



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO  
POSGRADO EN CIENCIA E INGENIERIA DE MATERIALES**

**TEMPLE BAINÍTICO EN UN REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO**

**T E S I S**

QUE PARA OPTAR POR EL GRADO DE:

**MAESTRO EN CIENCIA E INGENIERIA DE MATERIALES**

P R E S E N T A:

**IQM. ELYOANY HÉCTOR ZIRAHUÉN ALCOCER LEÓN**

**TUTOR PRINCIPAL**

DR. JOSÉ BERNARDO HERNÁNDEZ MORALES

FACULTAD DE QUÍMICA

**COMITÉ TUTOR**

DR. JOSÉ ANTONIO BARRERA GODINEZ

FACULTAD DE QUÍMICA

DR. ARMANDO ORTIZ PRADO

FACULTAD DE INGENIERIA

**Ciudad Universitaria, Cd. Mx, octubre de 2016**



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: Dr. José Alejandro García Hinojosa

Secretario: Dr. Ignacio Alejandro Figueroa Vargas

1<sup>er</sup> Vocal: Dr. José Bernardo Hernández Morales

2<sup>do</sup> Vocal: Dr. Gabriel Torres Villaseñor

3<sup>er</sup> Vocal: Dra. Manuela Díaz Cruz

Lugar donde se realizó la tesis:

Departamento de Ingeniería Metalúrgica

Facultad de Química, U.N.A.M., Edificio D, Laboratorio 005.

Asesor del tema:

---

Dr. José Bernardo Hernández Morales.

Sustentante:

---

IQM. Elyoany Héctor Zirahuén Alcocer León.

## Contenido

Resumen.....	1
Abstract.....	2
1 Introducción.....	3
1.1 Marco conceptual .....	3
1.2 Justificación .....	5
1.3 Hipótesis .....	6
1.4 Objetivo .....	7
1.5 Metas .....	7
2 Antecedentes.....	8
2.1 Tratamientos térmicos.....	8
2.1.1 Tratamientos isotérmicos .....	9
2.1.2 Medios de temple.....	10
2.1.3 Caracterización de medios de temple.....	11
2.1.4 Análisis de curvas de enfriamiento .....	11
2.1.4.1 Metodología de ingeniería de procesos metalúrgicos .....	12
2.2 Transformaciones de fase para aceros en estado sólido.....	13
2.3 Diagramas de transformación.....	15
2.3.1 Utilización práctica de los diagramas de transformación.....	18
2.4 Transformación bainítica .....	19
2.4.1 Termodinámica de formación.....	22
2.4.2 Cinética de transformación de la bainita .....	22
2.4.3 Propiedades mecánicas.....	23
2.5 Caracterización microestructural.....	26
2.6 Lecho fluidizado.....	27
2.6.1 Determinación de la velocidad de fluidización.....	30
2.6.2 Número de fluidización y temperatura del lecho .....	32
2.6.3 Transferencia de calor en lechos fluidizados.....	33
2.6.4 Tratamiento térmico de temple en lecho fluidizado.....	38

2.7	Modelos matemáticos de transformación bainítica .....	39
2.8	Modelo matemático para la transferencia de calor en tratamientos térmicos.....	41
2.8.1	Conducción de calor.....	42
2.8.1.1	Formulación matemática .....	42
2.8.1.2	Enfriamiento newtoniano .....	44
2.8.1.3	Enfriamiento no newtoniano.....	45
2.8.2	Calor generado por las transformaciones de fase.....	46
2.9	Problema inverso de conducción de calor ( <i>IHCP</i> ) .....	47
2.9.1	Descripción del <i>IHCP</i> .....	47
2.9.2	Dificultad del problema inverso .....	48
3	Procedimiento experimental .....	50
3.1	Geometría, dimensiones y composición de las probetas.....	50
3.2	Dispositivo experimental .....	52
3.3	Adquisición de datos.....	53
3.4	Tratamiento térmico.....	54
3.5	Tratamiento computacional de los datos experimentales.....	56
3.6	Ensayo de impacto.....	56
3.7	Microscopía electrónica de barrido .....	57
3.8	Dureza.....	58
4	Modelo matemático del problema inverso de conducción de calor .....	59
4.1	Problema inverso de conducción de calor ( <i>IHCP</i> ) .....	59
4.1.1	Alcance.....	59
4.1.2	Simplificaciones .....	60
4.1.3	Formulación matemática .....	60
4.1.4	Condiciones de frontera y condición inicial .....	60
4.1.5	Solución del modelo matemático.....	62
5	Resultados y discusión .....	64
5.1	Repetitividad de los experimentos.....	64
5.2	Efecto del número de fluidización ( $N_f$ ).....	65
5.3	Respuesta térmica del sistema para lecho fluidizado a temperatura ambiente .....	66
5.4	Respuesta térmica del sistema para lecho fluidizado a temperatura de 150°C.....	70

5.5	Respuesta térmica del sistema para lecho fluidizado a temperatura 300°C .....	75
5.6	Microestructura .....	79
5.6.1	Acero AISI 4140 .....	80
5.6.2	Acero AISI 5160 .....	86
5.7	Propiedades mecánicas .....	92
5.8	Caracterización de la extracción de calor .....	93
5.8.1	Rapidez de enfriamiento local .....	94
5.8.2	<i>Flux</i> de calor en la superficie .....	101
6	Conclusiones .....	108
7	Recomendaciones y trabajo futuro .....	109
8	Referencias .....	110
Apéndice A Comparación de los termopares contra un estándar <i>RTD</i> .....		122
Apéndice B Estimación unidimensional del <i>flux</i> de calor con <i>WinProbe</i> .....		129

## Índice de figuras

<b>Figura 2.1</b> Ciclo de enfriamiento típico para el tratamiento térmico de martempering de un acero [14].....	9
<b>Figura 2.2</b> Ciclo de enfriamiento típico para un tratamiento térmico de temple bainítico de un acero [14].....	10
<b>Figura 0.3</b> Microestructuras observadas por microscopio electrónico de barrido MEB: a) bainita superior y b) bainita inferior [34].....	14
<b>Figura 0.4</b> Representación esquemática del porcentaje de recristalización isotérmica en un tratamiento de recocido [37].....	16
<b>Figura 2.5</b> Diagrama TTT para un acero, en el que se muestran las zonas de transformación [36].....	17
<b>Figura 2.6</b> Relación entre un diagrama TTT en un acero hipoeutectoide con un contenido de carbono $\bar{x}$ y el correspondiente diagrama de fases [38].....	18
<b>Figura 2.7</b> Crecimiento de una pluma bainítica dentro de la microestructura [41].....	19
<b>Figura 2.8</b> Esquema de bainita superior y bainita inferior [44].....	20
<b>Figura 2.9</b> Ilustración esquemática de morfologías bainíticas. (a) bainita nodular, (b) bainita columnar a lo largo del límite de grano, (c) láminas de bainita superior, (d) bainita inferior, (e) bainita alotrimorfos de límite de grano y (f) bainita inversa [51].....	21
<b>Figura 2.10</b> Cambios en propiedades mecánicas en función del tiempo de mantenimiento del tratamiento de temple bainítico para un acero de bajo contenido en carbón (0.2 w%) [69].....	25
<b>Figura 2.11</b> Microestructuras observadas después de temple bainítico en enfriamiento continuo hasta temperatura ambiente [73].....	27
<b>Figura 2.12</b> Condición de fluidización como función del tipo de fluido y su velocidad [90].....	29
<b>Figura 2.13</b> Esquema de un cuerpo en contacto con partículas en movimiento dentro de un lecho fluidizado [93].....	30
<b>Figura 2.14</b> Caída de presión vs velocidad del gas para un lecho fluidizado de partículas de alúmina [94].....	31

<b>Figura 2.15</b> Efecto de la temperatura sobre el flujo que corresponde a la mínima fluidización, para partículas con un diámetro de 0.1 mm [89].....	32
<b>Figura 2.16</b> Efecto del tamaño de grano de la alúmina en las curvas de enfriamiento para probetas de diámetros de 50 y 75 mm x 100mm de longitud [89].....	34
<b>Figura 2.17</b> Efecto del tamaño de partícula de alúmina en la respuesta térmica [96].....	35
<b>Figura 2.18</b> Coeficientes de transferencia de calor en función del número de fluidización para experimentos con alúmina o con carburo de silicio (ambos malla 54) [97].....	35
<b>Figura 2.19</b> Respuesta térmica de probetas de acero AISI 9840 templadas en un lecho fluidizado: con flujo de mínima fluidización, correspondiente a 53 L/min de aire, círculos; y 95 L/min (triángulos) de aire [103].....	39
<b>Figura 0.20</b> Esquema representativo del transporte de energía por conducción en un elemento de control en un cilindro.....	43
<b>Figura 0.21</b> Representación esquemática del <i>IHCP</i> en una dirección de flujo, para una placa de espesor 2L [122].....	48
<b>Figura 0.1</b> Probeta de prueba de geometría cilíndrica.....	50
<b>Figura 0.2</b> Geometría de la probeta Charpy para ensayos de impacto: a) dimensiones bajo la norma ASTM E-23, y b) esquema del barreno para termopar.....	51
<b>Figura 0.3</b> Representación esquemática del dispositivo experimental para el tratamiento de temple bainítico.....	52
<b>Figura 0.4</b> Fotografía del dispositivo experimental utilizado en este estudio.....	52
<b>Figura 0.5</b> Detalle de la probeta con el equipo necesario para la adquisición de datos: (a) probeta, (b) cople, (c) tubo guía, (d) termopar tipo K, (e) extensión para termopar, (f) adquisidor de datos y (g) computadora.....	54
<b>Figura 3.6.</b> Esquema de una máquina para ensayo de impacto [126].....	57
<b>Figura 0.5</b> Representación esquemática de las superficies y fronteras consideradas para el estudio del transporte de energía en la probeta cilíndrica durante el temple bainítico.....	61
<b>Figura 0.6</b> Respuestas térmicas de probetas de acero inoxidable AISI 304 en pruebas independientes con temperatura inicial de 890 °C y tres temperaturas del lecho fluidizado.....	65



<b>Figura 0.7</b> Respuestas térmicas de probetas de acero inoxidable AISI 304 en lecho fluidizado para 6 distintas condiciones de fluidización.....	66
<b>Figura 5.3</b> Respuesta térmica de probetas de acero inoxidable, desde temperatura de austenización hasta temperatura ambiente, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.....	67
<b>Figura 5.4</b> Respuesta térmica de probetas de acero inoxidable AISI 304 y acero AISI 4140, desde temperatura de austenización hasta temperatura ambiente, para dos diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto y número de fluidización 1.0.....	68
<b>Figura 5.5</b> Respuesta térmica de acero inoxidable y acero AISI 5160, desde temperatura de austenización hasta temperatura ambiente, para dos diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto y número de fluidización 1.0.....	69
<b>Figura 5.6</b> Respuesta térmica de acero inoxidable y aceros AISI 4140 y AISI, desde temperatura de austenización hasta temperatura ambiente, a un número de fluidización 1.0.....	70
<b>Figura 5.7</b> Respuesta térmica de probetas de acero inoxidable AISI 304, desde temperatura de austenización hasta 150°C, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.....	71
<b>Figura 5.8</b> Respuesta térmica de probetas de acero AISI 5160, desde temperatura de austenización hasta 150°C, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.....	73
<b>Figura 5.9</b> Respuesta térmica de probetas de acero AISI 4140, desde temperatura de austenización hasta 150°C, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.....	74
<b>Figura 5.10</b> Respuesta térmica de acero inoxidable AISI 304 y aceros AISI 4140 y AISI 5160, desde temperatura de austenización hasta temperatura de 150°C, a un número de fluidización de 1.0.....	75
<b>Figura 5.11</b> Respuestas térmicas de probetas de acero inoxidable, desde temperatura de austenización hasta temperatura 300°C, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.....	76
<b>Figura 5.12</b> Respuestas térmica de probetas de acero AISI 4140, desde temperatura de austenización hasta temperatura 300°C, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.....	77

<b>Figura 5.13</b> Respuestas térmicas de probetas de acero AISI 5160, desde temperatura de austenización hasta 300°C, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.....	78
<b>Figura 5.14</b> Respuestas térmicas de acero inoxidable AISI 304 y aceros AISI 4140 y AISI 5160, desde temperatura de austenización hasta temperatura de 300 °C, a un número de fluidización de 1.0.....	79
<b>Figura 5.15</b> Fotomicrografía de una probeta Charpy de acero AISI 4140 templada bainíticamente en un lecho fluidizado con un número de fluidización de 1.0 a temperatura ambiente. A) Microestructura a 2400X en el centro geométrico de la probeta, B) superficie de fractura correspondiente y C) historia térmica correspondiente.....	81
<b>Figura 5.16</b> Fotomicroestructura de dos probetas Charpy de acero AISI 4140 templadas bainíticamente en lecho fluidizado a 150°C y dos números de fluidización: A), B) $N_f = 1.0$ y C), D) $N_f = 1.2$ ; A); C) microestructuras a 3000X en el centro geométrico de la probeta y B), D) superficies de fractura correspondientes y E) historias térmicas correspondientes.....	82
<b>Figura 5.17</b> Fotomicrografías de tres probetas Charpy de acero AISI 4140 templadas bainíticamente en lecho fluidizado a 300°C, para tres número de fluidización diferentes: A), B) $N_f = 1.0$ ; C), D) $N_f = 1.2$ y E), F) $N_f = 1.4$ ; A), C); E) microestructuras a 3000X del centro geométrico de la probeta; B), D) y F) superficies de fractura correspondientes y G) historias térmicas correspondientes.....	85
<b>Figura 5.18</b> Fotomicrografía de una probeta Charpy de acero AISI 5160 templada bainíticamente en un lecho fluidizado con un número de fluidización de 1.0, a temperatura ambiente. A) microestructura a 2400X en el centro geométrico de la probeta; B) superficie de fractura correspondiente y C) historia térmica correspondiente.....	87
<b>Figura 5.19</b> Fotomicrografía de dos probetas Charpy de acero AISI 5160 templadas bainíticamente en lecho fluidizado a 150°C, con dos número de fluidización: A), B) $N_f = 1.0$ y C), D) $N_f = 1.2$ ; A) y C) microestructuras a 3000X en el centro geométrico de la probeta; B), D) superficies de fractura correspondientes y E) historias térmicas correspondie.....	89
<b>Figura 5.20</b> Fotomicrografías de tres probetas Charpy de acero AISI 5160 templadas bainíticamente en lecho fluidizado operando a 300°C, con tres diferentes números de fluidización: A), B) $N_f = 1.0$ ; C), D) $N_f = 1.2$ y E), F) $N_f = 1.4$ ; A), C) y E) son microestructuras a 3000X pertenecientes al centro geométrico de la probeta; B), D) y F) son las superficies de fractura correspondientes y G) historias térmicas correspondientes.....	91

<b>Figura 5.21</b> Historia de rapidez de enfriamiento local de probetas de acero inoxidable en un reactor de lecho fluidizado operando a temperatura ambiente y tres diferentes números de fluidización.....	95
<b>Figura 5.22</b> Rapidez de enfriamiento local, en función de la temperatura local, para probetas de acero inoxidable y tres números de fluidización; lecho fluidizado operando a temperatura ambiente.....	96
<b>Figura 5.23</b> Historia de rapidez de enfriamiento local de probetas de acero inoxidable y de acero AISI 4140 en un reactor de lecho fluidizado operando a 300 °C y $N_f = 1$ .....	97
<b>Figura 5.24</b> Curvas de rapidez de enfriamiento local, en función de la temperatura local, para probetas de acero inoxidable y AISI 5160; en un reactor de lecho fluidizado operando a 300°C y un número de fluidización de 1.....	98
<b>Figura 5.25</b> Rapidez máxima de enfriamiento, como función de la temperatura del lecho fluidizado, para probetas de acero inoxidable y tres diferentes números de fluidización.....	99
<b>Figura 5.26</b> Rapidez máxima de enfriamiento local, como función del número de fluidización ( $N_f$ ), para probetas de acero inoxidable y tres diferentes temperaturas del lecho fluidizado.....	100
<b>Figura 5.27</b> Historia de <i>flux</i> de calor en la superficie para probetas cilíndricas de acero inoxidable en un reactor de lecho fluidizado operando a 300°C y tres diferentes números de fluidización.....	102
<b>Figura 5.28</b> <i>Flux</i> de calor en la superficie en función de la temperatura superficial de la probeta, para acero inoxidable tratado en un lecho fluidizado operando a 300 °C y tres diferentes números de fluidización.....	103
<b>Figura 5.29</b> Historia de <i>flux</i> de calor en la superficie para probetas de acero inoxidable y acero AISI 4140 tratadas en un lecho fluidizado operando a 300 °C y número de fluidización de 1.0.....	104
<b>Figura 5.30</b> <i>Flux</i> de calor en la superficie, en función de la temperatura superficial, para probetas de acero inoxidable y AISI 4140 tratadas en un lecho fluidizado a 300 °C y número de fluidización de 1.0.....	105
<b>Figura 5.31</b> Curvas de enfriamiento experimentales (símbolos) y estimada con WinProbe (línea) en tres posiciones radiales, durante el tratamiento térmico de temple bainítico de probetas de acero inoxidable AISI 304 en lecho fluidizado operando a 300 °C y $N_f = 1$ . El tiempo está referido al inicio de la adquisición de datos.....	107

## Índice de tablas

Tabla 2.1 Propiedades mecánicas generales para aceros bainíticos [43].....	24
Tabla 2.2 Propiedades mecánicas de varios aceros tratados por temple bainítico [45]...	25
Tabla 3.1 Composición química nominal de los aceros AISI 304, 4140 y 5160.....	51
Tabla 3.2 Condiciones experimentales para el temple bainítico en el lecho fluidizado.....	55
Tabla 4.1 Parámetros considerados para la solución del IHCP.....	61
Tabla 5.1 Propiedades mecánicas de las probetas tratadas térmicamente en lecho fluidizado.....	93
Tabla 5.2 Rapideces de enfriamiento máximas durante el temple bainítico en lecho fluidizado.....	101
Tabla 5.3 Flux de calor superficiales máximos, durante el temple bainítico en lecho fluidizado.....	106

### Listado de símbolos

Símbolo	Cantidad	Unidades
$C_p$	Calor específico a presión constante	$J\ kg^{-1}K^{-1}$
$\bar{h}$	Coefficiente de transferencia de calor	$W\ m^{-2}K^{-1}$
$k$	Conductividad térmica	$W\ m^{-1}K^{-1}$
$j$	Índice para contabilizar el número de termopares	-
$L$	Longitud característica	$m$
$M$	Índice de tiempo	-
$M_s$	Temperatura de inicio de transformación martensítica	$^{\circ}C$
$q$	<i>Flux</i> de calor en la superficie	$Wm^{-2}$
$q_c$	Valor constante de <i>flux</i> de calor en la superficie	$Wm^{-2}$
$\hat{q}^M$	<i>Flux</i> de calor estimado para el intervalo $t_{M-1}$ a $t_M$	$Wm^{-2}$
$q_G$	Rapidez de generación de energía térmica por unidad de volumen	$Wm^{-3}$
$r$	Coordenada radial en coordenadas cilíndricas	$m$
$r$	Número de pasos de tiempo futuros	Adimensional
$S$	Función de mínimos cuadrados	$^{\circ}C^2$
$S_i$	Superficie de frontera del dominio $\Omega$	$m^2$
$T$	Temperatura	$^{\circ}C$
$T_0$	Temperatura inicial	$^{\circ}C$
$T_{\infty}$	Temperatura del medio	$^{\circ}C$
$T_s$	Temperatura de la superficie	$^{\circ}C$
$t$	Tiempo	$s$

$x$	Coordenada espacial en el sistema cartesiano	$m$
$X$	Fracción transformada	Adimensional
$X_{\alpha'}$	Fracción transformada de martensita	Adimensional
$[X]$	Matriz de coeficientes de sensibilidad	-
$Y_i$	Temperatura medida al tiempo $t_i$	$^{\circ}\text{C}$
$\hat{Y}_i$	Temperatura estimada al tiempo $t_i$	$^{\circ}\text{C}$
$\alpha$	Difusividad térmica	$m^2s^{-1}$
$\frac{\partial}{\partial n_i}$	Derivada normal a la superficie de la frontera $S_i$	-
$\Delta H_{trans}$	Entalpia específica de transformación	$J\text{ kg}^{-1}$
$\Delta t$	Paso de tiempo	$s$
$\Delta t_M$	$t_{M+1} - t_M$	$s$
$\rho$	Densidad	$kg\text{ m}^{-3}$
$\Omega$	Dominio espacial	$m$
$N_f$	Número de fluidización	-

## Resumen

Los aceros bainíticos han sido motivo de investigación en los últimos años. Esto se debe a la combinación de sus propiedades mecánicas, tanto de resistencia como de tenacidad, que en aceros comunes no se logra con facilidad. El temple bainítico consiste en un ciclo térmico que inicia con una austenización entre 850 y 950°C, seguida de un enfriamiento a una temperatura por debajo de la temperatura de inicio de la formación de bainita (Bs) y por arriba de la temperatura de inicio de formación de martensita (Ms), y una etapa de mantenimiento a esa temperatura. Así, el tratamiento de temple bainítico permite obtener una excelente combinación de propiedades mecánicas gracias a la microestructura formada.

En el presente trabajo se desarrolló la ventana de operación para temprar bainíticamente dos aceros comerciales (AISI 4140 y AISI 5160) en un reactor de lecho fluidizado a escala laboratorio; además se enfriaron probetas de acero inoxidable austenítico AISI 304. El temple se realizó de manera continua. Las variables de operación consideradas fueron el número de fluidización y la temperatura del lecho. Se estudió la respuesta termoestructural de probetas cilíndricas y de probetas tipo *Charpy* de los aceros de interés.

Con los paquetes de cómputo *ModelaUNAM* y *Winprobe* (ambos desarrollados en el Departamento de Ingeniería Metalúrgica de la Facultad de Química de la UNAM) se estimaron el *flux* de calor y la temperatura de la superficie para el tratamiento térmico de temple bainítico para aceros, con el fin de caracterizar la condición de frontera térmica en este proceso, como un paso inicial a un trabajo futuro de modelación matemática del proceso. Se encontró que el acero inoxidable AISI 304 (que no transforma durante el enfriamiento) es adecuado para efectos de una estimación inicial de la condición de frontera térmica para el temple bainítico de los aceros comerciales estudiados.

## **Abstract**

Bainitic steels have been the subject of research in recent years. This is due to the combination of mechanical properties, both resistance and toughness, which in ordinary steel is not easily achieved. Austempering is a thermal cycle that begins austenitizing between 850 and 950 °C, followed by cooling to a temperature below the start temperature for the formation of bainite (B) and above the onset temperature of the martensitic formation (Ms); the part is maintained at that temperature for an specified period of time although it is also possible to continuously cool through that temperature range. The austempering treatment allows for an excellent combination of mechanical properties due to the microstructure formed.

In this work an operating window was developed for bainitic quenching of two commercial steels (AISI 4140 and AISI 5160) in a fluidized bed reactor at laboratory scale; prober made of AISI 304 stainless steel ware also cooled. The quench way done in a continuous fashion. The operating variables considered were the fluidization number and the bed temperature. The thermostructural response of both cylindrical specimens and Charpy specimens fabricated with the steels of interest was studied.

With the aid of the computer packages *ModelaUNAM* and *Winprobe* (both developed in the Department of Metallurgical Engineering, School of Chemistry UNAM) the surface heat flux and surface temperature developed during the heat treatment were estimated in order to characterize the active thermal boundary condition in this process, as an initial step for future work on mathematical modeling of the process. It was found that the stainless steel AISI 304 (which does not transform during cooling) is suitable to produce an initial estimate of the thermal boundary condition for the bainitic quenching of the two commercial steels studied.



# **1 Introducción**

En este primer capítulo se presenta el marco conceptual que permite conocer los fundamentos de esta investigación; también se presentan los objetivos, la hipótesis, la justificación y las metas del proyecto.

## **1.1 Marco conceptual**

Históricamente, los metales forman parte de los materiales fundamentales en la evolución de las civilizaciones. Realizando observaciones detalladas y un amplio estudio científico, se han identificado a los metales y aleaciones metálicas útiles para una tarea específica. Así, las piezas manufacturadas de diversos tipos de acero se encuentran por doquier dadas sus propiedades mecánicas además de su relativo bajo costo [1].

A su vez, las propiedades mecánicas logradas en componentes de acero son función de su composición química y del procesamiento térmico aplicado. El procesamiento térmico de componentes de acero generalmente se realiza en las etapas finales de su producción y, se define como una combinación de operaciones de calentamiento y enfriamiento a una rapidez definida aplicadas a metales o aleaciones en estado sólido. La rapidez de enfriamiento adquiere gran importancia, especialmente si tiene un valor elevado (procesos de temple) [2].

El procesamiento térmico de componentes de aleaciones metálicas es una actividad crítica en los procesos de manufactura. La industria manufacturera se ve afectada enormemente cuando los componentes no cuentan con las características que exigen las normas de calidad. Específicamente, los componentes pueden no tener las propiedades mecánicas deseadas, haberse distorsionado en exceso y/o presentar fracturas. Por lo tanto, en la mayoría de los casos las industrias invierten grandes recursos económicos para disponer de equipos altamente sofisticados que no necesariamente resuelven sus problemas. También se invierten grandes cantidades realizando modificaciones de parámetros de proceso mediante

un gran número de operaciones de prueba y error [3]. Finalmente, esta gran inversión en costos de producción desemboca en los precios al consumidor. La estrategia de algunas compañías es desarrollar a través de grupos de investigación programas de cómputo como herramientas de predicción [4, 5]. Estas herramientas generadas a través de modelos matemáticos, permitirán diseñar virtualmente el procesamiento térmico al que un componente puede ser sometido. Los resultados de esta simulación ayudarán a definir las condiciones de operación y a disminuir significativamente los costos de producción.

