la temperatura aumenta su resistencia eléctrica. Este incremento de la resistencia no es lineal pero si creciente y característico del platino

de tal forma que mediante tablas es posible encontrar la temperatura exacta a la que corresponde. En el gráfico de la Figura A3 se muestra una la curva de resistencia en función de la temperatura temperatura para un *RTD* de platino de 100 W.

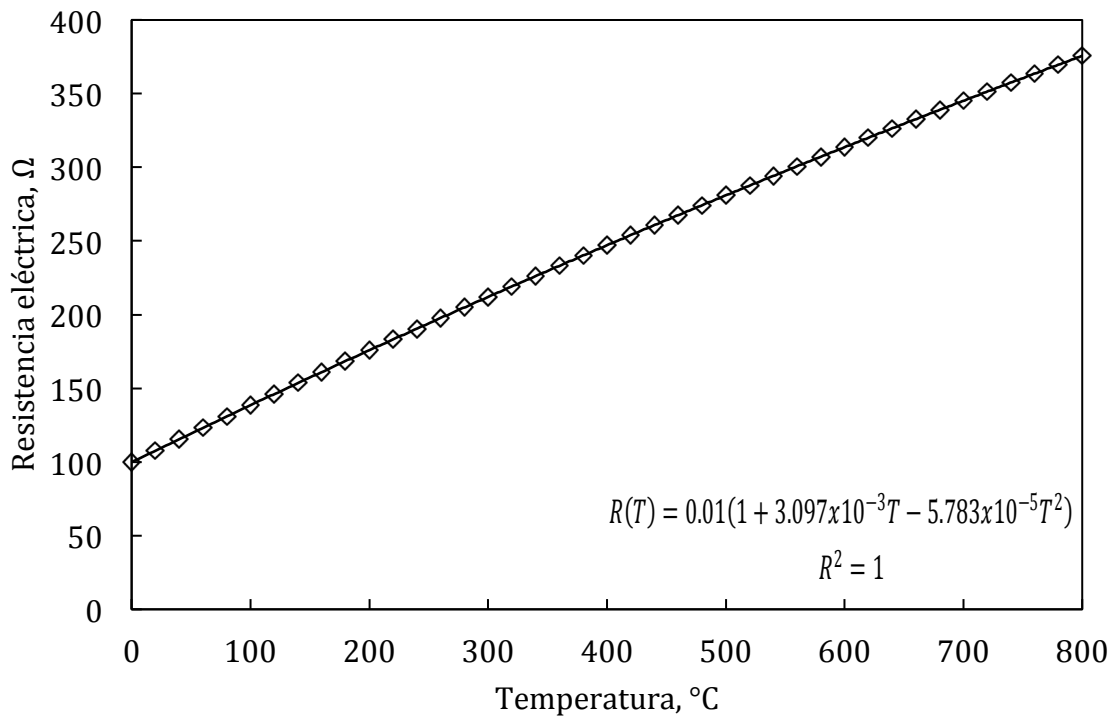


Figura A3. Gráfico de resistencia en función de la temperatura para un *RTD* de Platino de 100 Ω .

Los valores típicos de resistencia nominal para *RTDs* de platino de película delgada son 100 Ω y 1000 Ω . La relación entre resistencia y temperatura cumple con una ecuación cuadrática de la forma:

$$R(T) = R_0(1 + aT - bT^2)$$

Donde:

R_0 , es la resistencia nominal del *RTD*.

a, b , son constantes usadas para escalar el *RTD* que se conocen como coeficientes Callendar-Van Dusen y se encuentran bajo la Norma DIN 43760.

Análisis estadístico

Para determinar si existe diferencia significativa entre las mediciones de temperatura del *RTD* respecto de las lecturas de temperatura de los termopares se realiza una prueba t para muestras apareadas con nivel de confianza del 95%; este tipo de prueba se utiliza cuando las muestras son dependientes; esto es, cuando se trata de una única muestra que ha sido evaluada dos veces (muestras repetidas) como es el caso. En la Tabla A1 se reportan los resultados obtenidos del análisis estadístico.

La hipótesis que se pone a prueba es:

La diferencia de medias toma un determinado valor, cero si se asumen iguales.

La hipótesis nula:

No existe diferencia significativa entre la diferencia de medias, es decir no existe diferencia entre las mediciones de temperatura del sensor termo-resistivo y las mediciones de los termopares.

La hipótesis alterna:

Existe diferencia significativa entre las medias, es decir existe diferencia entre las mediciones de temperatura del sensor termo-resistivo y las mediciones de los termopares.

Tabla A1. Valores estadísticos obtenidos de la prueba t para muestras apareadas.

Termopar	Valor Estadístico t
TC1	-2.47
TC 2	1.78
TC3	0.85
TC4	1.89

De una tabla de distribución t para un nivel de confianza del 95 % se obtiene una t crítica para una muestra de n valores (11) el valor correspondiente es:

$$t_{crítica} = 3.24$$

Dado que todos los valores reportados en la Tabla A1 se encuentran por debajo del valor crítico de la tabla de distribución t la hipótesis nula se acepta, indicando que no existe diferencia significativa entre las lecturas de temperatura del RTD y las mediciones de temperatura registradas por los termopares con un nivel de confianza del 95% en un intervalo de (25-500°C). Por tanto, los cuatro termopares se consideran calibrados para ese rango de temperatura.