La clave de los tratamientos térmicos consiste en controlar las transformaciones de fase en estado sólido que se producen en el material, tanto en los aceros como en las aleaciones no ferrosas, que ocurren durante el proceso de calentamiento y enfriamiento de las piezas [6].

Las propiedades mecánicas que se busca mejorar con los tratamientos térmicos son las siguientes:

- Resistencia al desgaste. Es la resistencia que ofrece un material a dejarse erosionar cuando está en contacto por fricción con otro material
- Tenacidad. Es la capacidad que tiene un material de absorber energía sin producir fisuras (resistencia al impacto)
- Maquinabilidad. Es la facilidad que posee un material de permitir el proceso de mecanizado por arranque de viruta
- Dureza. Es la resistencia que ofrece un material para dejarse penetrar. Se mide en unidades Brinell (HB) ó unidades Rockwell (por ejemplo, HRC), u otras.

El temple es uno de los tratamientos térmicos más comúnmente aplicado para los aceros en la industria automotriz. El temple tiene por objetivo endurecer y aumentar la resistencia de los aceros. Para ello, se calienta la pieza a una temperatura ligeramente más elevada que la crítica superior  $A_c$  (entre 900-1100°C, dependiendo de la composición química) y se enfría luego más o menos rápidamente (según las características deseadas para la pieza) en un medio como agua, aceite, aire o baños de sales fundidas. Comúnmente, el objetivo de un temple es producir martensita, pero recientemente también se ha manejado el término “temple bainítico” para identificar a un tratamiento térmico de aceros que genere predominantemente bainita.

En particular, el temple en baño de sales fundidas es potencialmente dañino tanto para los operadores como para el medio ambiente. En este sentido, un lecho fluidizado puede sustituir a un baño de sales. Un lecho fluidizado es una masa muy poco empaquetada, constituida por partículas sólidas contenidas en un reactor, a través de las cuales pasa un fluido con velocidad ascendente lo suficientemente grande como para provocar que las partículas sólidas tiendan a separarse unas de otras causando que la cama de partículas se comporte como si fuese un fluido [7]. A bajas rapideces de flujo de fluido cualquier incremento en la velocidad del mismo resultará en un incremento de la caída de presión a través de la cama. Conforme la velocidad del fluido aumenta, se alcanzará una caída de presión a través de la cama igual al peso de las partículas del lecho; en este punto ocurre la expansión y reacomodo de las partículas en el lecho, con lo que se ofrece la menor resistencia al paso del fluido [8].

Para caracterizar el grado de fluidización cuantitativamente se utiliza el concepto de número de fluidización ( $N_f$ ), el cuál es un número adimensional que se calcula como la razón de la velocidad entre la velocidad mínima para fluidización y sirve como una escala comparativa, donde el número de fluidización “1.0” corresponde al flujo mínimo necesario para fluidificar la cama de partículas. Dado que los gases se expanden al aumentar la temperatura, el número de fluidización es función de la temperatura [8-10].

El fenómeno de la fluidización permite el mayor intercambio térmico posible, ya que el producto a tratar, flota en una corriente de aire y partículas que se comporta como un fluido. El caudal de aire de enfriamiento atraviesa las partículas y permite la “isotermicidad” [5] de éstas y una eficiente transferencia de energía, a la vez que evita el sobrecalentamiento de las partículas.

## **1.2 Justificación**

Debido a la buena combinación de resistencia, dureza y tenacidad de la bainita, se han propuesto aceros con microestructura bainítica para sustituir piezas tratadas térmicamente

por la ruta tradicional de temple + revenido. Si bien muchos tratamientos térmicos para producir bainita se realizan isotérmicamente, la posibilidad de producir aceros bainíticos bajo condiciones de enfriamiento continuo es atractiva desde el punto de vista de productividad.

Adicionalmente, en la actualidad, en las industrias ya no basta con lograr un proceso eficaz, rápido, con altos rendimientos y bajos costos; también ya es prioridad aplicar una metodología limpia, es decir que no contamine. Los métodos tradicionales para los tratamientos térmicos y termoquímicos utilizan convencionalmente baños de sales, como nitritos, nitratos, carbonatos, cianuros y sales cáusticas. Las sales de cianuro son probablemente las más utilizadas. Sin embargo, el uso de sales de cianuro en los procesos genera graves daños a la salud y al medio ambiente. Operacionalmente representan un riesgo constante, ya que cualquier humedad presente en la pieza de trabajo cuando está inmersa en los baños de sales puede causar una explosión. Por todo ello es que se han ideado diversos procesos que puedan sustituir al baño de sales, siendo el lecho fluidizado uno de ellos. Sin embargo, la extracción de calor en un lecho fluidizado podría no ser suficiente como para evitar las transformaciones de fase de alta temperatura durante el proceso de temple bainítico. Entonces, es relevante averiguar si es posible realizar el tratamiento térmico en un reactor de lecho fluidizado de escala laboratorio, como una primera etapa para la posible implementación del proceso en escala industrial

### **1.3 Hipótesis**

Es posible utilizar un lecho fluidizado de escala laboratorio para realizar el tratamiento térmico de temple bainítico de diferentes tipos de acero (en particular los grados AISI 4140 y AISI 5160) exitosamente, es decir, se evitará la formación de otro tipo de fases diferentes a bainita. Si se tiene éxito, podría substituirse al baño de sales por el reactor de lecho fluidizado.

## 1.4 Objetivo

El objetivo primario en este estudio es encontrar las condiciones óptimas para poder realizar tratamientos térmicos de temple bainítico a probetas de acero (AISI 4140 y 5160), utilizando un reactor de lecho fluidizado de escala laboratorio.

Como objetivo secundario se plantea caracterizar la condición de frontera térmica durante el proceso como un paso inicial en el desarrollo de un modelo matemático determinístico que permita, eventualmente, predecir la evolución de los campos térmico y microestructural durante un tratamiento térmico de enfriamiento continuo, diseñado para producir estructuras bainíticas.

## 1.5 Metas

- I. Realizar el tratamiento térmico de temple bainítico a probetas de acero AISI 4140 y AISI 5160 en un reactor de lecho fluidizado de escala laboratorio, midiendo la respuesta térmica durante el enfriamiento continuo.
- II. Caracterizar la microestructura y propiedades mecánicas de las probetas de acero AISI 4140 y 5160 tratadas.
- III. Evaluar la etapa de enfriamiento en el equipo para diversos valores de número de fluidización, utilizando probetas de acero inoxidable austenítico (AISI 304).
- IV. Caracterizar la condición de frontera térmica activa (*flux* de calor de la superficie), durante el procesamiento de temple bainítico para el acero inoxidable AISI 304, como primer paso para la elaboración de un modelo matemático de la evolución del campo térmico y microestructural de los aceros de interés con transformación de fase (AISI 4140 y AISI 5160).

## **2 Antecedentes**

En esta sección se abordan aspectos fundamentales acerca de los aceros y del tratamiento térmico utilizados en esta investigación, así como las propiedades, características y variables en este proceso.

### **2.1 Tratamientos térmicos**

Los tratamientos térmicos son una combinación de operaciones de calentamiento y enfriamiento, aplicados a un metal o aleación en forma tal que se produzcan las propiedades deseadas. La naturaleza, la forma, el porcentaje y la distribución de los constituyentes de los metales y aleaciones conforman la microestructura del material metálico considerado. La microestructura, consecuencia de las reacciones en estado sólido generadas entre las fases existentes a lo largo de los tratamientos térmicos, es responsable de las propiedades mecánicas del material [11].

Los tratamientos térmicos se clasifican en dos grupos, según lo que se pretenda llevar a cabo: 1) llevar los metales a temperaturas convenientes para el trabajo en caliente, homogeneizar la estructura de moldeo y eliminar tensiones internas, y 2) modificar la microestructura mediante cambios controlados en estado sólido.

El tiempo y la temperatura son los factores más importantes en un proceso de tratamiento térmico y ello dependerá de acuerdo con la composición química del acero, la forma, el tamaño de la pieza y las propiedades mecánicas que se desean obtener. En cuanto al efecto producido sobre las piezas, los tratamientos térmicos se pueden dividir en volumétricos o superficiales. Los primeros afectan las propiedades de toda la pieza tratada y a su vez se dividen en tratamientos térmicos continuos y tratamientos térmicos isotérmicos [12].

Dentro de los tratamientos térmicos continuos se distinguen básicamente cuatro: recocido, normalizado, temple y revenido. Estos tratamientos se inician con la etapa de calentamiento

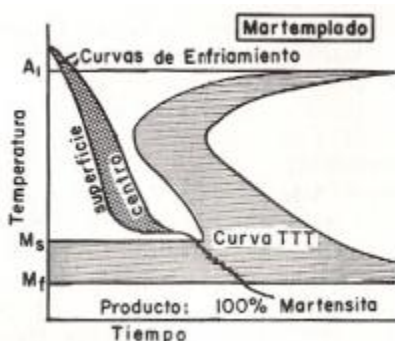
hasta que la pieza a tratar alcance la temperatura a partir de la cual se hará el enfriamiento, seguido por un tiempo de sostenimiento a esa temperatura y finalmente se le hace un enfriamiento adecuado [13].

### 2.1.1 Tratamientos isotérmicos

Además de los tratamientos térmicos ya mencionados existen otros tratamientos llamados isotérmicos (a temperatura constante), los cuales consisten en calentar al acero hasta llegar a la austenización completa y posteriormente enfriar hasta llegar a una temperatura específica y mantener la pieza en el medio durante un periodo de tiempo para conseguir una transformación isotérmica.

Algunos de los tratamientos isotérmicos más comunes son:

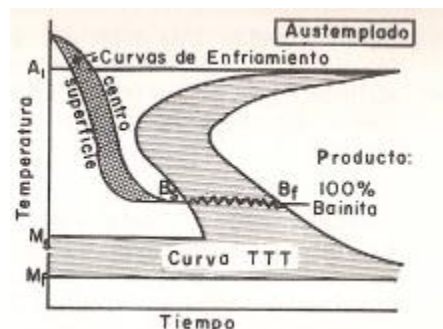
- Martempering: En este proceso se requiere que el acero se enfríe rápidamente a una temperatura ligeramente por encima de la temperatura de inicio de la transformación martensítica ( $M_s$ ), como se muestra en la Figura 2.1 y posteriormente un enfriamiento hasta temperatura ambiente. Este proceso se aplica para minimizar los gradientes térmicos y así evitar posibles grietas.



**Figura 2.1** Ciclo de enfriamiento típico para el tratamiento térmico de martempering de un acero [14].

- Temple bainítico (austemplado): Se lleva a cabo mediante un enfriamiento rápido a una temperatura ligeramente por encima de  $M_s$ , como se muestra en la Figura 2.2, para

luego mantener la pieza a esa temperatura por un tiempo suficiente para permitir la transformación de la austenita a bainita. Es común que el temple bainítico se lleve a cabo en aceites especialmente formulados para el uso a temperaturas relativamente altas, sin embargo, las sales fundidas y los metales fundidos se suelen utilizar tanto para realizar los procesos de martempering como el temple bainítico.



**Figura 2.2** Ciclo de enfriamiento típico para un tratamiento térmico de temple bainítico de un acero [14].

La principal ventaja del temple bainítico es la ausencia de esfuerzos internos y grietas microscópicas que se producen en los temple ordinarios martensíticos. Además, la tenacidad es mucho más elevada en las piezas tratadas con este tratamiento, que en las piezas templadas y revenidas, a pesar de tener ambas piezas la misma dureza. Cuenta con una mayor ductilidad, también hay menos distorsión y peligro de fisuras, porque el temple utilizado no es tan drástico como en el método convencional.

Sin embargo, una limitación del temple bainítico es el tamaño de la pieza que se trata térmicamente: sólo son adecuadas las secciones que pueden enfriarse con suficiente rapidez para evitar la transformación a perlita; por lo tanto, se aplica a piezas de espesor menor o igual a ½ pulgada. Este espesor puede incrementarse un poco para los aceros aleados, pero entonces el tiempo para terminar la transformación a bainita puede ser excesivo.

### 2.1.2 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. Simultáneamente, el medio de temple debería minimizar la distorsión y los esfuerzos residuales, incrementando la uniformidad del enfriamiento en la superficie total de la pieza [15].



La selección de un medio de temple depende de la templabilidad del acero en particular, del espesor y de la forma de la pieza. 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 u otros gases (inmóviles o en movimiento) [16].

### **2.1.3 Caracterización de medios de temple**

En la industria de los tratamientos térmicos existen varios métodos para diseñar y evaluar el desempeño de un medio de enfriamiento; esto permite asegurar que el tratamiento de temple al que se someten las piezas metálicas sea reproducible y bajo condiciones controladas. Históricamente, para evaluar dicho desempeño se han empleado dos parámetros: poder de endurecimiento y poder de enfriamiento.

El término poder de endurecimiento [17] hace referencia a la capacidad del medio de temple para desarrollar una dureza específica al interior de una pieza metálica en una combinación de material y tamaño de sección. Con los años, se han diseñado una serie de pruebas de laboratorio para caracterizar el poder de endurecimiento, tales como el ensayo Jominy [18].

El poder de enfriamiento [17] hace referencia a la rapidez con la que el medio de enfriamiento extrae calor de la pieza metálica. Para determinar este parámetro, se han desarrollado una serie de pruebas a escala laboratorio que solo reproducen algunos de los eventos que controlan a los tratamientos térmicos. Ejemplos de estos ensayos de laboratorio son: la prueba magnética (General Motors) [19-21], la prueba de alambre caliente [22], y el análisis de curvas de enfriamiento [23].

### **2.1.4 Análisis de curvas de enfriamiento**

El análisis de la curva de enfriamiento es una de las pruebas más antiguas para caracterizar un medio de temple [23]. Las pruebas que emplean este método de caracterización se realizan templando una pieza de prueba (probeta) instrumentada con termopares en su interior (usualmente los termopares se colocan en el centro de la probeta); esto permite

monitorear el enfriamiento a través de un equipo que registra la evolución de la temperatura local durante el enfriamiento [24].

#### **2.1.4.1 Metodología de ingeniería de procesos metalúrgicos**

Todos los métodos de análisis de curvas de enfriamiento descritos anteriormente son esencialmente procedimientos de laboratorio (algunos estandarizados) para el análisis de medios de temple. A pesar de que son de gran valor para ese uso, se encuentran relativamente limitados cuando se intenta extrapolar sus resultados a un tratamiento en planta, ya que no proporcionan información acerca de la distorsión o incluso agrietamiento que pudiera presentarse en la producción de un cierto componente.

En contraste, en los últimos años ha surgido la metodología de Ingeniería de Procesos Metalúrgicos, que a través de modelos matemáticos [25-26] y modelos físicos [27] complementados con mediciones en laboratorio o planta, busca comprender y controlar los fenómenos que ocurren durante los procesos involucrados en la manufactura de componentes ingenieriles; con el objetivo de diseñarlos y optimizarlos [28].

Para definir la relación entre las condiciones de un proceso de temple y las propiedades mecánicas finales de un componente, la Ingeniería Microestructural (es decir, la aplicación de modelos físicos y modelos matemáticos a procesos en los cuales se busca modificar la microestructura) ha tenido mayor aceptación que cualquier otra técnica debido a la gran cantidad de información detallada del proceso que se puede obtener.

El método de análisis comprende conceptos de: fenómenos de transporte, mecánica de sólidos y metalurgia física, e implica la solución (a través de métodos numéricos) de las ecuaciones diferenciales parciales que describen dichos fenómenos. Generar un modelo con toda esta información requiere de amplios recursos computacionales debido a las condiciones no lineales implicadas en un problema real [24].

Un componente fundamental de estos modelos consiste en realizar un estudio detallado de transferencia de calor para caracterizar la condición de frontera activa. Una vez calculada la

distribución microestructural, las propiedades mecánicas se pueden predecir a partir de correlaciones empíricas. De esta manera, los modelos matemáticos pueden ser aplicados a la predicción de las propiedades mecánicas a partir de la información de variables de proceso. Esta nueva metodología fue aplicada por Campbell *et al.* [29-31] para la simulación de un temple de barras de acero en una línea del proceso *Stelmor*. Un enfoque similar fue adoptado por Wallis y colaboradores [32] para optimizar el tratamiento térmico de piezas forjadas de superaleaciones y por Persampieri *et al.* [33] para simular de temple con *spray* de un disco plano y de un cilindro hueco de acero AISI 4335V.

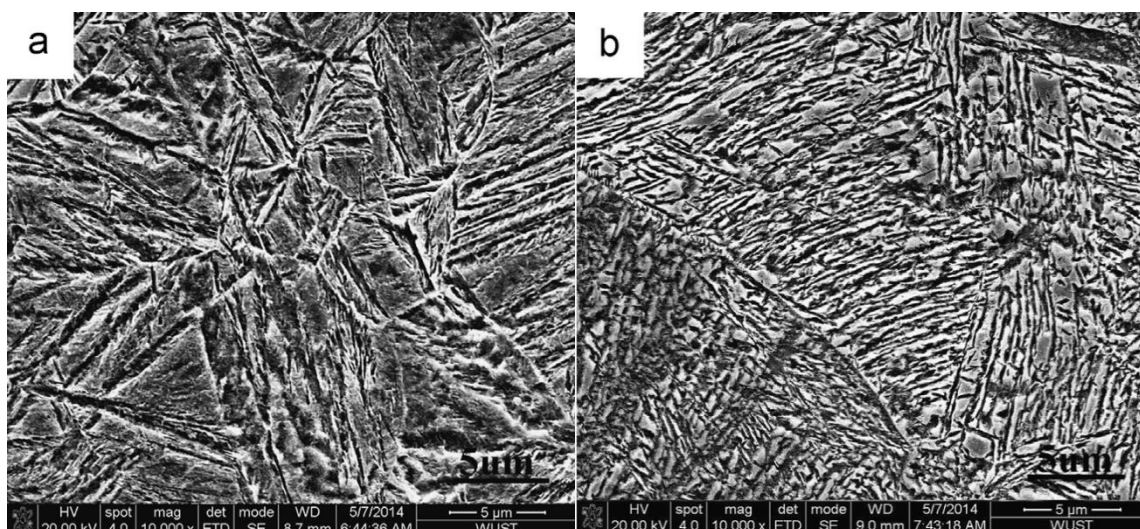
## 2.2 Transformaciones de fase para aceros en estado sólido

A presión atmosférica, el hierro puro puede presentar dos formas alotrópicas en función de la temperatura. El hierro- $\alpha$  es estable entre la temperatura ambiente y 910°C, y posee una estructura cúbica centrada en el cuerpo (*BCC*, por sus siglas en inglés), mientras que a temperaturas superiores y hasta 1390°C, el hierro puro adquiere una estructura cristalina centrada en las caras (*FCC*, por sus siglas en inglés) constituyendo el denominado hierro- $\gamma$ . A partir de los 1390°C, el hierro es de nuevo estable con una estructura *BCC*, dando lugar al hierro- $\delta$  [34].

El cambio de estructura cristalina entre el hierro- $\gamma$  y el hierro- $\alpha$  se puede producir mediante mecanismos de transformación bien diferenciados. Así, si se favorece en el material una movilidad atómica suficiente, la estructura cristalina *FCC* del hierro- $\gamma$  puede sufrir una transformación alotrópica a la forma *BCC* del hierro- $\alpha$ . En este caso, el ordenamiento atómico del cristal original es alterado mediante la ruptura de los enlaces que, a continuación, se reordenan en un nuevo patrón. En este caso, se dice que la transformación ha sido difusiva debido a la movilidad de los átomos dentro de la estructura. Sin embargo, si la fase *FCC* se enfría rápidamente a una temperatura baja, muy por debajo de los 300°C, la movilidad atómica no es suficiente para posibilitar una transformación difusiva. No obstante, la energía libre para la transformación sufre un aumento que permite la formación de una red mediante el movimiento coordinado de átomos a través de la intercara, dando

lugar a la microestructura denominada martensita o  $\alpha'$ . La transformación martensítica se produce, por tanto, mediante una deformación homogénea del patrón original. Este tipo de transformación se denomina no difusiva [34].

A rapidezces de enfriamiento relativamente altas, es posible evitar la transformación de austenita en perlita en algunos aceros al carbón y de baja aleación. La transformación de austenita a temperaturas menores de 540 °C, pero arriba de 250 °C, produce una estructura compuesta de ferrita y cementita, pero dichas fases no se arreglan en forma de láminas intercaladas, como es el caso de la perlita. En vez de ello, se acomodan formando un microconstituyente de apariencia plumosa o acicular en el que ninguna de las dos fases puede ser claramente visible con microscopio óptico; este microconstituyente se conoce como bainita. Cuando la transformación ocurre en el rango de los 370 °C a los 540 °C el microconstituyente tiene apariencia plumosa y es denominado bainita superior; cuando la transformación ocurre de los 250 °C a los 370 °C, la bainita tiene una apariencia más acicular y se denomina bainita inferior, como se observa en la Figura 2.3. La dureza de la bainita depende exactamente de la estructura alcanzada, pero típicamente varía de los 40 a los 50 HRC [35].



**Figura 2.3** Microestructuras observadas por microscopio electrónico de barrido MEB: a) bainita superior y b) bainita inferior [34].

### 2.3 Diagramas de transformación

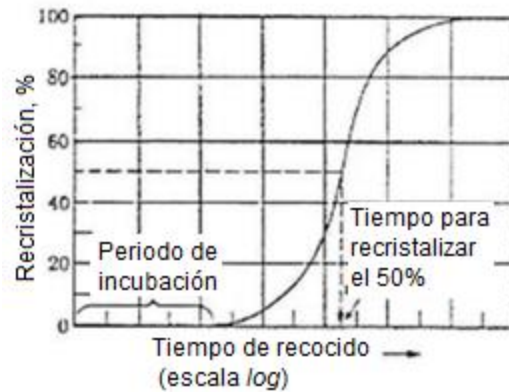
Los diagramas de transformación fueron desarrollados para ilustrar la evolución de las transformaciones microestructurales en función del tiempo y de la temperatura. Existen dos tipos de diagramas de transformación empleados ampliamente: los diagramas de transformación isotérmica o TTT (Tiempo, temperatura, transformación) y los diagramas de transformación bajo condiciones de enfriamiento continuo (CCT por sus siglas en inglés). Entre estos dos tipos de diagramas, los diagramas TTT tienen un uso más extendido y existe una amplia cantidad de estos diagramas en la literatura, si bien la mayor parte de los tratamientos térmicos se realizan bajo condiciones de enfriamiento continuo.

Los diagramas TTT se desarrollan solubilizando pequeñas piezas del acero de interés y enfriándolas rápidamente desde la temperatura de austenización hasta una temperatura entre A3 y Ms. Los productos y su proporción se determinan mediante un análisis metalográfico de la pieza [36].

En general, mientras mayor sea la proporción de carbono y otros elementos aleantes en el acero, la nariz de las curvas en los diagramas TTT (Curvas C) estará más desplazada hacia la derecha; es evidente entonces que la austenita en los aceros aleados tienen mayores probabilidades de transformarse en bainita o martensita que en los aceros no aleados [37].

La transformación de una fase a otra es un proceso o reacción que no avanza en forma lineal con el tiempo, aún y cuando dicha reacción se lleve a cabo a temperatura constante, es decir, isotérmicamente.

La Figura 2.4 muestra una gráfica de porcentaje de transformación contra tiempo (en escala logarítmica) en la que se representa la curva de transformación a una temperatura dada (isoterma); se puede observar que la transformación requiere de un periodo de incubación para la nucleación de la nueva fase. Después, la rapidez se incrementa llegando a un máximo cuando la reacción se ha completado en un 50 %. Posteriormente la rapidez disminuye cuando está próxima su terminación; los últimos porcentajes de transformación requieren de un tiempo considerable, hasta que se alcanza el 100 % de ésta.



**Figura 2.4** Representación esquemática del porcentaje de recristalización isotérmica en un tratamiento de recocido [37].

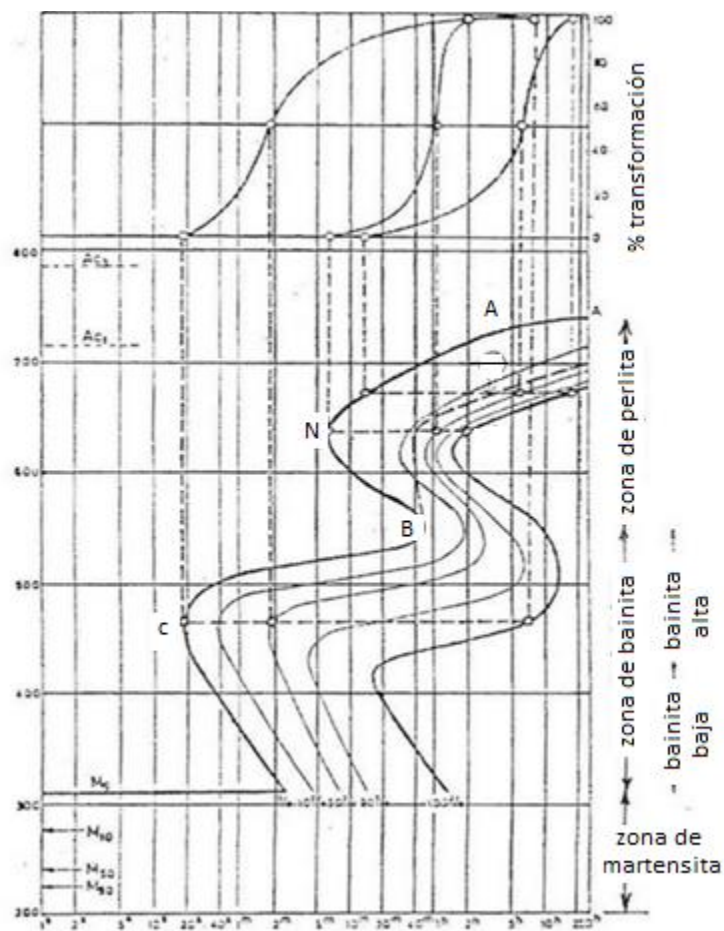
Los diagramas TTT (ó diagramas tiempo-temperatura-transformación, por sus iniciales en inglés), se obtienen utilizando principalmente dos métodos: por metalografía y por dilatometría. En el primer método se utilizan pequeñas probetas de acero, las cuales se austenitizan y se introducen en un baño de sal o plomo líquidos a temperatura fija y constante (entre  $A_1$  y  $M_s$ ); a tiempos diferentes, se sacan las probetas del baño y se templean en agua (a temperatura ambiente), de modo que la austenita no transformada aún, se transforme en martensita. De esta forma se puede evaluar metalográficamente el porcentaje de austenita transformada en función de la temperatura y el tiempo.

Representando el grado de transformación de la austenita en una gráfica con escala logarítmica para el tiempo, se obtiene una curva clásica en forma de "S". El resultado de todas las curvas "S", para el rango de temperaturas entre  $A_1$  y  $M_s$  se representa en un diagrama, el diagrama TTT o diagrama Tiempo -Temperatura - Transformación, como se observa en la Figura 2.5.

En un diagrama TTT el tiempo se da en una escala logarítmica, mostrándose además:

- a) Las curvas de inicio y fin de la transformación
- b) Curvas para distintos porcentajes de transformación
- c) Línea de formación de los carburos
- d) Dos zonas, la perlítica (curva ANB) y la Bainítica (curva BCMs) o nariz de transformación perlítica y nariz de transformación bainítica, respectivamente

e) La zona martensítica, con distintos puntos de transformación

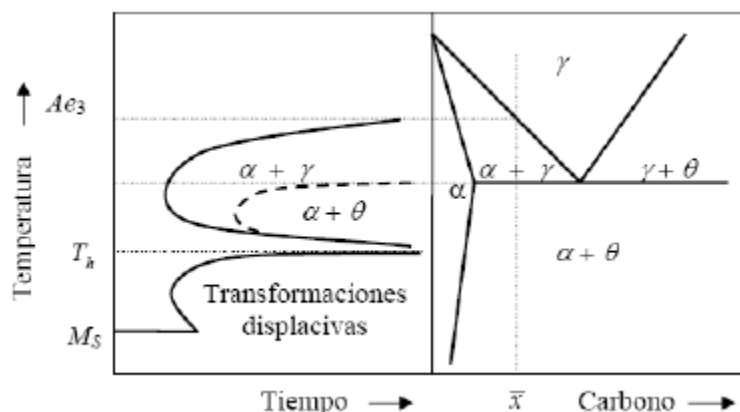


**Figura 2.5** Diagrama TTT para un acero, en el que se muestran las zonas de transformación [36].

En general, el diagrama TTT de un acero está formado por dos curvas en forma de letra “C” y situadas en un intervalo diferente de temperaturas. El origen de esta forma reside en la naturaleza de las transformaciones de fase que describe cada uno de estos frentes. En la nucleación de estas fases a partir de austenita están involucrados tanto procesos de difusión como termodinámicos. La difusión de átomos se favorece a temperaturas altas, pero no la fuerza motriz para la transformación, mientras que a bajas temperaturas la difusión pierde importancia frente al efecto de la fuerza motriz. La situación óptima se produce en la zona central de cada frente de transformación, dando lugar a la característica forma de C.

La curva C superior representa el tiempo requerido para que se produzca el inicio de las transformaciones a ferrita o perlita, mientras que la inferior corresponde a la formación de

bainita, ferrita acicular o ferrita Widmanstätten. Se observa, además, en la Figura 2.6 una línea horizontal inferior que corresponde con la temperatura  $M_s$ : el inicio de la transformación martensítica. Aunque en algunos aceros las dos curvas C pueden traslaparse, en ocasiones puede observarse una línea horizontal sobre la curva C inferior, que indica la máxima temperatura,  $T_h$ , a la cual se puede formar la ferrita por un mecanismo displacivo, ya sea ferrita Widmanstätten, ferrita acicular o bainita.



**Figura 2.6** Relación entre un diagrama TTT en un acero hipoeutectoide con un contenido de carbono  $\bar{x}$  y el correspondiente diagrama de fases [38].

### 2.3.1 Utilización práctica de los diagramas de transformación

Es conveniente en este punto tener presente que los tratamientos térmicos industriales más utilizados, consisten principalmente de tratamientos con transformación en enfriamiento continuo. Sin embargo, a pesar de estas restricciones, las aplicaciones industriales de los diagramas TTT suelen ser importantes. Los tratamientos técnicos industriales típicos para aceros son [39]:

- a) Templado interrumpido o martemplado (*martempering*)
- b) Templado interrumpido mixto
- e) Templado isotérmico bainítico o austemplado (*austempering*)
- d) Recocido isotérmico (*isothermal annealing*)

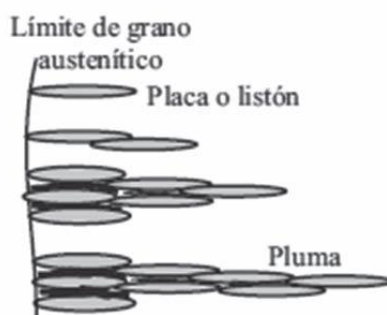


Esta investigación se enfoca al temple bainítico, que se realiza porque las propiedades de la bainita así obtenida generalmente son semejantes con respecto a la resistencia y ligeramente superiores en ductilidad a las obtenidas con la martensita revenida. El temple bainítico tiene la gran ventaja sobre el temple convencional y el revenido de que la transformación a bainita tiene lugar isotérmicamente a una temperatura relativamente alta, de manera que los esfuerzos debidos a la transformación son muy bajos, con un mínimo de distorsión resultante y pudiendo asegurar que no habrá fractura como ocurre en ocasiones con el temple.

## 2.4 Transformación bainítica

La microestructura bainítica, en los aceros, origina una gama de propiedades mecánicas útiles para la fabricación de componentes de maquinaria en los que se requiere una alta resistencia a la tracción y capacidad de absorber energía de impacto sin generar fracturas o grietas dentro del material [16], por ello se ha incentivado el estudio de la reacción bainítica y sus aplicaciones enfocadas a poder sustituir a aceros altamente aleados. Asimismo, por su elevada resistencia al desgaste, los aceros bainíticos son ideales para su uso en sistemas de rodadura y deslizamiento, como es el caso del contacto rueda-riel [40].

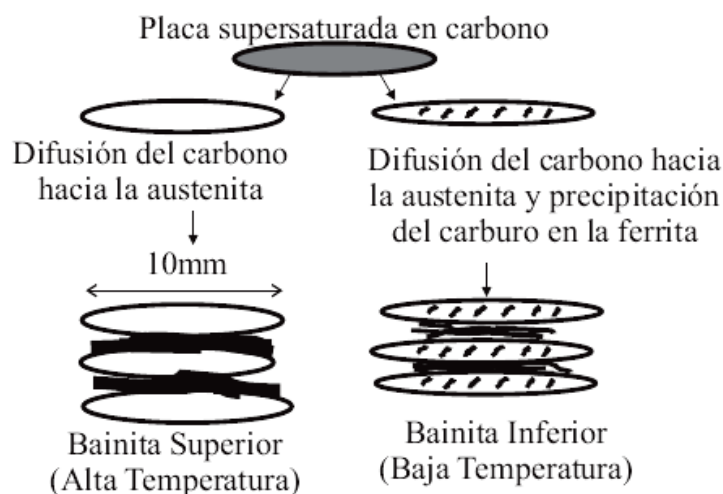
La morfología de la bainita consiste en plumas o placas que nuclearon a partir del límite de grano austenítico, al igual que en las transformaciones de fase difusivas. Dentro de la micro-estructura, el grano bainítico está constituido por subunidades de placas paralelas como se observa en la Figura 2.7.



**Figura 2.7** Crecimiento de una pluma bainítica dentro de la microestructura [41].

Algunos estudios [41] se han centrado en estudiar exclusivamente el tamaño y morfología de las placas o sub-unidades de la microestructura bainítica, debido a que estas características son determinantes en el resultado de las propiedades mecánicas del material. El tamaño de las placas se debe principalmente a las temperaturas de transformación, que afectan la difusión del carbono dentro de la red de Fe, y a la precipitación de partículas de cementita en los límites de grano, lo cual impide su crecimiento [41-42].

La microestructura bainítica presenta una cierta complejidad en su morfología y por ende en su identificación, lo que ha conducido a que existan diversas terminologías para su clasificación [43]. La ferrita bainítica es la fase ferrita cuando ésta se encuentra en forma de subunidad de bainita. Una subunidad bainítica puede contener cierta cantidad de partículas de cementita en su interior, dando lugar a la bainita inferior, tal y como se observa en la Figura 2.8. Por otro lado, cuando la bainita está libre de partículas de cementita, la microestructura se denomina bainita superior. La bainita superior se forma a mayores temperaturas (cercasas a 500°C) que la inferior (350°C) [44].



**Figura 2.8** Esquema de bainita superior y bainita inferior [44].

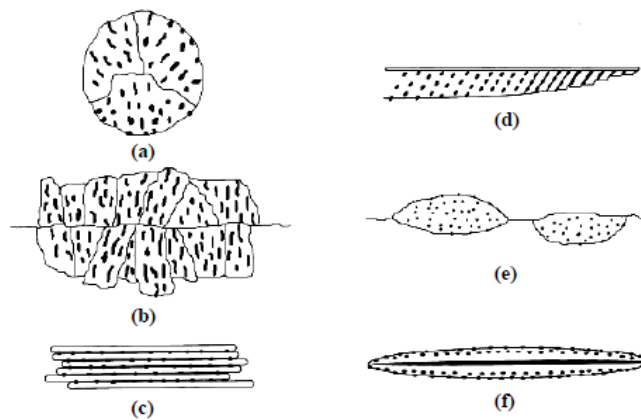
Relativamente bajas temperaturas y altas concentraciones de carbono, son las condiciones ideales para la formación de placas en la morfología de la bainita [45]. Uno de los parámetros más importante para la caracterización de la bainita es el espesor de placa, ya

que placas más finas ocasionan un aumento tanto en la resistencia mecánica como en la tenacidad del material [46, 47]. Se ha encontrado que el espesor de placa disminuye con la temperatura de transformación, en particular, Parker [49] encontró la siguiente dependencia:

$$u_e = 0.2 \times 10^{-6} \left( \frac{T-528}{150} \right) \quad (2.1)$$

En donde  $U_e$  es el espesor de la subunidad de bainita y  $T$  la temperatura en K. Singh y Bhadeshia, encontraron que la resistencia de la austenita es la responsable del valor del espesor de placa de la bainita [50].

Existen diferentes morfologías de la bainita, tal y como se observa en la Figura 2.9, los constituyentes blancos representan la fase eutectoide principal (ferrita) y los constituyentes oscuros representan la fase minoritaria (cementita). La morfología observada en este estudio se asemeja más la formación de bainita superior (c) y bainita inferior (d).



**Figura 2.9** Ilustración esquemática de morfologías bainíticas. (a) bainita nodular, (b) bainita columnar a lo largo del límite de grano, (c) láminas de bainita superior, (d) bainita inferior, (e) bainita en alotriomorfos de límite de grano, y (f) bainita inversa [51].

Para la transformación bainítica en los aceros, la morfología siempre es consecuencia principalmente de dos factores: transformación de enfriamiento continuo y una concentración baja de carbono. Habraken (1965) [51] propuso que la austenita justo antes de la transformación se encuentra en regiones en las cuales unas son ricas en carbono y otras no. Las zonas bajas en carbono de la austenita son las regiones que se transforman en bainita superior [52].

### 2.4.1 Termodinámica de formación

La transformación bainítica ocurre solo al cumplir ciertas condiciones termodinámicas, de acuerdo con Bhadeshia [53], estas condiciones termodinámicas son las siguientes:

$$\text{Nucleación} \quad \Delta G_m < G_N \quad (2.2)$$

$$\text{Crecimiento} \quad \Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha} < -G_{SB} \quad (2.3)$$

En donde  $\Delta G_m$  es la energía motriz para la nucleación,  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha}$  es la energía motriz para un crecimiento adifusional,  $G_N$  es la energía crítica de nucleación y  $G_{SB}$  la energía de deformación de comienzo de transformación a bainita. También se le llama función universal de nucleación a  $G_N$ , ya que depende de la temperatura y no de la composición química, en los aceros de baja aleación, como es el caso de esta investigación, tiene la forma [53]:

$$G_N = 3.546T - 3499.4 \quad (2.4)$$

Donde T es la temperatura en grados Kelvin.

Se observa que en esta ecuación se definen la mínima fuerza motriz necesaria para alcanzar una velocidad de nucleación en la transformación de bainita para los aceros.

Cuando se cumplen ambas condiciones, tanto de nucleación como de crecimiento, y a una temperatura determinada, esta se denomina temperatura de inicio de transformación bainítica,  $B_s$  [54].

Steven y Haynes *et al.* [55] encontraron en sus estudios que la temperatura de inicio de transformación bainítica ( $B_s$ ), depende de la composición del acero de la siguiente manera:

$$B_s (\text{°C}) = 830 - 270(\%C) - 90(\%Mn) - 37(\%Ni) - 70(\%Cr) - 83(\%Mo) \quad (2.5)$$

### 2.4.2 Cinética de transformación de la bainita

Cuando sucede un cambio fase, de sólido a sólido, se produce un cambio de estructura cristalina, la cual debe cumplir aspectos termodinámicos y cinéticos. Los aspectos cinéticos

son aquellos que tienen que ver con la velocidad en la que se produce la gráfica de porcentaje de transformación contra tiempo de transformación, o curva de Avrami (para transformaciones isotérmicas) [56].

La cinética de transformación isotérmica de la austenita en ferrita bainítica durante el proceso de temple bainítico se ha determinado a partir del modelo descrito por Johnson – Mehl- Avrami [57-60], según la ecuación siguiente:

$$x_{ab} = 1 - \exp(-\theta t^n) \quad (2.6)$$

donde  $x_{ab}$  es la fracción en volumen de ferrita bainítica transformada,  $t$  es el tiempo de reacción y  $\theta$  y  $n$  son los parámetros cinéticos que describen a la rapidez de transformación. Tanto  $\theta$  como  $n$  son constantes dependientes de la composición química del acero y de la temperatura del tratamiento de temple bainítico. La determinación de estos parámetros se realiza a partir de los diagramas TTT (ver López et. al. [61]). A partir de suponer que la fracción en volumen de la ferrita bainítica inicial,  $x_{ab}^i$ , es igual a 0.01 y la fracción final,  $x_{ab}^f$ , a 0.99, y utilizando la forma logarítmica de la ecuación 2.6 se pueden desarrollar las ecuaciones para estimar los parámetros cinéticos de transformación:

$$n(T) = \frac{\ln\left(\frac{\ln(1-x_{ab}^i)}{\ln(1-x_{ab}^f)}\right)}{\ln\left(\frac{t_i}{t_f}\right)} \quad (2.7)$$

$$k(T) = -\frac{\ln(1-x_{ab}^i)}{t_i^{n(T)}} \quad (2.8)$$

Donde  $t_i$  y  $t_f$  son los tiempos de inicio y final de transformación determinados a partir de la lectura de las curvas del diagrama TTT correspondiente [62].

### 2.4.3 Propiedades mecánicas

La microestructura bainítica presenta una mayor resistencia a la fluencia, en comparación con la perlita y la ferrita proeutectoide, y sólo es superada por la martensita. No obstante, ya que la martensita se utiliza, por lo general, en estado revenido, estas dos microestructuras (bainita y martensita revenida) pueden ser muy similares en la resistencia

a la fluencia. Por otro lado, cuando se produce bainita de baja temperatura, cercana a 300 °C, el espesor de las placas llega a ser tan fino, que la mezcla de esta bainita con las partículas de austenita retenida puede proporcionar durezas de hasta 600 HV, como fue mostrado por algunos autores [63].

Por otra parte, para la ductilidad y la resistencia al impacto, la bainita presenta un mejor comportamiento con respecto a la perlita y a la martensita revenida, causado principalmente por el tamaño de las placas bainíticas [64].

Para las diferentes gamas de morfologías bainíticas, se destaca que la bainita inferior presenta una mayor tenacidad que la bainita superior (alta temperatura), a pesar de que también tiene una mayor resistencia a la fluencia. Esto se debe al menor tamaño de los paquetes y de las placas, los cuales tienen un cambio mayor en la orientación entre sus límites de grano, incrementando la resistencia tanto al movimiento de las dislocaciones como a la propagación de grietas [65]. Otros factores que producen mayor límite elástico y una mejor tenacidad de la bainita inferior son la alta densidad de dislocaciones y el mayor porcentaje de carbono en solución sólida de la ferrita bainítica [66].

La microestructura bainítica presenta también una excelente resistencia al desgaste en comparación a otras microestructuras, gracias a su combinación de alta resistencia y tenacidad, las cuales son de gran importancia para la fabricación de piezas que por su uso presentan pérdida de masa en las superficies o desgaste [66]. En general, algunas de las propiedades mecánicas para aceros bainíticos se observan en la Tabla 2.1.

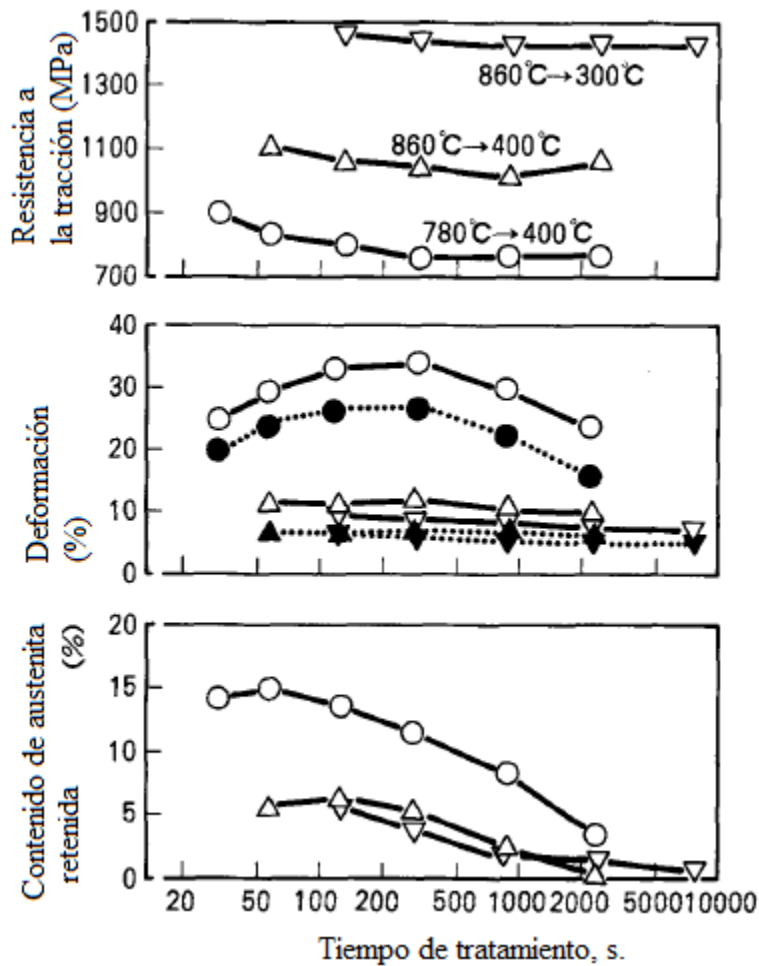
**Tabla 2.1** Propiedades mecánicas generales para aceros bainíticos [67].

Límite elástico	750-800 MPa
Resistencia mecánica	900- 1000 MPa
Tenacidad (Charpy) a T amb	>40 J
Temperatura de transición dúctil-frágil	-29°C

Por otro lado, las propiedades mecánicas se ven afectadas por la fracción de bainita transformada, que a su vez es consecuencia del tiempo del temple bainítico y de la temperatura del tratamiento, como se observa en la Tabla 2.2 y en la Figura 2.10 [68, 69].

**Tabla 2.2** Propiedades mecánicas de varios aceros tratados por temple bainítico [69].

Temperatura de tratamiento	Esfuerzo de cedencia (Mpa)	Deformación real(%)	Resistencia a la tracción (Mpa)
593K	1160	7.5	1910
623K	1246	13.2	1760
643K	1223	18.2	1615
673K	932	24.3	1186



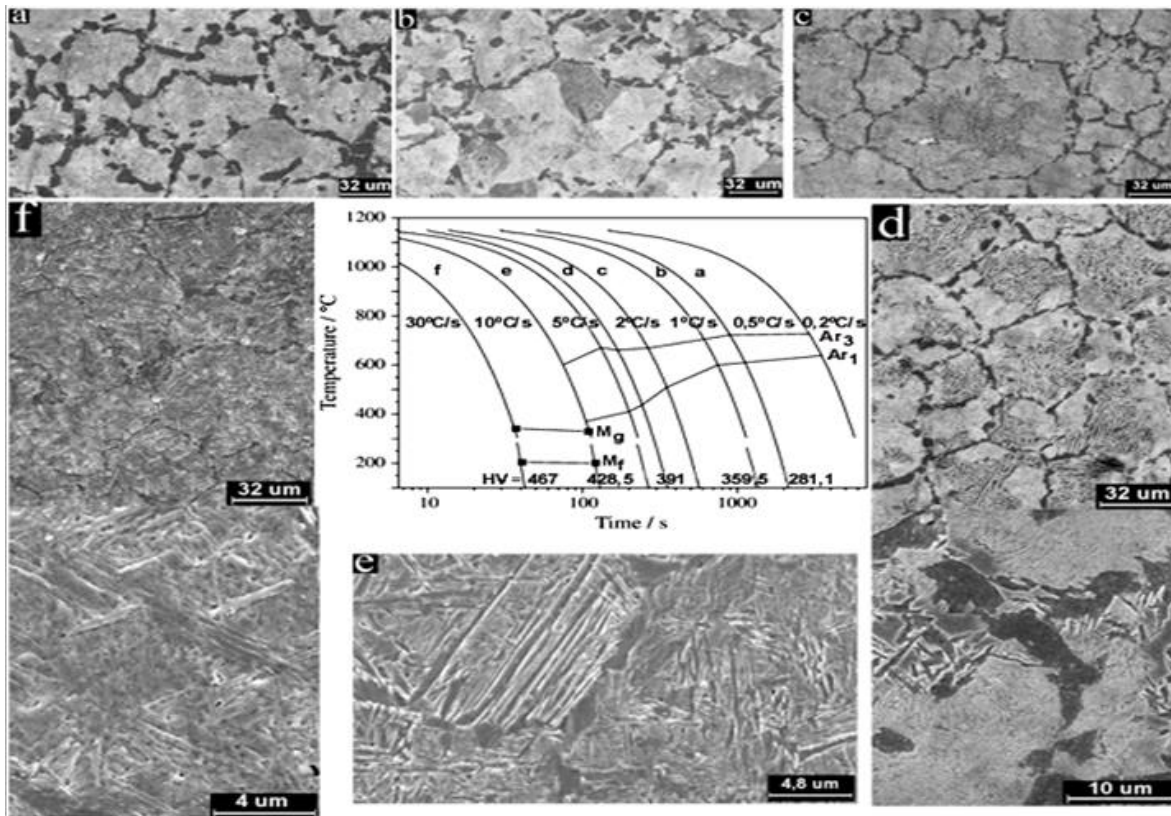
**Figura 2.10** Cambios en propiedades mecánicas en función del tiempo de mantenimiento del tratamiento de temple bainítico para un acero de bajo contenido en carbón (0.2 w%) [69].

## 2.5 Caracterización microestructural

Una forma de caracterizar microestructuralmente los aceros bainíticos es cuantificando la fracción en volumen de las fases presentes en la matriz resultante del tratamiento térmico. En este sentido, se ha reportado y demostrado que la utilización del método de comparación directa, Cullity *et al.* [70], junto con análisis metalográfico y análisis térmico, suelen ser herramientas útiles para cuantificar la evolución de estas fases. La mayoría de los autores han reportado la utilización de la técnica de análisis metalográfico junto con análisis térmico de las curvas de enfriamiento como una herramienta eficaz para la caracterización de microestructuras. Por ejemplo, Rundman *et al.* [71] reporta un estudio completo de bainita en hierro dúctil mediante el uso de técnicas de análisis metalográfico junto con análisis térmico y difracción de rayos X.

Por otro lado, en trabajos recientes [72, 73], se describen las condiciones de obtención e identificación morfológica tanto para la bainita superior como la inferior mediante microscopía electrónica de barrido MEB. Es importante mencionar que en la mayoría de trabajos de obtención de bainita por medio de temple, el proceso es isotérmico; algunos estudios [74] muestran la morfología de la microestructura bainítica producida por un tratamiento isotérmico además de sus características en función de la rapidez de enfriamiento como en la Figura 2.11, este tipo de imagen puede servir como un patrón de comparación en microestructuras bainíticas desarrolladas a partir de tratamientos de enfriamiento continuo, como es el caso de esta investigación.





**Figura 2.11** Microestructuras observadas después de temple bainítico en enfriamiento continuo hasta temperatura ambiente [73].

## 2.6 Lecho fluidizado

La porción de tiempo que ocupa el ciclo de tratamiento térmico de cualquier metal, dentro del tiempo total de procesamiento del mismo es relativamente pequeña. No obstante, es el factor más crítico para cumplir con los requerimientos mecánicos, dimensionales y de superficie que debe reunir la pieza final. Debido a lo anterior, durante los últimos años se han hecho considerables esfuerzos para obtener mayor control y menor variabilidad en las rapidezces de enfriamiento durante los procesos de temple, esto incluye avances respecto a diversos medios de enfriamiento tales como soluciones de polímeros y gases a alta presión [74].

En septiembre de 1984 aparece un artículo en la revista Metal Progress [75], en el cual se delinear los procesos de tratamientos térmicos que cuentan con mayores expectativas de

desarrollo a partir de la mitad de los 80's. En opinión de 29 profesionales del ramo, los procesos con mayor crecimiento a partir del mencionado año son - en orden decreciente - la nitruración iónica, los tratamientos al vacío, y los tratamientos en lechos fluidizados.

El uso de lechos fluidizados dentro de los tratamientos térmicos se remonta hasta los años 60's y 70's del siglo XX; sin embargo, su uso estaba más enfocado hacia el calentamiento de piezas metálicas, especialmente en tratamientos superficiales, como el carburizado y la nitrocarburación, y otros como el normalizado y la recristalización [76-82]. A partir de aproximadamente los últimos 20 años, una de las áreas con un mayor interés ha sido la aplicación de estos lechos en la industria del acero [74, 83-85].

Dentro de las principales ventajas de los reactores de lecho fluidizado se encuentra la alta rapidez de calentamiento o enfriamiento del lecho, aunada a la uniformidad térmica que se logra dentro del reactor debido a sus condiciones de operación. Por otra parte, aunque los procesos tradicionales de baños de sales o temple en aceites también son funcionales desde este punto de vista, el proceso en lecho fluidizado no presenta el mismo impacto ambiental que se observa para los baños de sales, los aceites, o las soluciones de polímeros de base acuosa [74]. Sin embargo, la mayor ventaja de los lechos fluidizados para el tratamiento de metales es la flexibilidad en la rapidez de transferencia de calor que se puede establecer entre el lecho y el metal a ser procesado.

Dicha flexibilidad está en función de los parámetros del proceso de fluidización, tales como el caudal o flujo específico utilizado, las partículas sólidas, el tipo de gas utilizado para la fluidización, el distribuidor utilizado y la temperatura del lecho. Como consecuencia de esta adaptabilidad, el temple en lecho puede ser ajustado para conducir procesos con severidad controlada, reduciendo la distorsión de las piezas tratadas y ajustándose más a las tolerancias dimensionales tan exigentes hoy día [74].

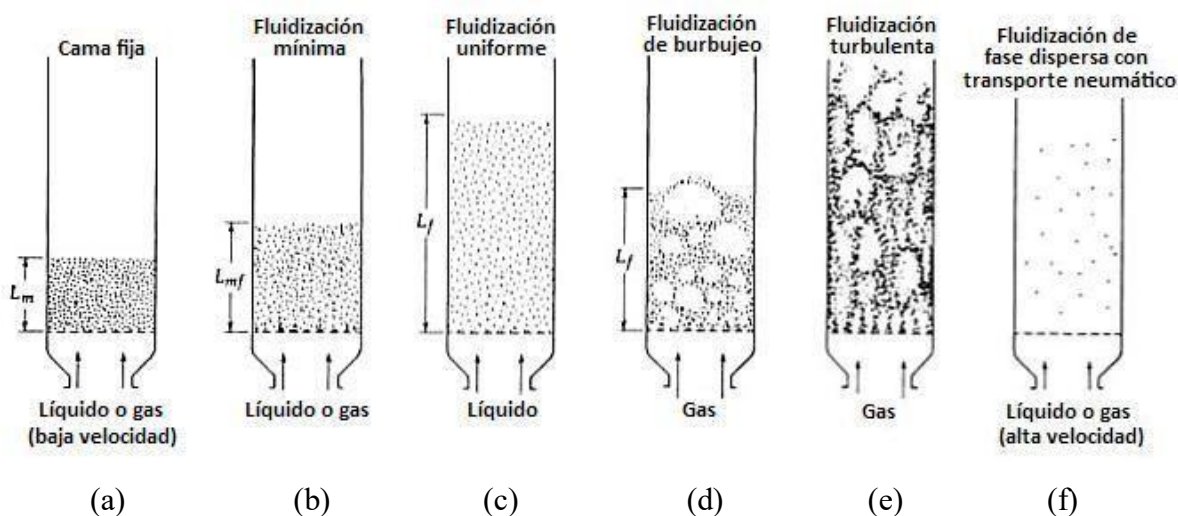
El uso de lechos fluidizados ha ido ganando terreno durante los últimos años debido a su flexibilidad, rendimiento y costo, siendo su costo inicial de inversión menor al de otro tipo de tratamiento también en auge: el tratamiento al vacío [74,75].

Su uso se ha ido ampliando y abarca principalmente el temple de aceros grado herramienta, tales como los tipos A, M, H, Y y D [83, 86].

Una patente del siglo XIX describe la tostación de minerales bajo las condiciones de un lecho fluidizado, poniendo atención a la notable uniformidad de la temperatura que posee el lecho fluidizado [87].

La fluidización consiste en hacer que una cama de partículas secas y finamente divididas (típicamente alúmina) se comporte como un líquido cuando sus partículas individuales estén microscópicamente separadas unas de las otras por el movimiento de un gas, que se introduce en la parte inferior y recorre todo el lecho.

La secuencia de eventos por los que pasa un lecho de ser empacado a que ocurra transporte neumático se ilustra en la Figura 2.12 [88, 89]. Se considera que una cama está en la fase densa cuando ésta exhibe un límite físico superior o una superficie bien definida. A un flujo suficientemente alto, la velocidad terminal de los sólidos se excede, y la cama entra en un estado de movimiento por lo que la superficie exterior deja de existir, y las partículas sólidas son llevadas afuera del lecho fluidizado. Este estado constituye una fase dispersa, diluida, y delgada del lecho fluidizado con transporte neumático de sólidos. Para efectuar un tratamiento térmico, es preferible un lecho con un régimen uniforme de fluidización (ver Figura 2.12 (c)).

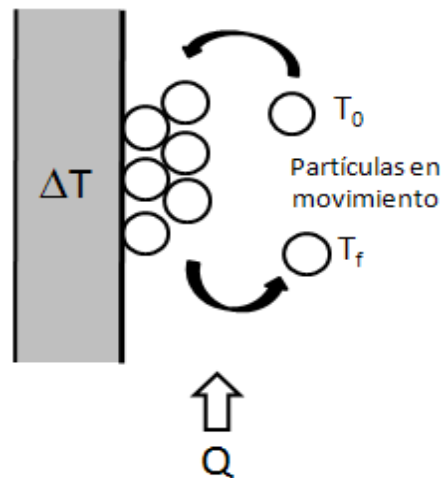


**Figura 2.12** Condición de fluidización como función del tipo de fluido y su velocidad [90].

Una de las principales propiedades de un lecho fluidizado es su alto coeficiente de transferencia de calor (entre 120 y 1200  $\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot^{\circ}\text{C}^{-1}$ ). El lecho fluidizado tiene la capacidad de calentar o enfriar piezas metálicas (ferrosas y no ferrosas) a rapidezces muy cercanas a las obtenidas por otros medios convencionales, como lo han corroborado Reynoldson [91] y más recientemente Totten y col. [92].

Esto, gracias al movimiento turbulento generado por la rápida circulación de las partículas y la enorme área interfacial gas – sólido.

Un cuerpo sumergido en un lecho fluidizado a una temperatura diferente a la del lecho experimentará una rapidez de transferencia de calor varias veces mayor que la que experimentaría exclusivamente con el gas. Esto es porque la capa límite que normalmente impide la transferencia de calor es penetrada por una sucesión de partículas calientes (o frías). Estas partículas tienen contacto físico con el cuerpo sumergido y mejoran la transferencia de calor, como se muestra en la Figura 2.13.

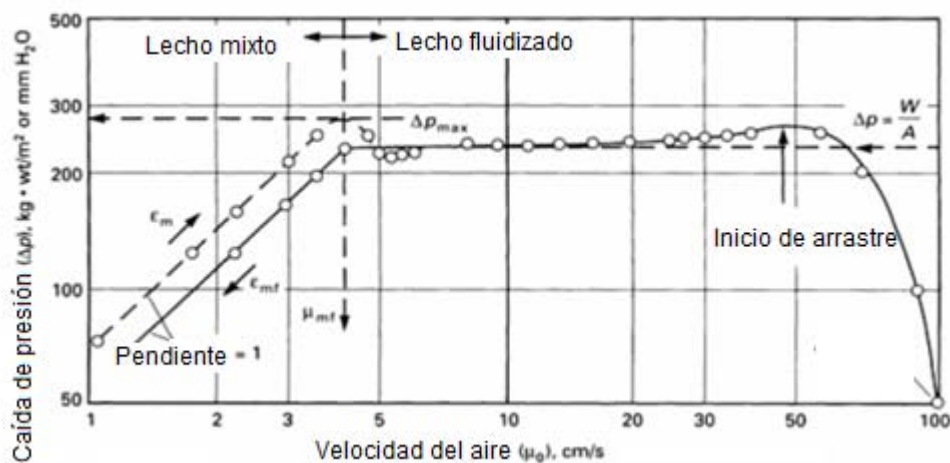


**Figura 2.13** Esquema de un cuerpo en contacto con partículas en movimiento dentro de un lecho fluidizado [93].

### 2.6.1 Determinación de la velocidad de fluidización

Para determinar cualitativamente el grado de fluidización, cuando una observación visual no es posible se utiliza un diagrama de caída de presión ( $\Delta P$ ) vs. velocidad ( $u$ ). Una cama

bien fluidizada se comportará como en la Figura 2.14, la cual tiene dos zonas. La primera zona se caracteriza por flujos lentos en la cama compacta, la caída de presión es proporcional a la velocidad del gas y usualmente alcanza valores ligeramente más altos que la presión estática de la cama. A medida que se va incrementando la velocidad del gas, la cama compacta se desbloquea repentinamente, resultando en un decremento de la caída de presión hasta la presión estática de la cama.



**Figura 2.14** Caída de presión vs velocidad del gas para un lecho fluidizado de partículas de alúmina [94].

Cuando la velocidad del gas es más alta que la de mínima fluidización, la cama se expande y las burbujas crecen, resultando en una cama heterogénea. Esta es la segunda zona o fase densa gas-sólido, en donde la caída de presión va a permanecer prácticamente inalterable independientemente de que la velocidad del gas aumente. Esta zona se caracteriza por estar bien aireada y presentar una fácil deformación sin resistencia apreciable, por su carácter hidrodinámico la fase densa gas-sólido se comporta como un líquido. Si se introduce un gas dentro de un tanque que contiene un líquido de baja viscosidad, la presión requerida para la inyección del gas es parecida a la presión estática del líquido, y es independiente del flujo de gas. La constancia en la caída de presión en estas dos situaciones y el burbujeo tanto en líquido como en el lecho fluidizado, se pueden tomar como análogas [94].

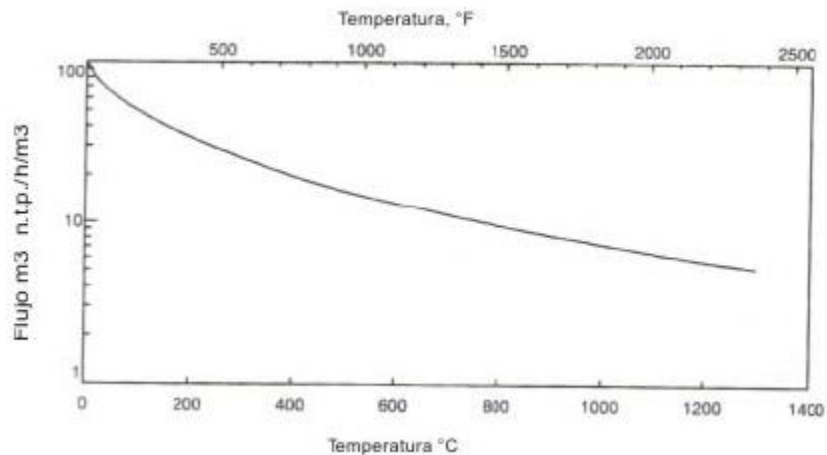
## 2.6.2 Número de fluidización y temperatura del lecho

Uno de los parámetros más importantes de un lecho fluidizado es el número de fluidización. Se define como la razón de la velocidad lineal del gas a través del lecho dividida por la velocidad lineal necesaria para alcanzar la condición de mínima fluidización [89]. Matemáticamente [95]:

$$N_f = \frac{Q}{Q_{mf}} = \frac{u}{u_{mf}} \quad (2.9)$$

En donde Q es el flujo de operación reactor y  $Q_{mf}$  es el flujo de fluidización mínima. Este parámetro es de gran importancia en el control de procesos de lecho fluidizado, dado que el coeficiente de transferencia de calor en el lecho está estrechamente relacionado con él.

En el diseño de los tratamientos térmicos en lechos fluidizados, el efecto de la temperatura debe de ser tomado en consideración, ya que esta variable afecta considerablemente a la fluidización. Por ejemplo, en la Figura 2.15 se aprecia que al aumentar la temperatura se necesita menos flujo de gas para lograr la fluidización debido a la expansión volumétrica de aire por efecto de la temperatura.



**Figura 2.15** Efecto de la temperatura sobre el flujo que corresponde a la mínima fluidización, para partículas con un diámetro de 0.1 mm [89].

### 2.6.3 Transferencia de calor en lechos fluidizados

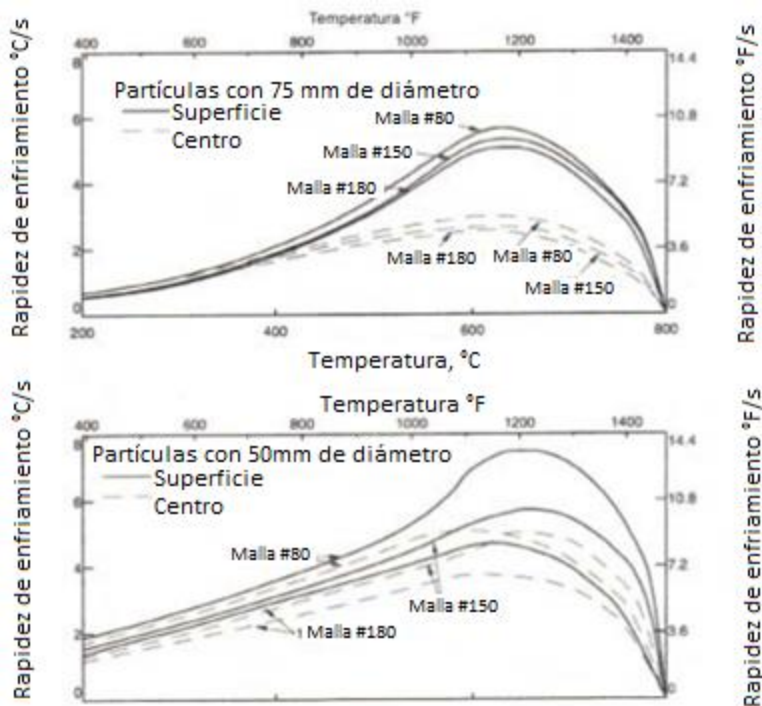
El transporte de energía en el interior del lecho es quizás el tópico de mayor importancia en el uso práctico de lecho fluidizados. La calidad del proceso químico, tratamiento térmico o termoquímico estará directamente ligada a los fenómenos de transferencia de calor y masa en el lecho [95]

El coeficiente de transferencia de calor de un lecho fluidizado, está típicamente entre 120 y 1200 W/m<sup>2</sup> las que se obtienen en los baños de plomo o de sales. El movimiento turbulento, la rápida circulación de las partículas, y el gran tamaño del área interfacial sólido-gas son elementos importantes que contribuyen al elevado valor del coeficiente de transferencia de calor en un lecho fluidizado.

En el trabajo realizado por Kovacs [88] se ha establecido que los siguientes parámetros son importantes para el desempeño térmico de un lecho fluidizado:

i) Diámetro de la partícula

Resultados experimentales muestran que la máxima rapidez de enfriamiento es directamente proporcional al tamaño de partícula (ver Figura 2.16). En la práctica se ha encontrado que el tamaño óptimo de la partícula se encuentra en el rango de 100 a 150  $\mu\text{m}$ .

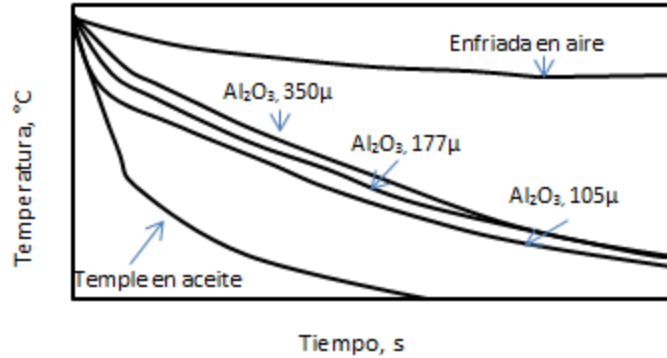


**Figura 2.16** Efecto del tamaño de grano de la alúmina en las curvas de enfriamiento para probetas de diámetros de 50 y 75 mm x 100mm de longitud [89].

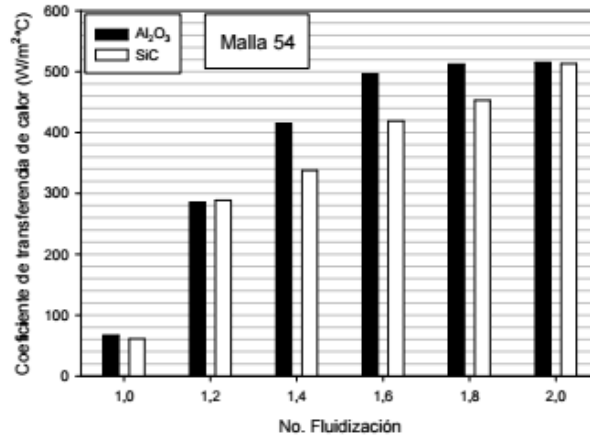
ii) Tipo de partícula y densidad

Se han reportado trabajos para un gran rango de tamaño y tipo de partículas (como se muestra en las Figuras 2.17 y 2.18). Los resultados indican que la conductividad térmica de la partícula tiene poco o nulo efecto en las características de transferencia de calor del lecho, pero se ha encontrado que la densidad de partícula es muy importante. En la práctica se ha encontrado que el carburo de silicio y la alúmina son las más convenientes a una densidad cercana a 1760 kg/cm<sup>3</sup>. Como puede apreciarse en la Figura 2.17, el coeficiente de transferencia de calor de la alúmina es solo marginalmente superior al del carburo de silicio. Generalmente el gran costo del carburo de silicio ha hecho que se prefiera la alúmina.





**Figura 2.17** Efecto del tamaño de partícula de alúmina en la respuesta térmica [96].



**Figura 2.18** Coeficientes de transferencia de calor en función del número de fluidización para experimentos con alúmina o con carburo de silicio (ambos malla 54) [97].

La capacidad calorífica volumétrica de las partículas es casi mil veces mayor que la de los gases a presión atmosférica y similar a la de ciertos líquidos [98]. Las altas rapidezces de transferencia de energía entre el lecho y las superficies inmersas se obtienen por el rápido intercambio de material (partículas) entre la región adyacente a la superficie de transferencia y el resto del lecho. Por lo tanto, un tiempo de residencia de la partícula pequeño caracteriza a un lecho fluidizado con condiciones de transferencia de energía óptimas. Este tipo de transporte de calor a través de "paquetes" de calor absorbidos por las partículas es denominado comúnmente como "convección de partícula", por analogía con la convección en medios móviles como gases o líquidos. En los sistemas con convección, el movimiento del fluido se da por gradientes de densidad, que a su vez se originan por el contacto con superficies calientes,  $p = f(T)$ . En la "convección de partícula", el movimiento

se debe a la agitación que produce el gas [98]. De lo anterior, puede verse también que uno de los parámetros importantes en el transporte de calor es el tamaño de partícula; a tamaños pequeños de partícula la "convección de partícula" se verá mejorada. En los casos en donde la temperatura del lecho sea significativa, el transporte de calor por radiación también será significativo. En estos casos la conductividad térmica del gas alimentado también aumentará [86, 99]. Botterill [98] recomienda la siguiente correlación empírica propuesta por Zabrodsky [100] para el coeficiente de transferencia de calor en lechos:

$$h_B \cong 35.8 \rho_p^{0.2} K_g^{0.6} d_p^{-0.36} \quad (2.10)$$

En donde  $h_B$  es el coeficiente de transferencia de una superficie inmersa en el lecho en  $W/m^2\text{°C}$ ,  $\rho_p$  es la densidad de la partícula en  $kg/m^3$ ,  $k_g$  es la conductividad de la partícula en  $W/m\text{°C}$ , y  $d_p$  es el diámetro medio de la partícula en m.

Existen diversas formas de transferencia de calor en los lechos fluidizados, entre las cuales destacan:

- Gas a partícula.
- Partícula a partícula.
- Partícula a superficie de transferencia de calor ("Convección de partícula").

Estas tres formas de transporte se conjugan en la zona adyacente a la superficie inmersa para determinar el coeficiente de transferencia de calor ( $h$ ) y el flujo de calor ( $q$ ), los cuales se relacionan como [101]:

$$q = A_w h \Delta T \quad (2.11)$$

Donde "q" es el flujo de calor,  $A_w$  es el área superficial de intercambio de calor, y  $\Delta T$  es la diferencia de temperatura entre el lecho y la superficie.

Se ha encontrado que los coeficientes de transporte de energía lecho - pared son de uno a dos órdenes de magnitud más grandes que para gases solos, por lo tanto los lechos representan una interacción compleja de gas y sólidos [101].

De acuerdo a Mickley [102], la transferencia de calor entre el lecho agitado y la superficie inmersa se da por medio de "pulsos" o intervalos en estado inestable durante el breve tiempo de residencia de la emulsión gas - sólido en la vecindad de la pared de la pieza. La teoría se fundamenta en mediciones experimentales, las cuales muestran que el coeficiente de transferencia de calor en la superficie del sólido inmerso en el lecho exhibe un comportamiento similar a "pulsos". Los bajos valores del coeficiente de transferencia de calor " $h_w$ " en la interfase sólido - lecho, corresponden a los intervalos de tiempo cuando la superficie está en contacto mas con las burbujas de gas que con la emulsión, mientras que los valores altos representan el intervalo de tiempo durante el cual la emulsión rodea mayoritariamente a la superficie de transferencia.

El modelo de Mickley explica satisfactoriamente las observaciones experimentales que indican que el coeficiente de transferencia de calor en la interfase sólido - lecho, alcanza un valor máximo a una velocidad particular de gas. A bajas rapideces de flujo, un incremento en la velocidad de fluidización aumenta el grado de agitación en el lecho, y por lo tanto la frecuencia con que la emulsión está en contacto con la superficie de la pieza. Sin embargo, la frecuencia de la formación de burbujas también aumenta y, como se ha explicado anteriormente, este incremento tiene un efecto negativo para la rapidez de transferencia de calor. La acción competitiva de estos dos efectos resulta en un coeficiente de transferencia de calor máximo a una velocidad intermedia de gas. Pero aunque el modelo de Mickley representa satisfactoriamente el transporte de energía en la interfase sólido - lecho, no puede ser utilizado para predecir el valor del coeficiente de transporte de calor  $h_w$ .

Numerosos estudios experimentales y correlaciones para  $h_w$  en lechos fluidizados han sido reportados en la literatura, pero la mayoría están limitados a un pequeño rango de condiciones.

Dow y Jacob [102] han propuesto la siguiente correlación para la determinación del valor de  $h_w$ :

$$\frac{h_w d_p}{k_g} = 0.55 \left( \frac{d_p u_0 \rho_g}{\mu} \right)^{0.5} \left( \frac{\rho_s C p_s}{\rho_g C p_g} \right)^{0.25} \left( \frac{d_B}{d_p} \right)^{0.03} \left( \frac{L_B}{d_B} \right)^{-0.65} \left( \frac{1-\varepsilon_B}{\varepsilon_B} \right) \quad (2.12)$$

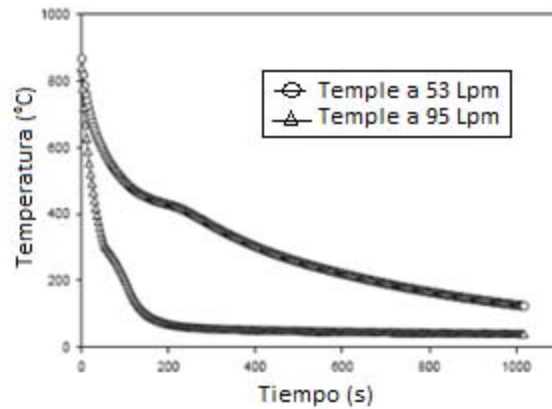
En donde:  $h_w$  es el coeficiente de transferencia de calor en la superficie de la pieza inmersa en el lecho fluidizado,  $d_B$  es el diámetro del lecho fluidizado,  $L_B$ ,  $\mathcal{E}_B$  son la altura y porosidad del lecho, respectivamente,  $\rho_s$  y  $\rho_g$  son la densidad del sólido y del gas, respectivamente,  $Cp_s$  y  $Cp_g$  son la capacidad calorífica del sólido y del gas, respectivamente,  $k_g$  es la conductividad térmica del gas,  $d_p$  es el diámetro de las partículas y  $u_0$  es la velocidad del gas.

Debido a la naturaleza compleja del fenómeno de fluidización, estas y otras correlaciones están lejos de tener aplicación universal [102].

#### **2.6.4 Tratamiento térmico de temple en lecho fluidizado**

Las severidades de temple obtenidas con un lecho fluidizado están entre las que se obtienen en aire quieto y aceite de lenta agitación como medios de temple, por lo que es posible utilizar este tipo de reactores para templar aceros que tengan buena templabilidad. Algunas ventajas de templar en un lecho fluidizado son: su flexibilidad, buen control de proceso, y limpieza; en contraposición, una de las desventajas, que inhibe su uso, es el costo del gas. A pesar de que el uso del lecho fluidizado está limitado por el costo de operación, presenta la ventaja de una rapidez transferencia de calor relativamente uniforme en todo el rango de temperaturas durante el temple, por lo cual el proceso es reproducible. El lecho fluidizado no tiene las desventajas ambientales del temple en aceites o en sales fundidas.

La Figura 2.19 muestra las curvas de respuesta térmica para el temple del acero AISI 9840 en un lecho fluidizado de alúmina-aire a temperatura ambiente realizado por Dueñas [103]. Para el temple con aire a 53 l/min se obtuvo bainita, mientras que el temple con aire a 95 l/min produjo martensita. Con este ejemplo se ilustra la flexibilidad del lecho fluidizado ya que, utilizando un mismo medio de temple, se pueden obtener resultados distintos.



**Figura 2.19** Respuesta térmica de probetas de acero AISI 9840 templadas en un lecho fluidizado: con flujo de mínima fluidización, correspondiente a 53 L/min de aire, círculos; y 95 L/min (triángulos) de aire [103].

## 2.7 Modelos matemáticos de transformación bainítica

El desarrollo de modelos matemáticos para el control del tratamiento térmico del temple bainítico del acero ha sido una área muy poco estudiada, de manera que estos modelos pueden ser citados. Thomson [104], desarrolló un modelo capaz de relacionar el efecto de la segregación de los elementos aleantes en la matriz resultante del tratamiento, los parámetros térmicos de operación y la cinética de transformación, con la finalidad de estimar las propiedades mecánicas con base a correlaciones empíricas y algunos fundamentos termodinámicos. Lamentablemente, el modelo no tiene la capacidad de relacionar la transferencia de calor con la cinética de transformación. Estos aspectos fundamentales son imprescindibles para aprovechar la templabilidad del acero y predecir la microestructura en piezas de sección gruesa. Similarmente, Yescas [105], desarrolló un modelo mediante el uso de redes neuronales, el cual es un método de análisis regresional que fija una función flexible no lineal del tipo hiperbólica [106], con el propósito de estimar el contenido de austenita retenida al final del tratamiento térmico del temple bainítico, pero realizado a hierros nodulares. Yescas, concluye que los tiempos de temple bainítico cortos producen un inadecuado enriquecimiento con carbono en la austenita retenida. Esto se debe a que existen zonas con austenita residual remanente, la cual es inestable, promoviéndose la formación de fases residuales mientras que los tiempos largos dan oportunidad al inicio de la segunda etapa de transformación. De acuerdo con lo anterior, es de suma importancia

controlar la cantidad de austenita retenida para lograr la óptima combinación de las propiedades mecánicas. Una fracción de austenita retenida máxima es un indicativo que la transformación ausferrítica se ha llevado a cabo por completo, por lo que, una disminución en esta variable puede ser indicio de que ha ocurrido la descomposición de la austenita en bainita y carburos. Cabe señalar, que el modelo de Yescas no se encuentra fundamentado en un modelo determinístico basado en los fenómenos que ocurren en el tratamiento térmico, más bien, hace uso de una base de datos bien consolidada para obtener estimaciones del porcentaje de austenita retenida. Con respecto a la ventana de procesamiento, Zahiri [107], con la finalidad de optimizar el tratamiento térmico para la obtención de las propiedades mecánicas deseadas, propone un modelo matemático basado en una modificación del modelo de transformación bainítica para aceros con alto contenido de silicio ( $> 1.5\text{wt. \% Si}$ ). Este modelo predice las condiciones a las cuales queda confinada la ventana de procesamiento. La ventana de procesamiento queda confinada en un intervalo de tiempo entre el fin de la primera etapa de transformación,  $t_1$ , y el inicio de la segunda etapa de transformación,  $t_2$ . El tiempo  $t_1$  está definido como el tiempo al cual no más del 3 % en volumen de martensita se encuentra presente en la matriz. Como se ha señalado, la martensita se forma durante el enfriamiento a temperatura ambiente a partir de la austenita residual remanente que aún queda en la matriz y la cual no ha sido enriquecida con carbono durante la transformación isotérmica. Es decir,  $t_1$  es aproximadamente igual al tiempo en el cual la fracción en volumen de austenita residual remanente cae por debajo del 3 % en volumen. El tiempo  $t_2$ , es el tiempo al cual el 90 % de la austenita retenida permanece en la matriz aún iniciada la descomposición de esta fase en bainita. Zahiri se basa en datos termodinámicos y cinéticos para la obtención de dichos tiempos dejando de lado la transferencia de calor. Sin embargo, una de sus principales contribuciones es la introducción del factor de autocatálisis, con el cual cuantifica el fenómeno de activación en la formación de las placas de ferrita. Esto es, la nucleación de placas de ferrita a partir de otras previamente formadas, lo cual queda limitado por el contenido de carbono en la intercara ferrita/austenita. La desventaja del modelo de Zahiri yace en que se requiere una calibración con datos experimentales para cada aleación específica. Tampoco considera la segregación de los elementos aleantes para determinar dicho factor de autocatálisis. Al igual que los modelos anteriores este modelo tampoco tiene un fundamento basado en las

ecuaciones determinísticas que gobiernan la transferencia de calor ni la cinética de transformación que ocurren durante el temple bainítico. Posteriormente, Zahiri [108] reporta que es posible mejorar las predicciones del modelo anterior ahora utilizando una función para el factor de autocatálisis tomando en cuenta el efecto de la segregación de los elementos aleantes y la temperatura de austemperización. Una última aportación es un modelo matemático que estima la rapidez de enfriamiento crítica en el proceso de temple bainítico y fue propuesto por Teng [109]. Teng, a diferencia de los autores anteriores, establece un modelo con base a ecuaciones determinísticas fundamentado en la ecuación general de calor por conducción en un sistema bidimensional. Sin embargo, este modelo no tiene la capacidad de predecir el campo microestructural y es utilizado únicamente para estimar la rapidez de enfriamiento crítica para evitar que parte de la pieza entre en la zona de transformación perlítica o ferrítica (dependiendo del tipo de acero), en piezas de sección gruesa. Por otro lado, existe muy poca información acerca de las propiedades termofísicas del acero templado bainíticamente, las cuales son fundamentales para la caracterización de la transferencia de calor. Bayati [110], reporta las propiedades termofísicas a diferentes condiciones de operación y para diferentes microestructuras presentes pero en los hierros colados templados bainíticamente así como la influencia de la estructura sobre dichas propiedades [38]. Por ello es necesario establecer las bases que permitan la formulación de modelos matemáticos que describan y acoplen los fenómenos que ocurren en el proceso del temple bainítico. Uno de los objetivos de este trabajo es crear las bases necesarias para acoplar los dos campos más importantes en el temple bainítico del acero: 1) el campo térmico, gobernado por la transferencia de calor en la intercara pieza/medio de enfriamiento y 2) la cinética de transformación de la bainita.

## **2.8 Modelo matemático para la transferencia de calor en tratamientos térmicos**

La transferencia de calor durante los procesos de tratamientos térmicos, involucra el intercambio de energía térmica entre el sistema de interés y el medio de enfriamiento. En particular para un tratamiento de temple, la historia térmica durante el enfriamiento determina en gran medida la evolución del campo microestructural así como la distribución

de esfuerzos residuales, y por consecuencia las propiedades mecánicas finales del componente templado.

Idealmente, para minimizar la presencia de esfuerzos residuales y optimizar la microestructura necesaria, un medio de temple debe presentar una baja rapidez de enfriamiento a altas temperaturas, una elevada rapidez de enfriamiento a temperaturas donde se producen transformaciones de fase (es decir, entre  $A_{c3}$  y  $M_s$ ), y una baja rapidez de enfriamiento en la etapa final del tratamiento [111].

La simulación de un temple requiere la solución de un problema multifísico con condiciones de frontera complejas debido a que la transferencia de calor, la transformación de fase, y las interacciones mecánicas ocurren simultáneamente [112].

### **2.8.1 Conducción de calor**

La conducción de calor es un mecanismo de transferencia de energía debido al movimiento molecular dentro de un cuerpo; en particular para un medio continuo sólido, la conducción se debe a la energía cinética de las partículas provocada por las vibraciones y colisiones entre los átomos, fonones y electrones libres en el material en presencia de un gradiente de temperatura [113]. A diferencia de la convección o la radiación, el mecanismo de conducción se caracteriza por interacciones de corta distancia; además, requiere la presencia de un medio de transporte.

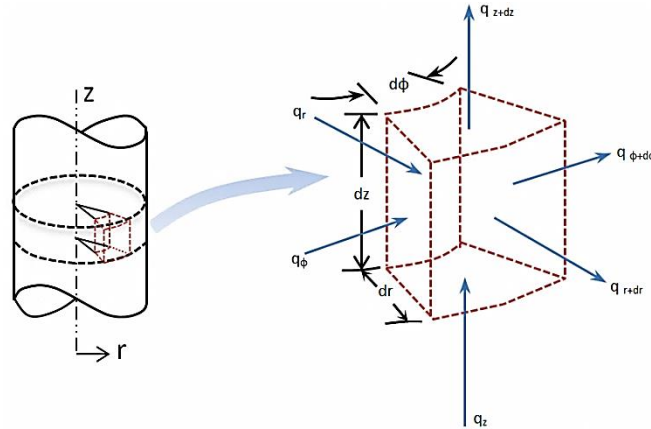
La propiedad física de los materiales que determina su capacidad para conducir el calor es la conductividad térmica; esta propiedad mide la capacidad de una sustancia de transferir la energía cinética de sus moléculas a otras moléculas adyacentes o a sustancias con las que no está en contacto [114]. En el Sistema Internacional de Unidades la conductividad térmica se mide en  $W K^{-1} m^{-1}$ .

#### **2.8.1.1 Formulación matemática**

La transferencia de calor al interior de un componente templado se puede describir matemáticamente con la ecuación de conducción de calor en estado transitorio, incluyendo



un término de generación debido al calor latente asociado con las transformaciones de fase. En particular, para este trabajo se emplearon probetas con geometría cilíndrica, por lo que a continuación se presenta el análisis para dicha geometría (ver Figura 2.20).



**Figura 2.20** Esquema representativo del transporte de energía por conducción en un elemento de control en un cilindro.

Para un problema de conducción de calor en un sólido isotrópico, en estado transitorio; la ecuación gobernante tiene la forma siguiente [115]:

$$\nabla(k\nabla T) + q_G = \rho C p \frac{\partial T}{\partial t} \quad \forall (r, z, \theta) \in \Omega \subset R^3, \quad t \in (0, t_f] \quad (2.13)$$

Considerando un problema axisimétrico la ecuación (2.13) se reduce a:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r k \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{\partial}{\partial z} \left( k \frac{\partial T}{\partial z} \right) + q_G = \rho C p \frac{\partial T}{\partial t} \quad \forall (r, z) \in \Omega \subset R^3, \quad t \in (0, t_f] \quad (2.14)$$

La ecuación 2.2 puede estar sujeta a alguna(s) de las condiciones de frontera siguientes:

Condición de frontera de simetría

$$\frac{\partial T(0, z, t)}{\partial r} = 0 \quad r = 0, \quad t \in (0, t_f] \quad (2.15)$$

Condición de frontera de Primer tipo (condición de frontera de Dirichlet):

$$T(r, z, t) = T_s(r, z, t) \quad \forall (r, z) \in S_i, \quad t \in (0, t_f] \quad (2.16)$$

Condición de frontera de Segundo tipo (condición de frontera de Neumann):

$$-k \frac{\partial T(r, z, t)}{\partial n_i} = q(r, z, t) \quad \forall (r, z) \in S_i, \quad t \in (0, t_f] \quad (2.17)$$

Condición de frontera de Tercer tipo (condición de frontera de Robin):

$$-k \frac{\partial T(r, z, t)}{\partial n_i} = h_i(T(r, z, t)|_{S_i} - T_\infty) \quad \forall (r, z) \in S_i, \quad t \in (0, t_f] \quad (2.18)$$

Si el cilindro tiene una temperatura uniforme al del inicio del enfriamiento. La condición inicial es:

$$T(r, z, t) = T_0 \quad \forall (r, z) \in \Omega, \quad t = 0 \quad (2.19)$$

### 2.8.1.2 Enfriamiento newtoniano

Un caso extremo de la ecuación 2.14 resulta al considerar que no existen gradientes térmicos en el interior del cilindro, es decir, que la resistencia térmica debida a la convección en la superficie es mucho mayor que la resistencia debida a la conducción. Una forma de evaluar esta condición es con el número de Biot. Si el número de Biot es menor a 0.1, es posible considerar enfriamiento newtoniano.

Para el caso de conducción de calor unidimensional (en dirección radial), sin generación y con propiedades termofísicas constantes, es posible realizar un balance de energía térmica, obteniendo la siguiente ecuación diferencial ordinaria:

$$\bar{h}(T - T_\infty)A = -V\rho C_p \frac{dT}{dt} \quad (2.20)$$

Después de la integración, la respuesta térmica en el cilindro está dada por:

$$T = T_{\infty} + (T_0 - T_{\infty}) \exp\left(-\frac{\bar{h}At}{V\rho C_p}\right) \quad (2.21)$$

### 2.8.1.3 Enfriamiento no newtoniano

Un caso más general consiste en considerar la presencia de gradientes térmicos en el sólido. Para el enfriamiento de un cilindro sólido (infinitamente largo y de radio  $R$ ) por convección (coeficiente de transferencia de calor constante) y suponiendo flujo de calor 1-D (en dirección radial), sin generación, con propiedades termofísicas constantes la Ecuación 2.14 se puede expresar como:

$$\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( r \frac{\partial T}{\partial r} \right) = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} \quad 0 \leq r \leq R \quad (2.22)$$

Sujeta a las condiciones de frontera siguientes:

$$\frac{\partial T(0, t)}{\partial r} = 0 \quad r = 0, \quad t > 0 \quad (2.23)$$

$$-k \frac{\partial T(r, t)}{\partial r} = h(T - T_{\infty}) \quad r = R \quad t > 0 \quad (2.24)$$

Y la condición inicial:

$$T(r, 0) = T_i \quad \forall(r) \in \Omega, \quad t = 0 \quad (2.25)$$

La Ecuación 2.22 es una ecuación diferencial parcial de segundo orden y la solución analítica de la misma, empleando el método de separación de variables [116] es:

$$T(r, t) = T_{\infty} + (T_i - T_{\infty}) \sum_{n=1}^{\infty} \frac{2 J_1(\lambda_n) J_0\left(\lambda_n \frac{r}{R}\right)}{\lambda_n J_0^2(\beta_m) + J_1^2(\lambda_n)} \exp\left(-\frac{\alpha t}{R^2} \lambda_n^2\right) \quad (2.26)$$

Donde los valores propios  $\lambda_n$ , son las raíces positivas de la siguiente ecuación trascendental:

$$\lambda_n R J_1(\lambda_n R) - Bi J_0(\lambda_n R) = 0 \quad (2.27)$$

$J_0(x)$ ,  $J_1(x)$  son las funciones de Bessel de orden cero y primer orden, respectivamente.

### 2.8.2 Calor generado por las transformaciones de fase

El calor desprendido durante una transformación de fase constituye el vínculo entre el campo térmico y el campo microestructural. Este calor generado en cada paso de tiempo  $\Delta t$  es directamente proporcional a la rapidez de transformación y se calcula como:

$$q_G = \rho \Delta H_{trans} \frac{\Delta X}{\Delta t} \quad (2.28)$$

Para calcular  $q_G$ , la nueva fracción transformada (que es una función de la temperatura y de la ruta de enfriamiento) debe ser conocida. Por lo tanto es necesario implementar un esquema iterativo.

En el caso de las transformaciones difusionales (austenita-perlita, austenita-bainita, austenita-ferrita), la fracción transformada durante el enfriamiento continuo se puede calcular con la ecuación de Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov (JMAK) [117]. Este modelo cinético considera que la transformación es isotrópica y, por lo tanto, el producto tiene una forma perfectamente esférica; así mismo asume que la nucleación se produce al azar y que tanto la rapidez de nucleación como la rapidez de crecimiento son constantes.

Dada la complejidad para determinar la cinética de transformación en condiciones de enfriamiento continuo, no es posible caracterizarlas en base a primeros principios. Sin embargo, se han desarrollado metodologías semi-empíricas que calculan la fracción transformada durante el enfriamiento utilizando la información cinética obtenida bajo condiciones isotérmicas [118, 119]. Una de estas metodologías consiste en emplear el principio de aditividad [120, 121].

El calor generado durante la transformación, las condiciones de frontera y la variación de las propiedades termofísicas con la temperatura, hacen de este un problema no lineal y, por

lo tanto, el problema no tiene una solución analítica. En su lugar, se tiene que recurrir a una solución numérica.

Actualmente existe una gran variedad de modelos matemáticos y simulaciones computacionales para tratamientos térmicos basadas en métodos numéricos tales como diferencias finitas (*FDM*, por sus siglas en inglés), elementos finitos (*FEM*, por sus siglas en inglés) y volumen finito (*FVM*, por sus siglas en inglés).

## **2.9 Problema inverso de conducción de calor (*IHCP*)**

Los problemas inversos se pueden encontrar en diversas áreas de la ciencia y de la ingeniería, en particular en los campos de la ingeniería química, la geofísica, la aeronáutica, la metalurgia, ciencia de materiales, etc.

Para un problema de conducción de calor donde se conocen las propiedades termofísicas del material, su geometría, las condiciones de frontera, y la condición inicial, es posible formular un problema matemático cuya solución (mediante métodos analíticos o numéricos) permite calcular la evolución del campo térmico; este tipo de problema se conoce como problema directo de conducción de calor (*DHCP*, por sus siglas en inglés). Sin embargo, en muchas aplicaciones, el *flux* de calor y/o la historia térmica de la superficie son también incógnitas del problema y deben ser determinadas a partir de mediciones de la respuesta térmica local, para posteriormente estimar la condición de frontera activa; este se conoce como el problema inverso de conducción de calor (*IHCP*, por sus siglas en inglés).

### **2.9.1 Descripción del *IHCP***

Para un problema de flujo de calor unidimensional sin generación en una placa de espesor  $2L$ , que está inicialmente a una cierta temperatura  $T_0$  (ver Figura 2.21); donde ahora se desconoce la condición de frontera térmica en  $x = L$  y a cambio se tiene una respuesta térmica  $Y_i(t)$  medida en el sólido en  $x = x_1$ ; la formulación matemática está dada por la ecuación gobernante:

$$\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} = \frac{1}{\alpha} \frac{\partial T}{\partial t} \quad 0 \leq x \leq L \quad t > 0 \quad (2.29)$$

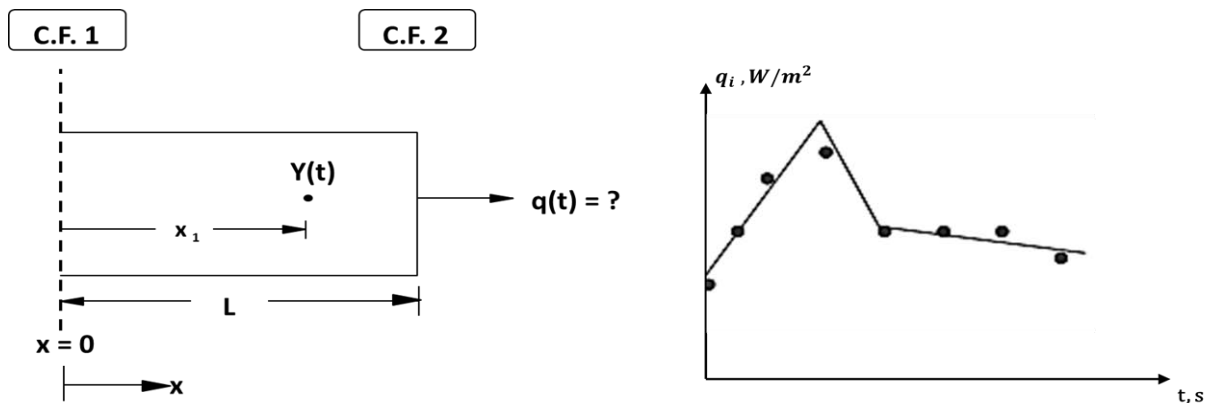
Sujeta a las condiciones de frontera siguientes:

$$x = L \quad 0 < t < t_f \quad -k \frac{\partial T(x, t)}{\partial x} = ? \quad (2.30)$$

$$x = 0 \quad t > 0 \quad -k \frac{\partial T(x, t)}{\partial x} = 0 \quad (2.31)$$

Y la condición inicial:

$$t = 0 \quad 0 \leq x \leq L \quad T = T_0(x, y, z) \quad (2.32)$$



**Figura 2.21** Representación esquemática del IHCP en una dirección de flujo, para una placa de espesor  $2L$  [122].

### 2.9.2 Dificultad del problema inverso

Un modelo matemático formal de un problema inverso puede formularse con relativa facilidad. La principal dificultad de los problemas inversos es que pueden tener muchas soluciones, es decir, que matemáticamente se trata de problemas de planteamiento incompleto (*ill-posed problem*) ya que no satisfacen los requisitos de existencia, unicidad y estabilidad de la solución [123].

La obtención de una solución convergente en un *IHCP* y, en general, en cualquier problema inverso, es muy difícil debido entre otras cosas a que dicha solución es extremadamente sensible a los errores de las medidas así como al número de éstas.

Para un problema inverso 1-D como el descrito en la sección anterior, en el que se busca estimar el *flux* de calor, al aumentar la cantidad de información (es decir, el número de mediciones experimentales) es necesario reducir el paso de tiempo entre los valores discretos de la curva  $q_i(t)$  estimada. Esta reducción introduce inestabilidades en la solución del *IHCP*, por lo que se recurre a métodos numéricos con los cuales se obtiene una solución aproximada.

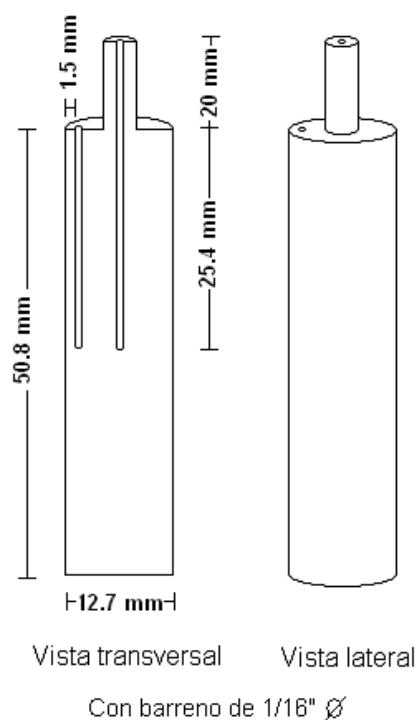
Especialmente durante las últimas tres décadas se han desarrollado diversas metodologías para resolver problemas inversos; gracias al avance tecnológico en *hardware* y *software* se ha favorecido la aplicación de modelos matemáticos sofisticados reduciendo significativamente el tiempo de cálculo [122].

### 3 Procedimiento experimental

En este capítulo se describe el diseño del equipo empleado y el procedimiento experimental aplicado para lograr el temple bainítico de aceros AISI 4140 y 5160, en un reactor de lecho fluidizado a escala laboratorio, así como la metodología para estimar la condición de frontera térmica a partir del enfriamiento, en condiciones de operación similares, de probetas del acero inoxidable austenítico AISI 304.

#### 3.1 Geometría, dimensiones y composición de las probetas

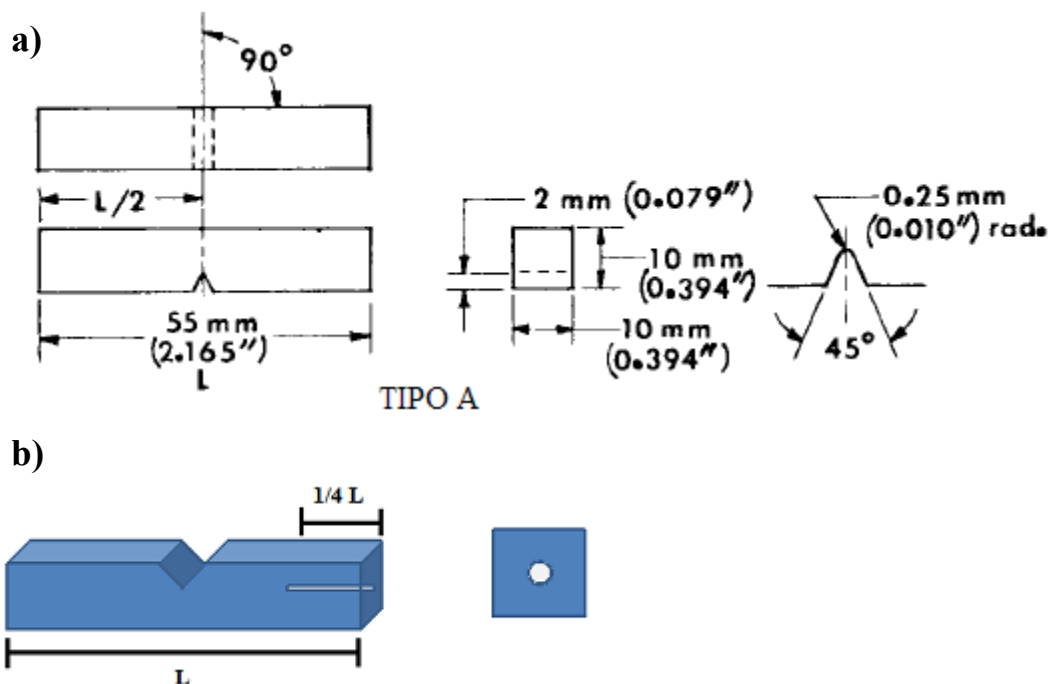
Se maquinaron dos tipos de probetas: cilíndricas y de tipo Charpy (ensayo de impacto). Las probetas cilíndricas tienen 12.7 mm (1/2 pulgada) de diámetro por 50.8 mm (2 pulgadas) de altura, para los tres tipos de acero estudiado AISI 304, 4140 y 5160. Tienen dos barrenos para colocar termopares (Figura 3.2) tipo K, de 1.58 mm (1/16 de in) y 60 cm de longitud. – ver Figura 3.1.



**Figura 3.1** Probeta de prueba de geometría cilíndrica.



Se fabricaron también probetas tipo Charpy para ensayo de impacto bajo la norma ASTM E-23 para los tres tipos de acero estudiados (ver Figura 3.2a). estas probetas también se instrumentaron con un termopar colocado a una profundidad de  $\frac{1}{4}$  de la longitud de la pieza (13.8 mm, ver Figura 3.2b), con el fin de evitar algún efecto en la fractura durante el ensayo mecánico.



**Figura 3.2** Geometría de la probeta Charpy para ensayos de impacto: a) dimensiones bajo la norma ASTM E-23, y b) esquema del barreno para termopar.

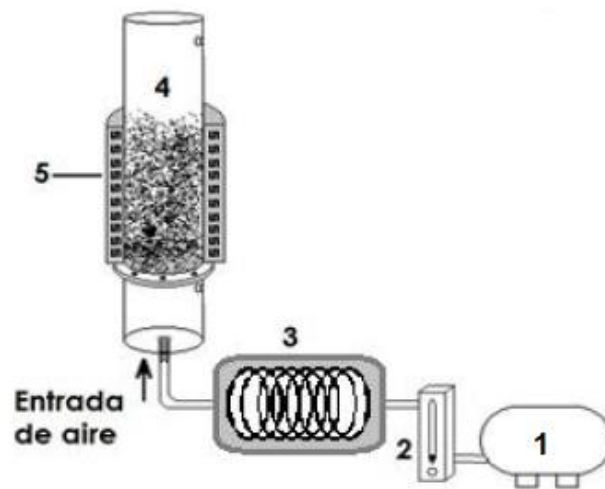
Las composiciones químicas (nominales) de los materiales para las probetas de esta investigación se muestran en la Tabla 3.1.

**Tabla 3.1** Composición química nominal de los aceros AISI 304, 4140 y 5160.

	% C	% Si	% Mn	% P	% S	% Cr	% Ni
AISI 304	0.07	0.75	2.0	0.04	0.015	19	10
AISI 4140	0.4	0.3	1.0	0.04	0.02	1.0	0
AISI 5160	0.6	0.35	0.75	0.04	0.015	0.7	0

### 3.2 Dispositivo experimental

El trabajo experimental se desarrolló en el equipo de laboratorio que se muestra en las Figuras 3.3 y 3.4. El equipo consiste de: una línea de alimentación de aire proveniente de un compresor de 235 L de capacidad y 3 HP de potencia, de marca EVANS (1), un rotámetro para controlar el flujo de aire (2), un horno de piso para precalentar el aire que se alimenta al reactor (3), una columna de fluidización (4), un horno de resistencia eléctrica para calentar al lecho fluidizado (5).



**Figura 3.3** Representación esquemática del dispositivo experimental para el tratamiento de temple bainítico.



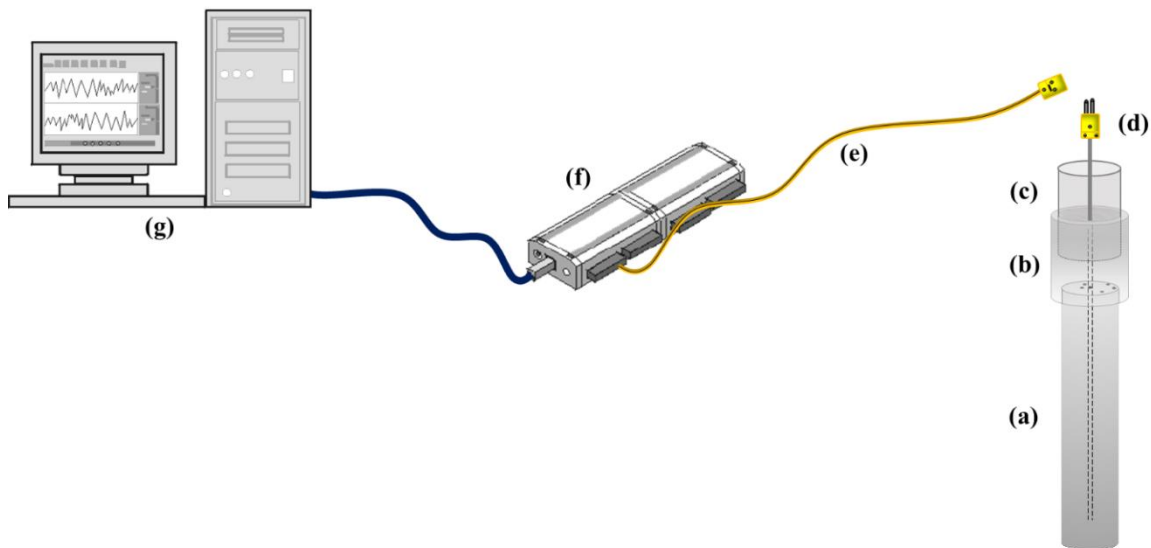
**Figura 3.4** Fotografía del dispositivo experimental utilizado en este estudio.

El reactor de lecho fluidizado para la experimentación está fabricado en acero y consiste de una columna de fluidización cilíndrica de 0.13 m de diámetro y 0.7 m de altura, y de una cámara de inyección y distribución también de 0.13 m de diámetro y de 0.14 m de altura, dentro de la cual se ubica el distribuidor de flujo (tapón poroso fabricado de arena Shell). Tanto la columna de fluidización como la cámara se conectan por medio de bridas, de tal manera que el distribuidor poroso se encuentra a la entrada de la columna de fluidización; una tela de acero inoxidable malla 200 se coloca en la parte superior del tapón para evitar así la infiltración de partículas finas en el distribuidor, evitando así que se atasque y disminuya la calidad en la distribución del aire. Dentro del lecho se encuentra una cama de alúmina con granulometría de malla 60. La altura del lecho (antes de pasar el aire) es de 19 cm, que son aproximadamente 4 kg de alúmina. A su vez, el lecho se calienta mediante un horno de resistencia eléctrica que envolvía la columna de fluidización.

El calentamiento de las probetas de acero se llevó a cabo dentro de un horno de resistencias de forma cilíndrica, que abre y cierra lateralmente para permitir el transporte de la pieza al seno del reactor de lecho fluidizado.

### **3.3 Adquisición de datos**

La técnica experimental se basa en la grabación de la respuesta térmica de los termopares mediante un sistema de adquisición de datos, que consiste de una computadora, un adquirente de datos (Pico Technology modelo TC-08) y termopares tipo K (previamente calibrados, ver Apéndice A) con sus correspondientes extensiones (ver Figura 3.5).



**Figura 3.5** Detalle de la probeta con el equipo necesario para la adquisición de datos: (a) probeta, (b) cople, (c) tubo guía, (d) termopar tipo K, (e) extensión para termopar, (f) adquisidor de datos y (g) computadora.

La frecuencia de adquisición empleada fue de 2 lecturas por segundo. El ajuste de la frecuencia de adquisición y el inicio e interrupción de la lectura de datos se realizan con el software *Personal DaqView 2.2.1*. El adquisidor de datos se conecta a una computadora por medio de un puerto *USB 2.0*.

### 3.4 Tratamiento térmico

Para el proceso de temple bainítico se utilizó la siguiente metodología:

Se calentaron las probetas hasta la temperatura de austenización mediante el horno de resistencia eléctrica tipo libro. Una vez que las probetas llegaban a la temperatura de austenización (o de inicio del enfriamiento para las probetas de acero inoxidable AISI 304), se mantenían por un tiempo de 20 min con el fin de homogenizar la temperatura dentro de la probeta. La etapa de austenización es importante ya que se requiere solubilizar de manera

homogénea el carbono en la austenita para lograr una óptima formación de las fases que conforman a la bainita.

Una vez que la probeta alcanzaba la temperatura deseada, se iniciaba la adquisición de datos a una frecuencia de adquisición de 2 datos por segundo.

El temple bainítico consistió en retirar el horno tipo libro después de austenizar, para inmediatamente sumergir la probeta en el lecho ya fluidizado, adquiriendo datos de la curva de enfriamiento hasta que la diferencia de temperatura de la probeta fuera muy cercana a la del lecho fluidizado.

Éste tratamiento se realizó para los tres tipos de aceros, para ambos tipos de geometría de probeta y para tres diferentes temperaturas del lecho fluidizado, tal y como se observa en la Tabla 3.2.

**Tabla 3.2** Condiciones experimentales para el temple bainítico en el lecho fluidizado.

<b>Material</b>	AISI 304	AISI 4140	AISI 5160
<b>Temperatura de austenización</b>	890°C	890°C	890°C
<b>Tiempo de austenización</b>	10 min	20 min	20 min
<b>Temperatura del lecho fluidizado</b>	Ambiente 150°C 300°C	Ambiente 150°C 300°C	Ambiente 150°C 300 °C
<b>Número de fluidización  (Flujo de aire a Tamb)</b>	1.0 (54 LPM) 1.1 (60 LPM) 1.2 (65 LPM) 1.4 (76 LPM) 1.6 (86 LPM)	1.0 (54 LPM) 1.2 (65 LPM) 1.4 (76 LPM)	1.0 (54 LPM) 1.2 (65 LPM) 1.4 (76 LPM)
<b>Tipo de probeta</b>	Cilíndrica	Cilíndrica Charpy	Cilíndrica Charpy

### **3.5 Tratamiento computacional de los datos experimentales**

Una vez que se obtuvieron las historias térmicas de toda la matriz experimental, los datos se filtraron e interpolaron (linealmente) con el *software* ModelaUNAM [124]; posteriormente, con el *software* SigmaPlot 12.3 [125], se redujo el ruido provocado por la inestabilidad de la señal de los termopares asociada con la corriente eléctrica, empleando el suavizador “*Negative Exponential*”, que realiza una regresión polinomial (grado del polinomio 4) ponderando los valores calculados con la función de distribución normal. La interpolación es necesaria porque en ocasiones el filtrado elimina datos por lo que ya nos tendrían curvas de enfriamiento con valores equi-espaciados de tiempo, que es un requerimiento en el programa de cómputo que se usa para estimar la condición de frontera térmica y que se describirá más adelante.

### **3.6 Ensayo de impacto**

El ensayo de impacto se realizó únicamente con las probetas tipo Charpy para los aceros AISI 4140 y 5160, posteriormente del tratamiento térmico de temple bainítico en el lecho. El ensayo se realizó de acuerdo a la norma ASTM E-23 en una máquina especial para este tipo de ensayo, tal y como se observa en la Figura 3.6. Se registraron los datos de energía absorbida en función de las características del tratamiento térmico de la pieza y el tipo de acero. El ensayo, al romper la probeta, produce dos secciones por cada probeta; una de las secciones fue utilizada para ensayos de dureza, mientras que la otra para microscopía electrónica y análisis metalográfico.

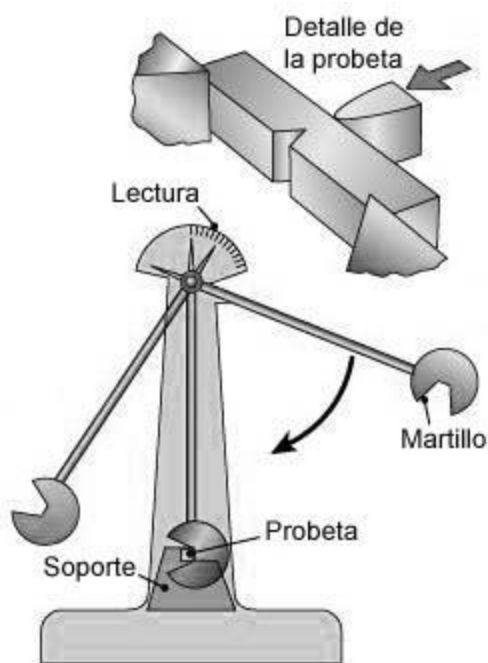


Figura 3.6. Esquema de una máquina para ensayo de impacto [126].

### 3.7 Microscopía electrónica de barrido

Debido a que es difícil discernir la presencia de martensita y bainita para tratamientos térmicos de temple bainítico, las probetas tratadas fueron sometidas a microscopía electrónica de barrido (MEB) para determinar cualitativamente estas fases, y de igual manera para observar el tipo de fractura en la zona transversal después del ensayo de impacto.

Después del temple bainítico y posterior al ensayo de impacto, una sección de cada una de las probetas de acero AISI 4140 y 5160 fueron preparadas para análisis metalográfico. Las probetas se prepararon transversalmente por uno de sus costados. La superficie fue desbastada con lijas de SiC y pulida con alúmina de 1.0  $\mu\text{m}$ . Después del desbaste y pulido, fueron atacadas químicamente con Nital al 2%, para ser observadas mediante un microscopio JEOL JSM-35CF con electrones secundarios a 20 Kv.

### **3.8 Dureza**

Para la medición de durezas se tomó una de las secciones de cada probeta después del ensayo de impacto y se pulió una de las caras laterales, con el fin de obtener una superficie plana y libre de óxido. Las mediciones fueron realizadas en tres diferentes zonas para cada sección de probeta: en la zona inferior, zona media y zona superior, siendo esta última la más cercana a la fractura. Posteriormente se pulió la cara transversal y, de igual manera, se midieron 3 durezas. Finalmente se promediaron las 6 durezas medidas para cada probeta y se calculó la desviación estándar de los datos. Las durezas fueron medidas mediante un durómetro Macromet Hardness Tester en la escala Rockwell C.



## **4 Modelo matemático del problema inverso de conducción de calor**

Como se mencionó con anterioridad, uno de los objetivos primarios de este trabajo es crear las bases necesarias para acoplar los dos campos más importantes en el temple bainítico del acero: 1) el campo térmico, gobernado por la transferencia de calor en la intercara pieza/medio de enfriamiento y 2) la cinética de transformación de la bainita. En este capítulo se describen las bases del modelo matemático para estimar la condición de frontera térmica. Se incluyen: los objetivos de cálculo, la descripción del problema y las ecuaciones gobernantes del sistema.

### **4.1 Problema inverso de conducción de calor (IHCP)**

El objetivo de cálculo para el modelo matemático del problema inverso es:

- Estimar la condición de frontera térmica a partir de historias térmicas medidas en el interior para las probetas de acero inoxidable AISI 304 como primer paso antes de realizar el modelo matemático del tratamiento térmico para los aceros AISI 5160 y 4140.

#### **4.1.1 Alcance**

Se considera al material como un sólido continuo (se ignora la discontinuidad en el material debido a la inserción de los termopares) e isótropo, en el que no existe la presencia de fuentes y/o pozos de energía térmica internos y se consideran las variaciones en las propiedades termofísicas en función de la temperatura del material (acero inoxidable 304), en los rangos del tratamiento térmico.

### 4.1.2 Simplificaciones

Por la geometría de las probetas, se emplea un sistema de coordenadas cilíndrico. Debido a que el diámetro de la pieza es menor en comparación con su longitud, puede considerarse un problema con longitud infinita, donde los gradientes térmicos en direcciones distintas a la radial son despreciables.

### 4.1.3 Formulación matemática

Con base a las suposiciones anteriores, la ecuación de conducción de calor que rige el proceso de temple bainítico para el dominio del sólido se encuentra dada por la siguiente expresión:

$$\rho(T) \cdot c_p(T) \frac{\partial T(r, t)}{\partial t} = -\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} \left( -rk(T) \frac{\partial T(r, t)}{\partial r} \right) \quad \forall (r) \in \Omega \subset R^2, t \in (0, t_f] \quad (4.1)$$

### 4.1.4 Condiciones de frontera y condición inicial

Para resolver la ecuación diferencial (4.1) se deben aplicar las condiciones de frontera correspondientes que describan los fenómenos que ocurren en la frontera de la pieza durante el tratamiento térmico (ver Figura 4.1). Las condiciones de frontera son las siguientes:

En la superficie  $S_1$  se considera una frontera adiabática por simetría geométrica:

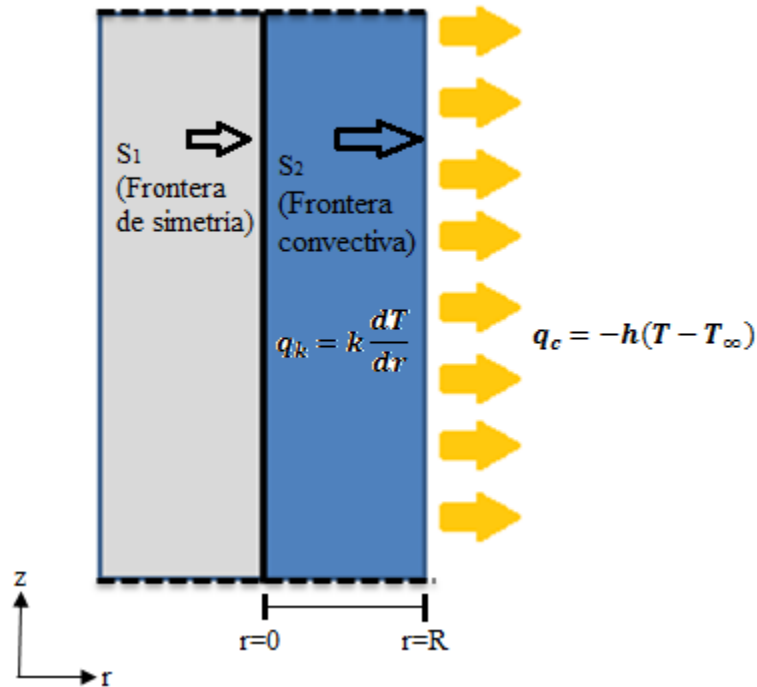
$$-k(T) \left. \frac{\partial T(r, t)}{\partial r} \right|_{r=0} = 0 \quad r = 0 \quad 0 \leq z \leq L \quad t \in (0, t_f] \quad (4.2)$$

En la superficie  $S_2$  se encuentra una frontera convectiva. El flujo de calor en la frontera lateral se encuentra caracterizado por el mecanismo de convección con el medio de enfriamiento, por lo que la condición de frontera es la siguiente:

$$-k(T)|_{r=R} \left( \frac{\partial T(r,t)}{\partial r} \right) \Big|_{r=R} = -h(T_\infty - T|_{r=R}) \quad r = 0 \quad 0 \leq z \leq L \quad t \in (0, t_f] \quad (4.4)$$

Considerando la austenización previa al temple bainítico, se puede afirmar que toda la pieza se encuentra con una distribución homogénea de la temperatura:

$$T(r,t) = T_\gamma \quad t = 0 \quad 0 \leq r \leq R \quad \forall (r,z) \in \Omega \subset R^2 \quad (4.5)$$



**Figura 4.1** Representación esquemática de las superficies y fronteras consideradas para el estudio del transporte de energía en la probeta cilíndrica durante el temple bainítico.

**Tabla 4.1** Parámetros considerados para la solución del *IHCP* para el acero inoxidable AISI 304.

Dimensiones de la probeta, m		
Longitud: $6.10 \times 10^{-2}$	Radio: $6.35 \times 10^{-3}$	
Propiedades Termofísicas del material		
Conductividad Térmica, $W \text{ } ^\circ\text{C}^{-1} \text{ m}^{-1}$	Densidad, $\text{kg m}^{-3}$	Calor específico, $\text{J kg}^{-1} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$
22.0	7570.5	677.0

#### 4.1.5 Solución del modelo matemático

La solución del problema inverso se obtuvo a partir del método secuencial de especificación de la función desarrollado por Beck y colaboradores [123]. La metodología de solución se ilustra a continuación para el caso 1-D.

Con este método se minimiza la suma de los cuadrados de la diferencia de entre las temperaturas medidas y las temperaturas estimadas en un intervalo de tiempo de cálculo para todos los sensores ( $j = 1, 2, \dots, J$ ) involucrados. La expresión de mínimos cuadrados es la siguiente [64, 67, 92]:

$$S = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^J (Y_j^{M+i-1} - T_j^{M+i-1})^2 \quad (4.7)$$

Donde  $Y_j^{M+i-1}$  es la temperatura medida al tiempo  $t_{M+i-1}$ ;  $T_j^{M+i-1}$  es la correspondiente temperatura calculada;  $r$  es el número de pasos en el futuro adoptado para estimar el *flux* de calor  $q^M$ .

Para minimizar la ecuación (4.7) se deriva con respecto a  $q^M$ , y se reemplaza  $q^M$  por  $\hat{q}_\beta^M$  (vector de *flux* de calor estimado al tiempo  $t_M$ ), e igualando la expresión a cero, se obtiene:

$$\frac{\partial S}{\partial q} = 2 \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^J (Y_j^{M+i-1} - T_j^{M+i-1}) \left( \frac{\partial T_j^{M+i-1}}{\partial \hat{q}_\beta^M} \right) = 0 \quad (4.8)$$

La temperatura futura  $T_j^{M+i-1}$  se calcula a través de una expansión de serie de Taylor sobre el término  $\hat{q}_\beta^{M-1}$ :

$$T_j^{M+i-1} = T_j^{*M+i-1} + (\hat{q}_\beta^M - \hat{q}_\beta^{M-1}) X^{*M+i-1} \quad (4.9)$$

El asterisco indica referencia a la información del instante de tiempo  $t_{M-1}$ .

El término  $X^{*M+i-1}$  de la ecuación anterior se denomina coeficiente de sensibilidad y se define como:

$$X^{M+i-1} = \frac{\partial T_j^{M+i-1}}{\partial \hat{q}_\beta^M} \quad (4.10)$$

Al sustituirse la ecuación (4.9) en la ecuación (4.8) y despejando para obtener el valor de  $\hat{q}^M$ , se obtiene:

$$\sum_{\beta=1}^J (\hat{q}_\beta^M - \hat{q}_\beta^{M-1}) = \frac{1}{\Delta M} \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^J (Y_j^{M+i-1} - T_j^{M+i-1}) X^{M+i-1} \quad (4.11)$$

Donde la variable  $\Delta M$  es la agrupación de los términos siguientes:

$$\Delta M = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^J (X^{*M+i-1})^2 \quad (4.12)$$

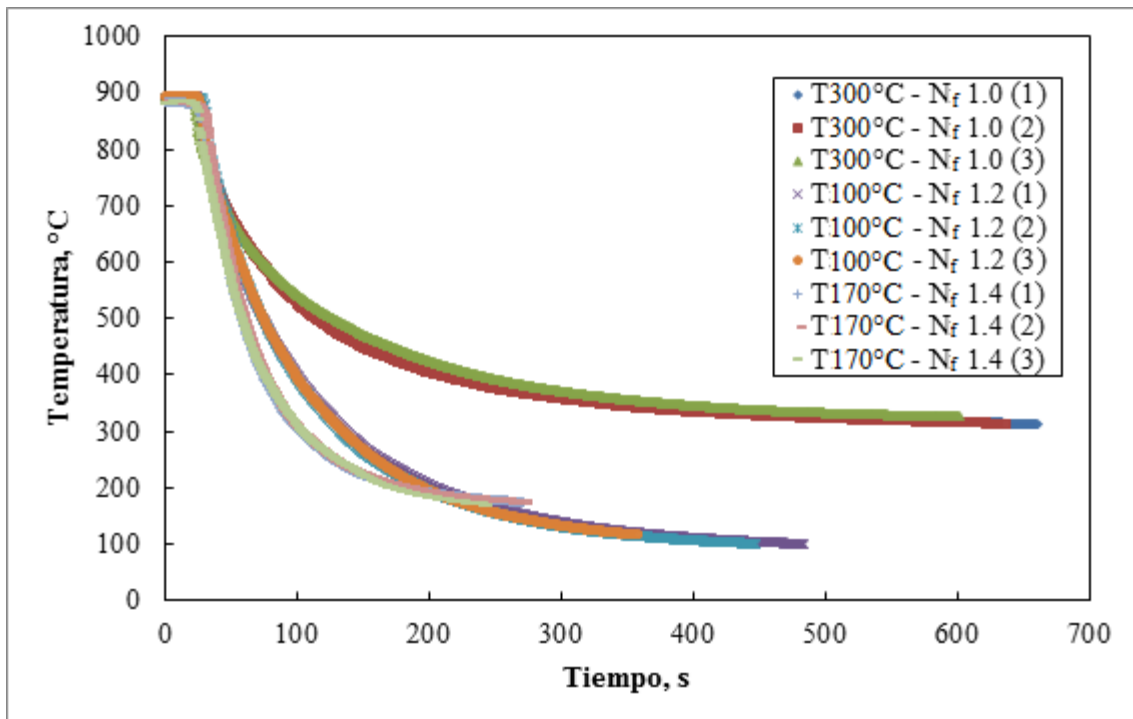
El algoritmo de solución del problema inverso está implementado en el programa WinProbe, y ha sido empleado en diversos campos de investigación en la industria metalúrgica [127-129] generando resultados correctos de estimaciones de condiciones de frontera térmica.

## 5 Resultados y discusión

En este capítulo se muestran los resultados experimentales obtenidos en esta investigación. Todos los resultados están reportados como curvas de enfriamiento para los tres tipos de materiales estudiados: AISI 304, 4140 y 5160, para las diferentes condiciones de tratamiento. También se presentan las metalografías, durezas y tenacidades medidas después del tratamiento térmico. Con las historias térmicas se calcularon historias de rapidez de enfriamiento local e historias de *flux* de calor en la superficie de la probeta. Finalmente, se reporta la caracterización de la frontera térmica activa.

### 5.1 Repetitividad de los experimentos

Todas las pruebas fueron realizadas por triplicado para confirmar su reproducibilidad. Así, en la Figura 5.1 se muestran las curvas de enfriamiento de tres diferentes condiciones experimentales (tres temperaturas del lecho fluidizado: 100°C, 170°C y 300 °C; y tres números de fluidización: Nf 1.0, 1.2 y 1.4), obtenidas en experimentos por triplicado. Se observa que no hay variaciones significativas en los resultados de cada grupo de pruebas para ninguna de las condiciones de operación, lo que indica que el sistema de lecho fluidizado tiene un comportamiento térmico reproducible, lo que resulta muy útil para su uso tanto en la investigación como industrialmente. Por otro lado, también es posible observar que, aunque la temperatura final del lecho sea distinta, las curvas de enfriamiento tienen forma similar entre ellas, lo que indica que los mecanismos de transferencia de calor presentes son del mismo tipo para las tres condiciones de operación correspondientes a esa gráfica.

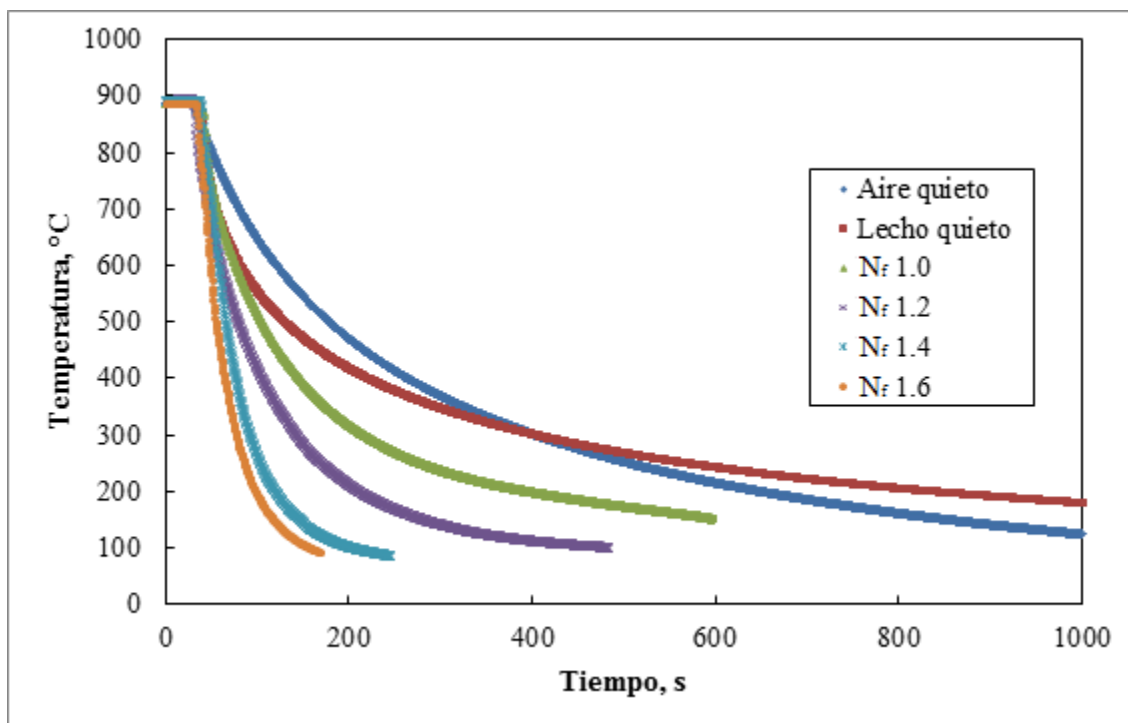


**Figura 5.1** Respuestas térmicas de probetas de acero inoxidable AISI 304 en pruebas independientes con temperatura inicial de 890 °C y tres temperaturas del lecho fluidizado.

## 5.2 Efecto del número de fluidización (N<sub>f</sub>)

Se probaron distintos valores del número de fluidización (cuidando de no llegar hasta la condición de arrastre neumático) para conocer la respuesta del sistema. En la Figura 5.2 se grafican las respuestas térmicas de probetas de acero inoxidable AISI 304 enfriadas desde 890 °C en lecho fluidizado con condiciones de fluidización diferentes. Se puede observar que, al aumentar el número de fluidización en el lecho, el tiempo de enfriamiento de las probetas de acero inoxidable se reduce, pues es resultado de la capacidad calorífica de las partículas y de su movilidad a través del lecho; la conductividad del gas de soporte (aire), también contribuyó de forma considerable a mejorar el transporte de calor. Las altas rapidezces de transferencia de energía térmica generadas cuando se aumentó la fluidización se obtuvieron por el rápido intercambio de material (partículas) entre la región adyacente a la superficie de transferencia y el resto del lecho. Este tipo de transporte de calor a través de “paquetes” de calor absorbidos por las partículas es denominado comúnmente como

“convección de partícula”, por analogía con la convección en medios móviles como gases o líquidos. En la “convección de partícula”, el movimiento se debe a la agitación que produjo el gas, por ello es que a mayor  $N_f$ , mayor fue la rapidez de enfriamiento.

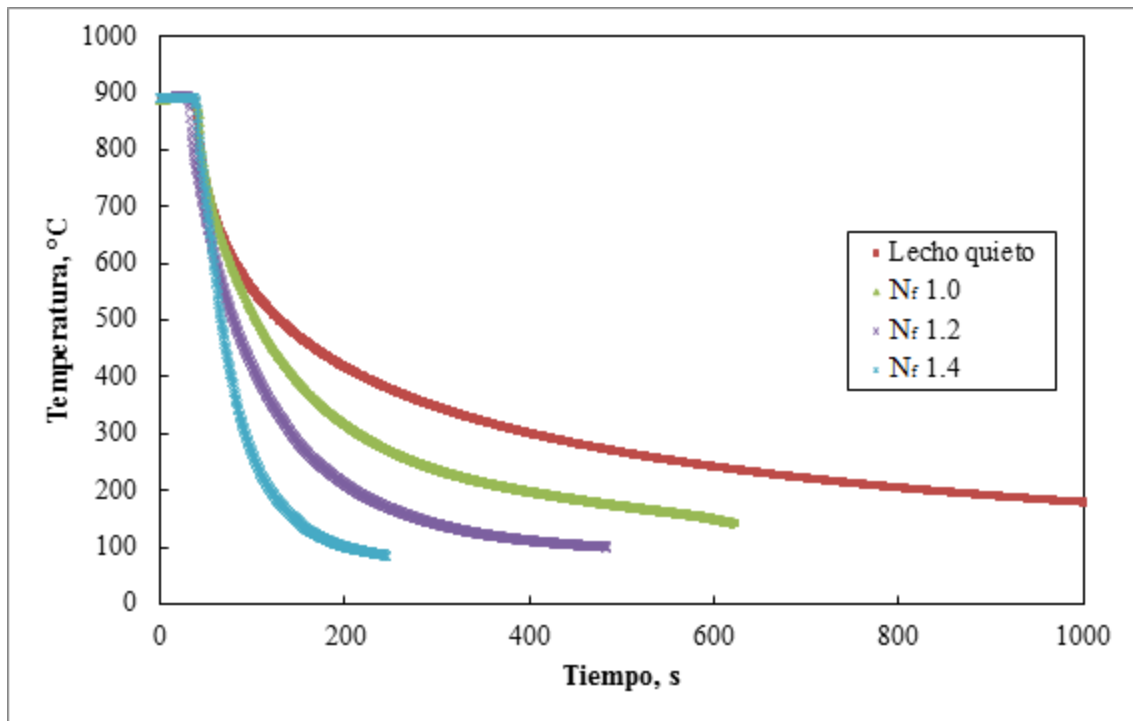


**Figura 5.2** Respuestas térmicas de probetas de acero inoxidable AISI 304 en lecho fluidizado para 6 distintas condiciones de fluidización.

### 5.3 Respuesta térmica del sistema para lecho fluidizado a temperatura ambiente

Para el estudio de la respuesta térmica del lecho fluidizado a temperatura ambiente y diferentes números de fluidización, se experimentó con probetas de acero inoxidable con el fin de no producir recalentamiento en las curvas debido a transformaciones de fase, tal y como se observa en la Figura 5.3. En la figura también se puede observar que a esta temperatura el lecho es capaz de producir una amplia gama de rapidez de enfriamiento a partir de una misma temperatura de austenización (890 °C).



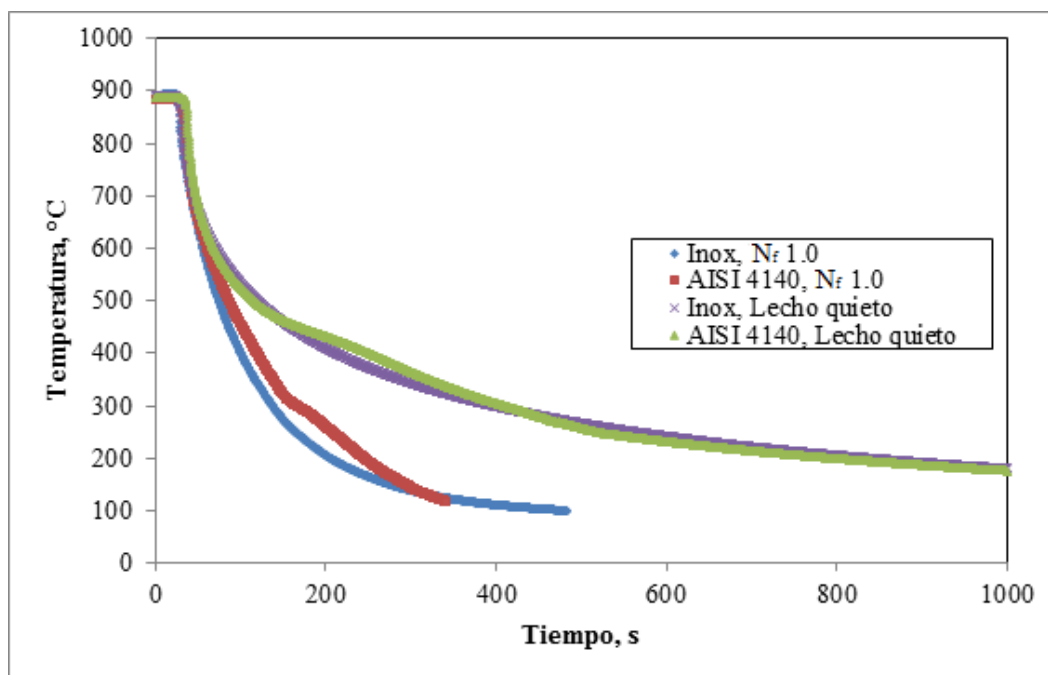


**Figura 5.3** Respuesta térmica de probetas de acero inoxidable, desde temperatura de austenización hasta temperatura ambiente, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.

El siguiente material tratado térmicamente en el lecho a temperatura ambiente fue el acero AISI 4140. Este acero fue elegido por su excelente templabilidad, es decir, por poseer capacidad de endurecer bajo tratamiento térmico y teniendo un amplio rango en el tiempo de tratamiento térmico para transformar bainíticamente. La Figura 5.4 muestra las curvas de enfriamiento para este acero y para el acero inoxidable AISI 304, con el fin de observar mejor la recalescencia o cambio de pendiente en las curvas, pues suponiendo que el acero AISI 4140 no presentara ninguna transformación, su respuesta térmica se traslaparía completamente con la del acero inoxidable. En esta figura se observa precisamente que, para la condición de lecho quieto (curva verde), la transformación ocurre cerca de los 500°C, lo que indica transformación bainítica; esta recalescencia termina hasta cerca de los 300°C. Por otra parte, a un número de fluidización de 1.0 (curva roja), ocurre una transformación cerca de los 300°C y esta recalescencia es notoriamente diferente a la anterior, dado que es una transformación de naturaleza diferente, pues se trata de una transformación martensítica, la cual es indeseable para este tipo de tratamiento térmico. Esto ocurre cuando el lecho fluidizado tiene una capacidad mucho mayor de extracción de

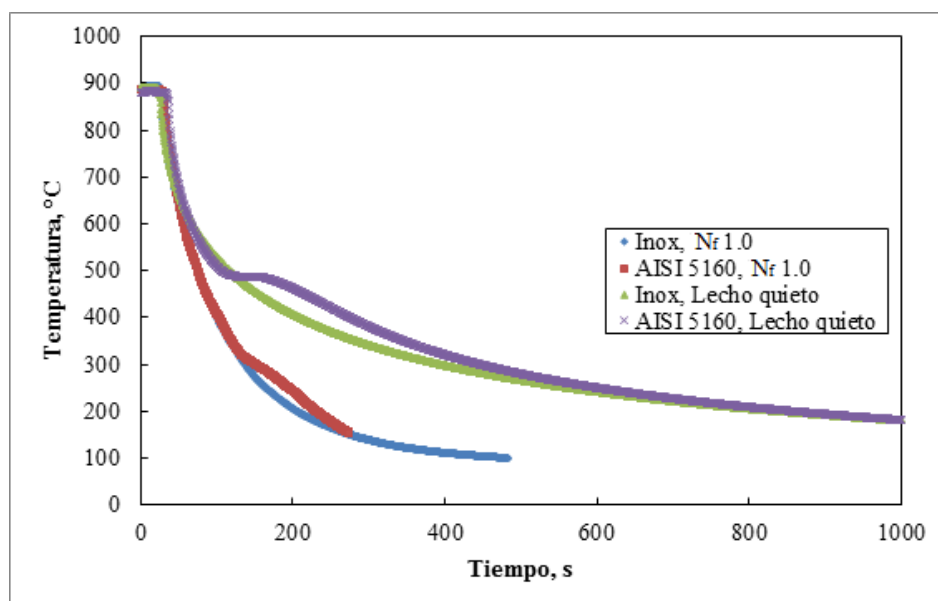
calor a la que se necesita para el tratamiento deseado. Sin embargo, se puede percibir una ligera transformación cerca de los 500°C en esta misma curva, ya que la pendiente cambia con respecto a la del acero inoxidable, lo que indica que el material experimentó transformación bainítica, no obstante la cantidad transformada a bainita no muestra señales de ser una cantidad considerable. Por lo anterior no se continuó efectuando el temple bainítico a mayores números de fluidización, los cuales presentarían mayores rapidezces de enfriamiento, y con lo que se puede deducir que a temperatura ambiente no es posible realizar el temple bainítico por completo en lecho fluidizado para un acero AISI 4140. Como consecuencia de esto, se optó por realizar ensayos a una temperatura de lecho fluidizado mayor, con el fin de disminuir la rapidez de enfriamiento.

Es interesante observar que las curvas de enfriamiento - para temperaturas superiores al inicio de la transformación bainítica - de ambos aceros son similares, lo cual permite adelantar que la estimación de la condición de frontera activa a partir de curvas de enfriamiento del acero inoxidable austenítico será aplicable al temple bainítico del acero AISI 4140 en un reactor de lecho fluidizado.



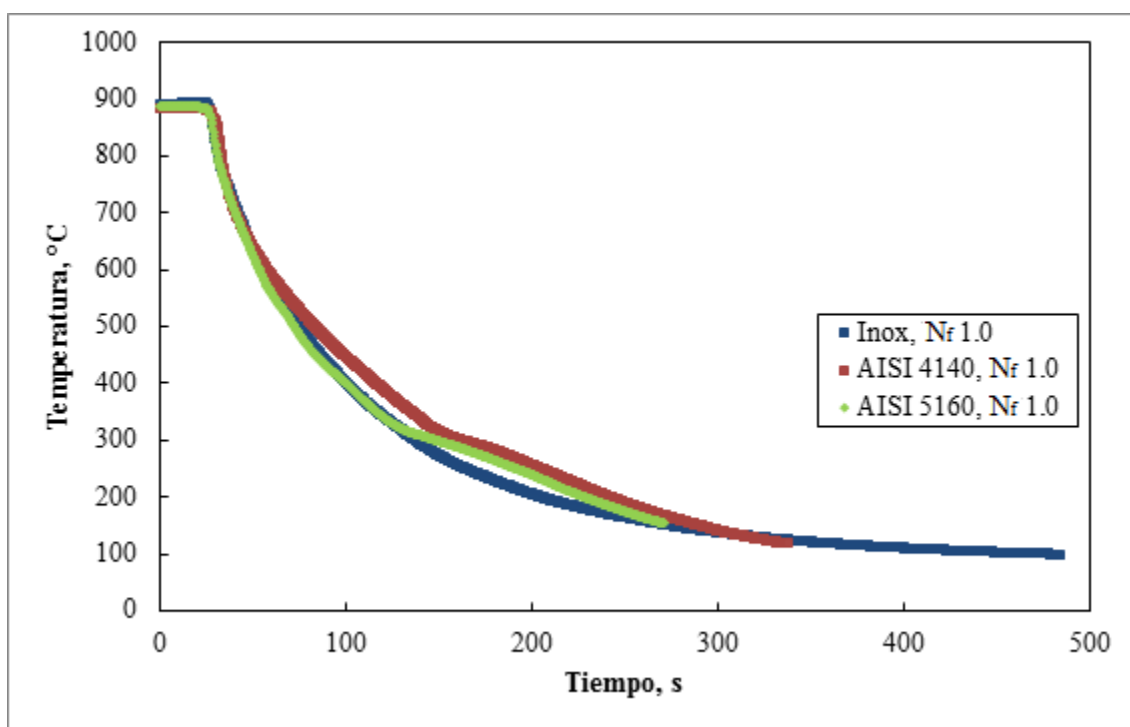
**Figura 5.4** Respuesta térmica de probetas de acero inoxidable AISI 304 y acero AISI 4140, desde temperatura de austenización hasta temperatura ambiente, para dos diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto y número de fluidización 1.0.

La Figura 5.5 muestra las curvas obtenidas al temple bainíticamente (desde 890 °C hasta 300 °C) probetas de acero AISI 5160 y de acero inoxidable AISI 304, en un lecho fluidizado con  $N_f = 1.0$  y en lecho quieto. Las curvas observadas son muy diferentes en cuanto a que el acero AISI 5160 presentó una recalescencia cerca de los 500°C para lecho quieto, lo cual indica que existe una transformación de fase a bainita, puesto que la temperatura es la esperada para dicha transformación. Esta transformación exotérmica ocurre en el temple bainítico cuando el reactor tiene la capacidad de absorber la energía térmica a la rapidez requerida, sin embargo la finalidad del lecho es mantenerse dinámico con el fin de lograr un proceso eficiente, por ello, se ignorarán momentáneamente las respuestas térmicas y los resultados para lecho quieto. Por otro lado, a un número de fluidización de 1.0 y cerca de 300°C también se observa una transformación de fase, pues la pendiente en la curva cambia, presentando también una recalescencia a baja temperatura, esta transformación indeseable es de martensita, pues la temperatura de inicio de esa transformación es de 300°C para estos aceros, por lo que el proceso de temple bainítico no se logró satisfactoriamente. Uno de los objetivos del lecho fluidizado para temple bainítico es enfriar el acero a una cierta rapidez con la cual se evite transformar a martensita.



**Figura 5.5** Respuesta térmica de acero inoxidable y acero AISI 5160, desde temperatura de austenización hasta temperatura ambiente, para dos diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto y número de fluidización 1.0.

Las respuestas térmicas para el acero inoxidable AISI 304 y los aceros AISI 4140 y AISI 5160 pueden observarse en la Figura 5.6, bajo la condición de enfriamiento de  $N_f = 1.0$  y el lecho fluidizado operando a temperatura ambiente. En esta figura se aprecia que el mismo tratamiento térmico tiene diferente consecuencia para los tres tipos de aceros estudiados en esta investigación. La pequeña fracción de bainita transformada para el acero 4140 se percibe en el cambio de pendiente cerca de los  $500^\circ\text{C}$  (curva roja), en comparación con las curvas de acero inoxidable (curva azul) y acero AISI 5160 (curva verde), las cuales no presentaron transformación bainítica.

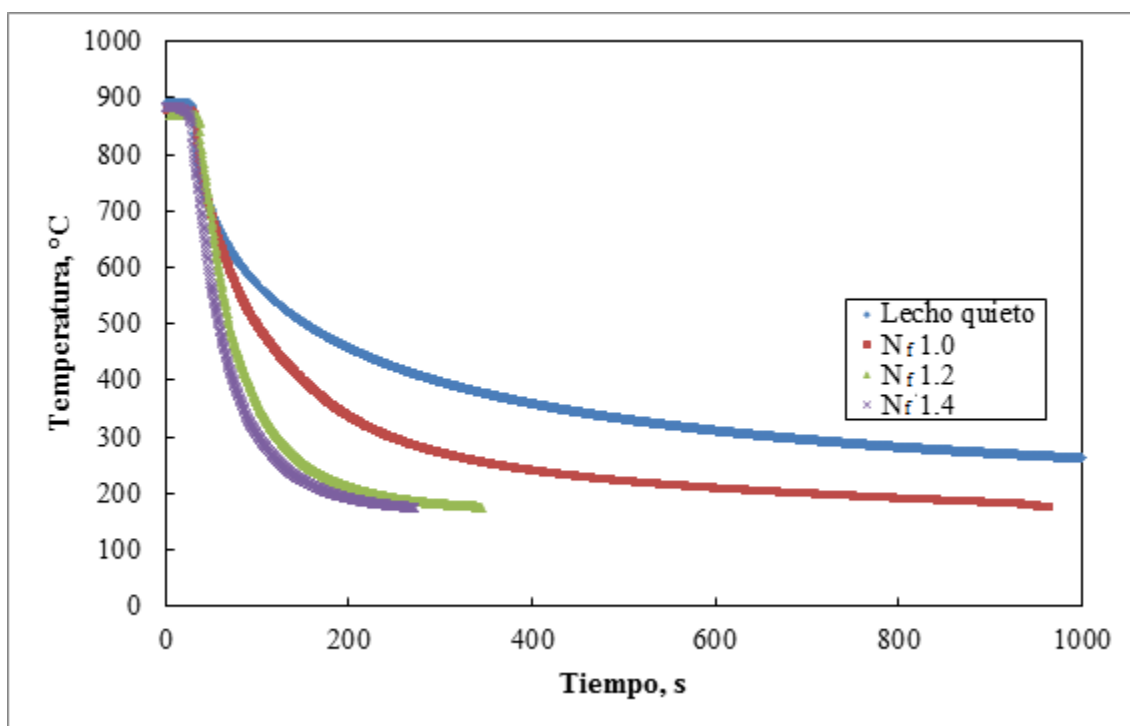


**Figura 5.6** Respuesta térmica de acero inoxidable y aceros AISI 4140 y AISI, desde temperatura de austenización hasta temperatura ambiente, a un número de fluidización 1.0.

#### 5.4 Respuesta térmica del sistema para lecho fluidizado a temperatura de $150^\circ\text{C}$

Dado que operando el reactor de lecho fluidizado a temperatura ambiente no se consiguió una transformación bainítica satisfactoria para ninguno de los aceros, se prosiguió a elevar la temperatura del lecho fluidizado con el fin de disminuir su alta capacidad de extracción de calor a un valor suficiente para templar bainíticamente, pero no muy elevado, para disminuir el consumo energético en lo posible, dado que el propósito principal de este

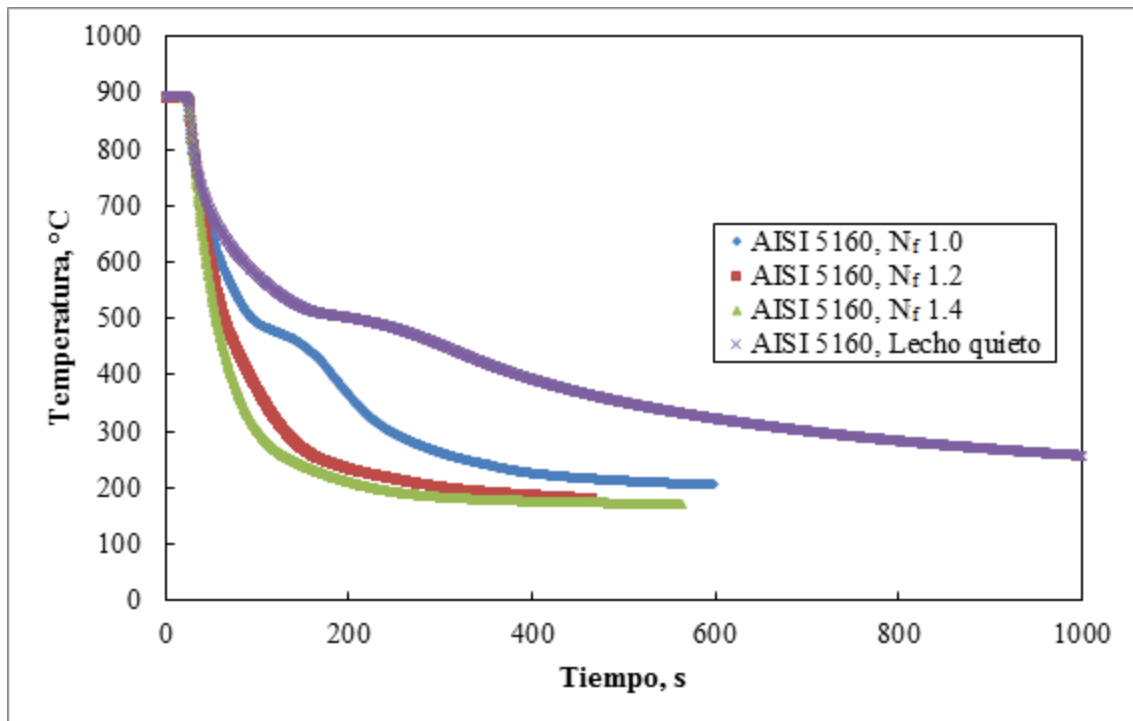
proyecto es desarrollar un proceso eficiente y mínimamente contaminante para poder aplicarse industrialmente. Se eligió 150°C para la temperatura del lecho, ya que este valor se encuentra aproximadamente a la mitad de la temperatura de inicio de la transformación martensítica de los aceros estudiados. La Figura 5.7 muestra la respuesta térmica del acero inoxidable para un lecho fluidizado a 150°C y para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento. Se observa que cuando se incrementa la temperatura del reactor del lecho fluidizado las curvas de enfriamiento para los diferentes números de fluidización son más semejantes entre sí, en comparación con las correspondientes al lecho operando a temperatura ambiente (Figura 5.3). Las curvas para números de fluidización 1.2 y 1.4 (curvas verde y morado, respectivamente) son muy similares lo que indica que se está llegando a una condición límite de enfriamiento. Estos resultados tiene mucho sentido, pues al ser mayor la temperatura de las partículas de alúmina dentro del lecho se reduce la fuerza motriz causando así un menor transporte de energía de la pieza hacia el medio.



**Figura 5.7** Respuesta térmica de probetas de acero inoxidable AISI 304, desde temperatura de austenización hasta 150°C, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.

En la figura 5.8 se observa la respuesta térmica del acero AISI 5160 templado en el lecho fluidizado operando a una temperatura de 150°C y cuatro diferentes condiciones de enfriamiento (número de fluidización). Se observa que, bajo estas condiciones, las probetas para las condiciones de lecho quieto (curva morada) y  $N_f = 1.0$  (curva azul) presentaron - cerca de los 500°C - recalcancia, asociada a la transformación bainítica. Dado que en lecho quieto, la pieza tiende a enfriarse muy lentamente, la transformación tiene una duración mucho mayor que a  $N_f = 1.0$ ; cuando existe fluidización en el lecho, la transformación exotérmica a bainita libera energía en forma de calor hacia el medio el cual tiene la capacidad de disipar esa energía en un tiempo relativamente corto; por otro lado, dado que las piezas se enfrían continuamente hasta la temperatura del lecho, es muy probable que la fracción bainítica transformada no sea cercana al 100%, esto sucede cuando la matriz inicial desde 890°C (austenita) se enfría y comienza a transformar bainíticamente al llegar cerca de los 500°C y, si al llegar a los 300°C no ha transformado por completo, la fracción remanente de austenita transformará a la fase indeseada (martensita). Por ello se esperaba que la pieza de acero AISI 5160 templada bainíticamente en el lecho fluidizado a 150°C y a un número de fluidización de 1.0 presente una microestructura mixta bainítica-martensítica.

Las curvas de acero AISI 5160 en lecho fluidizado a 150°C y con números de fluidización de 1.2 (curva roja) y 1.4 (curva verde), solo presentan la transformación martensítica. Lo anterior implica que el lecho fluidizado a esta temperatura continua siendo un medio con mayor capacidad de enfriamiento al requerido, por ello se optó por aumentar nuevamente la temperatura del lecho, hasta los 300°C.



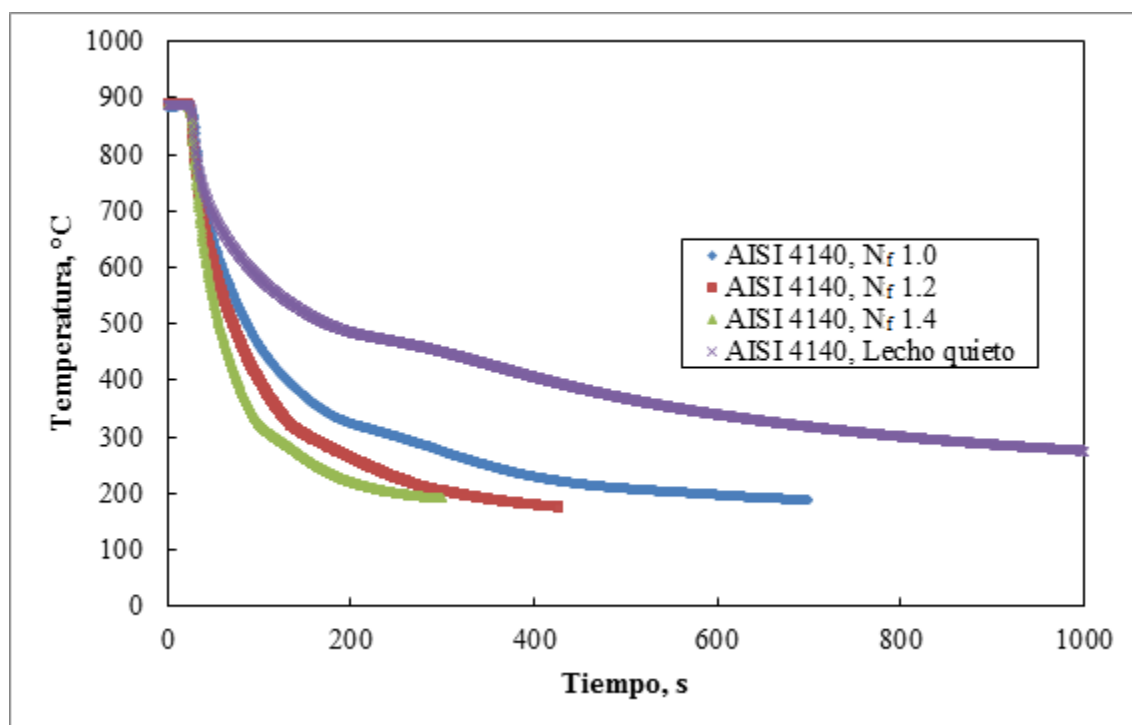
**Figura 5.8** Respuesta térmica de probetas de acero AISI 5160, desde temperatura de austenización hasta 150°C, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.

Los resultados para el acero AISI 4140 a 150°C fueron similares a los obtenidos con el lecho fluidizado operando a temperatura ambiente. En la Figura 5.9 la respuesta térmica para lecho quieto (curva morada) muestra la recalescencia resultante de la transformación a bainita, .

En cuanto a las curvas pertenecientes a los números de fluidización de 1.2 (curva roja) y 1.4 (curva verde), no se observa una transformación considerable a temperaturas mayores a  $M_s$  (300°C).

En la curva de  $N_f = 1.0$  (curva azul) no es posible apreciar recalescencia cercana a 500°C; sin embargo, lo que parece ser una reacción exclusivamente martensítica cerca de los 300°C, no lo es completamente. Se observa en esta curva que la forma de la pendiente es sutilmente distinta a las curvas para los  $N_f$  1.2 y 1.4, en la transformación martensítica la curva cambia su pendiente cerca de los 300°C, pero lo hace gráficamente de una manera casi recta, por otro lado al observar esta curva ( $N_f$  1.0) se nota gráficamente una curvatura

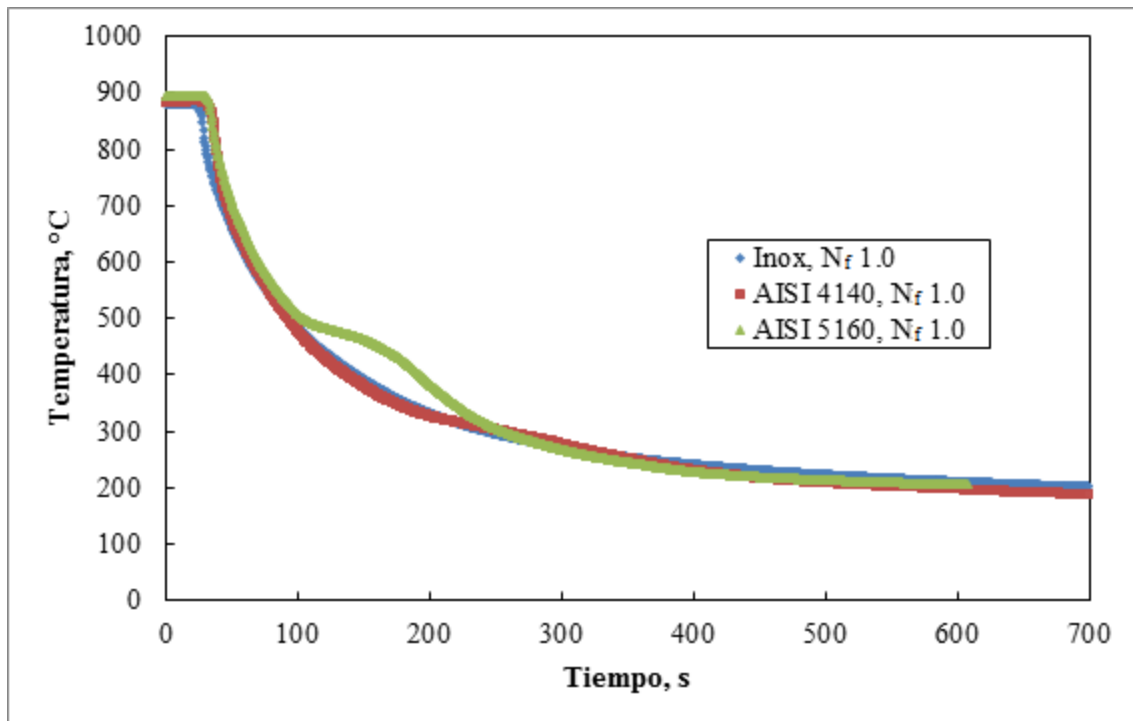
de tendencia exotérmica lo que puede sugerir una transformación de fase distinta a la martensítica; la curva del lecho quieto (curva morada) muestra con mayor claridad la recalcancia de la reacción exotérmica. Asociado al análisis anterior, al observar los datos para esta curva, el inicio en la transformación ocurre cerca de 350°C, donde aún no inicia la formación de martensita. Con toda esta evidencia se puede deducir que el acero 4140 tratado en un lecho fluidizado operando a  $N_f = 1.0$  y 150°C presentará una microestructura rica en martensita.



**Figura 5.9** Respuesta térmica de probetas de acero AISI 4140, desde temperatura de austenización hasta 150°C, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.

Para poder comparar las respuestas térmicas relevantes al temple bainítico en lecho fluidizado a 150°C, se graficaron las curvas de enfriamiento de los tres tipos de acero estudiados a un  $N_f = 1.0$  como se muestra en la Figura 5.10. Se puede apreciar la transformación exotérmica del acero AISI 5160 (curva verde) en comparación con los otros aceros. Destaca también que la reacción bainítica para el acero AISI 4140 ocurrió en una fracción muy pequeña.



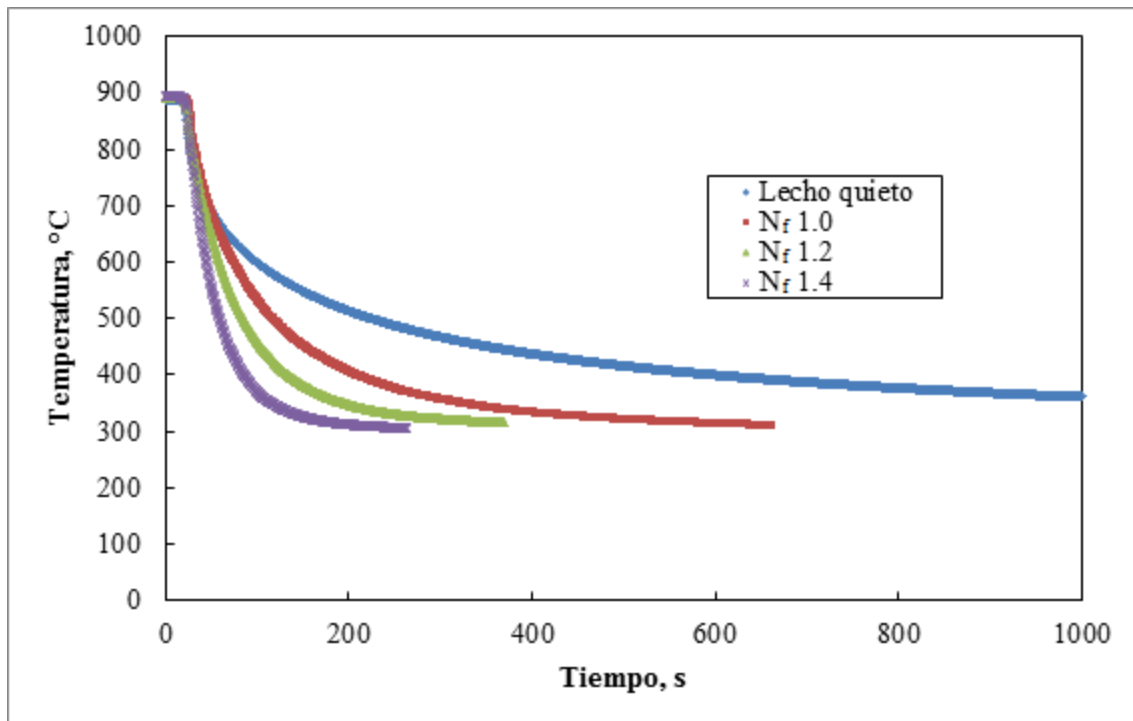


**Figura 5.10** Respuesta térmica de acero inoxidable AISI 304 y aceros AISI 4140 y AISI 5160, desde temperatura de austenización hasta temperatura de 150°C, a un número de fluidización de 1.0.

### 5.5 Respuesta térmica del sistema para lecho fluidizado a temperatura 300°C

Con el fin de lograr una microestructura rica en bainita, el lecho fluidizado se calentó hasta una temperatura de 300°C, con lo que se lograría evitar el inicio de transformación martensítica  $M_s$  ( $\approx 300^\circ\text{C}$ ) para los aceros AISI 4010 y 5160.

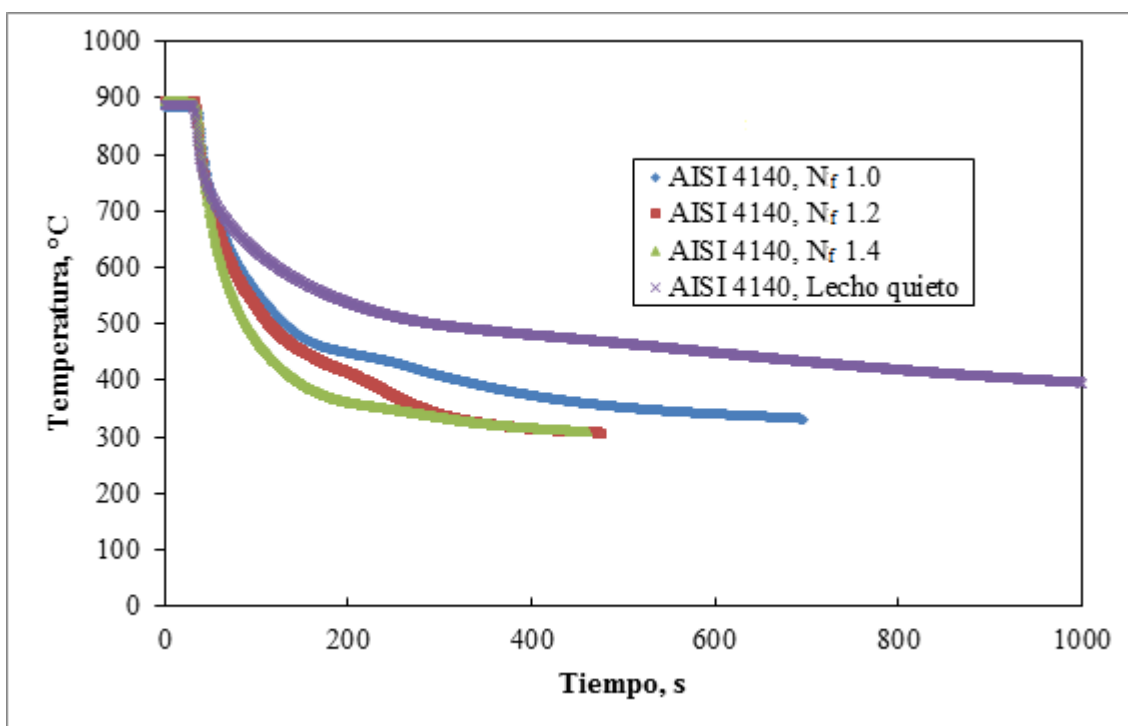
Las probetas de acero inoxidable fueron tratadas térmicamente con cuatro diferentes condiciones de fluidización en el lecho a 300°C; las respuestas térmicas se muestran en la Figura 5.11. Como se observa, los diferentes números de fluidización continúan provocando una amplia gama para el enfriamiento de piezas de acero aun a temperaturas relativamente elevadas, con ello el lecho fluidizado se convierte en una buena opción para realizar tratamientos térmicos de temple a alta temperatura.



**Figura 5.11** Respuestas térmicas de probetas de acero inoxidable, desde temperatura de austenización hasta temperatura 300°C, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.

En la Figura 5.12 se muestra la respuesta térmica de las probetas de acero AISI 4140 con cuatro condiciones diferentes de fluidización. Se puede apreciar que todas las curvas presentan transformación bainítica, además de evitar la fase martensítica, por lo que el propósito de subir la temperatura a 300°C funcionó adecuadamente. Las cuatro curvas presentan recalcencia debida a la formación de bainita, sin embargo ahora se puede ver un nuevo fenómeno, la recalcencia comienza a temperaturas cercanas a 400°C para números de fluidización altos (1.2 y 1.4), también la cantidad de energía liberada por la transformación es aparentemente de menor magnitud cuando la transformación ocurre a temperaturas cercanas a los 350°C. Parker *et. al.* [25] propone teóricamente que la morfología de la bainita transformada está en función de la temperatura de transformación. Así, a mayor temperatura de transformación, mayor debería ser el espesor en las placas de bainita y viceversa; de esta manera en temperaturas de transformación cercanas a 500°C existiría un menor número de núcleos formadores de bainita, por lo que el tamaño de grano

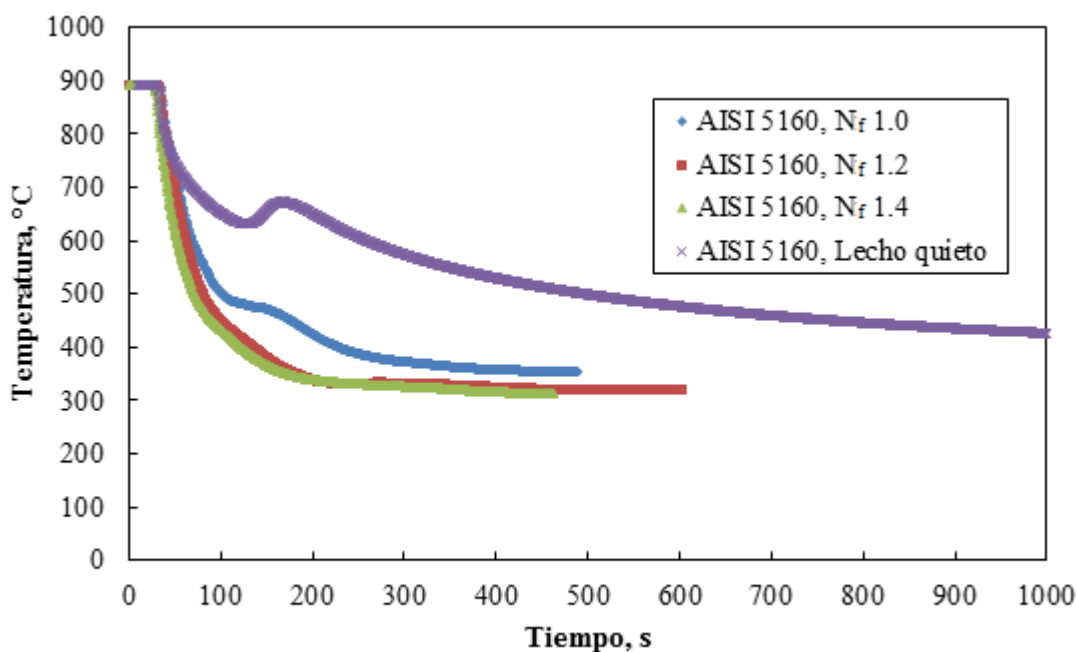
sería mayor, ello implicaría menor cantidad de límites de grano y por ende menor cantidad de energía aplicada para vencer estos límites cuando el grano se encuentra en crecimiento, para finalmente liberar una cantidad perceptiblemente mayor de energía térmica. Por el contrario, las curvas cuyas temperaturas de transformación bainítica fueron más cercanas a 350°C, mostrarían una recalcancia apenas perceptible debido a que cuentan inicialmente con un mayor número de núcleos y límites de grano, por lo que se invertiría más energía para hacer crecer los granos, provocando una recalcancia menor; esta hipótesis explicaría que la recalcancia sea más perceptible cuando las probetas comienzan a transformar bainíticamente cerca de los 500°C, sin embargo para comprobarlo es necesario contar con información de ensayos de calorimetría. Pese a ello, es correcto exponer que el tratamiento térmico de temple bainítico fue realizado satisfactoriamente para el acero AISI 4140 a 300°C; sin embargo las respuestas térmicas solo representan una parte de la evidencia, ya que aún se necesita analizar la microestructura y las propiedades mecánicas obtenidas.



**Figura 5.12** Respuestas térmica de probetas de acero AISI 4140, desde temperatura de austenización hasta temperatura 300°C, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.

Las respuestas térmicas de las probetas de acero 5160 en lecho fluidizado a 300°C se muestran en la Figura 5.13. En esta figura se observa que, para la condición de menor

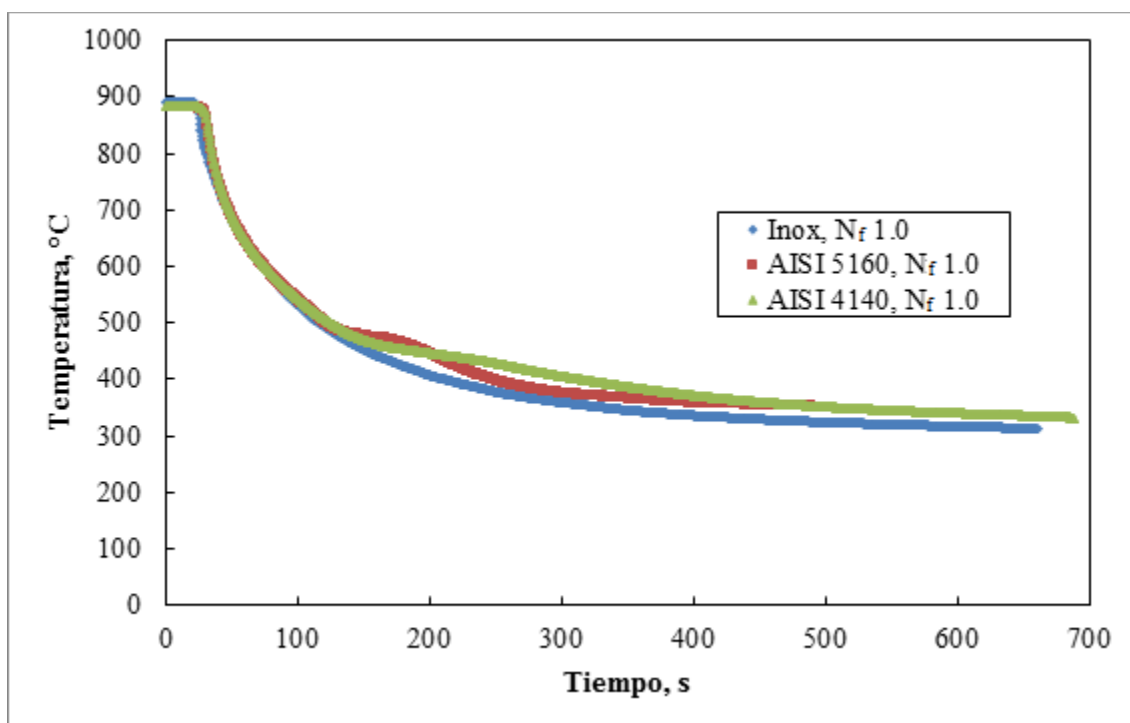
severidad de temple - que fue en lecho quieto (curva morada) -, existe una transformación exotérmica de alta temperatura, la cual también es indeseable para las propiedades buscadas en componentes tratados vía temple bainítico, ya que se trata de una transformación a ferrita/perlita. Para un número de fluidización de 1.0 es clara la transformación bainítica que inicia cerca de los 500°C y termina aproximadamente a los 380°C, por lo que se espera obtener una microestructura rica en bainita superior (o de alta temperatura). Por otro lado, a números de fluidización 1.2 (curva roja) y 1.4 (curva verde) la respuesta térmica al tratamiento es similar entre sí: la reacción exotérmica bainítica libera relativamente poca energía térmica en comparación con la condición de  $N_f = 1.0$  y en estas curvas la transformación ocurre cerca de los 350°C; se esperaría una microestructura rica en bainita inferior (o de baja temperatura) para estas dos últimas condiciones de enfriamiento. Esta evidencia apunta hacia un tratamiento térmico exitoso en cuanto a las transformaciones de fase esperadas, para esta temperatura y números de fluidización de 1.0, 1.2 y 1.4.



**Figura 5.13** Respuestas térmicas de probetas de acero AISI 5160, desde temperatura de austenización hasta 300°C, para cuatro diferentes condiciones de enfriamiento: lecho quieto, número de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4.

Para comparar la respuesta térmica de los diferentes aceros bajo una misma condición de enfriamiento ( $N_f = 1.0$ ), se graficaron las curvas de los tres aceros estudiados (ver Figura

5.14). En la figura es evidente la transformación bainítica para los aceros AISI 5160 y 4140, esta reacción ocurre cerca de los 500°C por lo que se esperaría una microestructura bainítica superior para ambos aceros en esta condición. La reacción exotérmica debido a la transformación bainítica es ligeramente distinta, sin embargo esto puede ser causado por la naturaleza diferente en la composición de ambos aceros o incluso por condiciones iniciales del material.



**Figura 5.14** Respuestas térmicas de acero inoxidable AISI 304 y aceros AISI 4140 y AISI 5160, desde temperatura de austenización hasta temperatura de 300 °C, a un número de fluidización de 1.0.

## 5.6 Microestructura

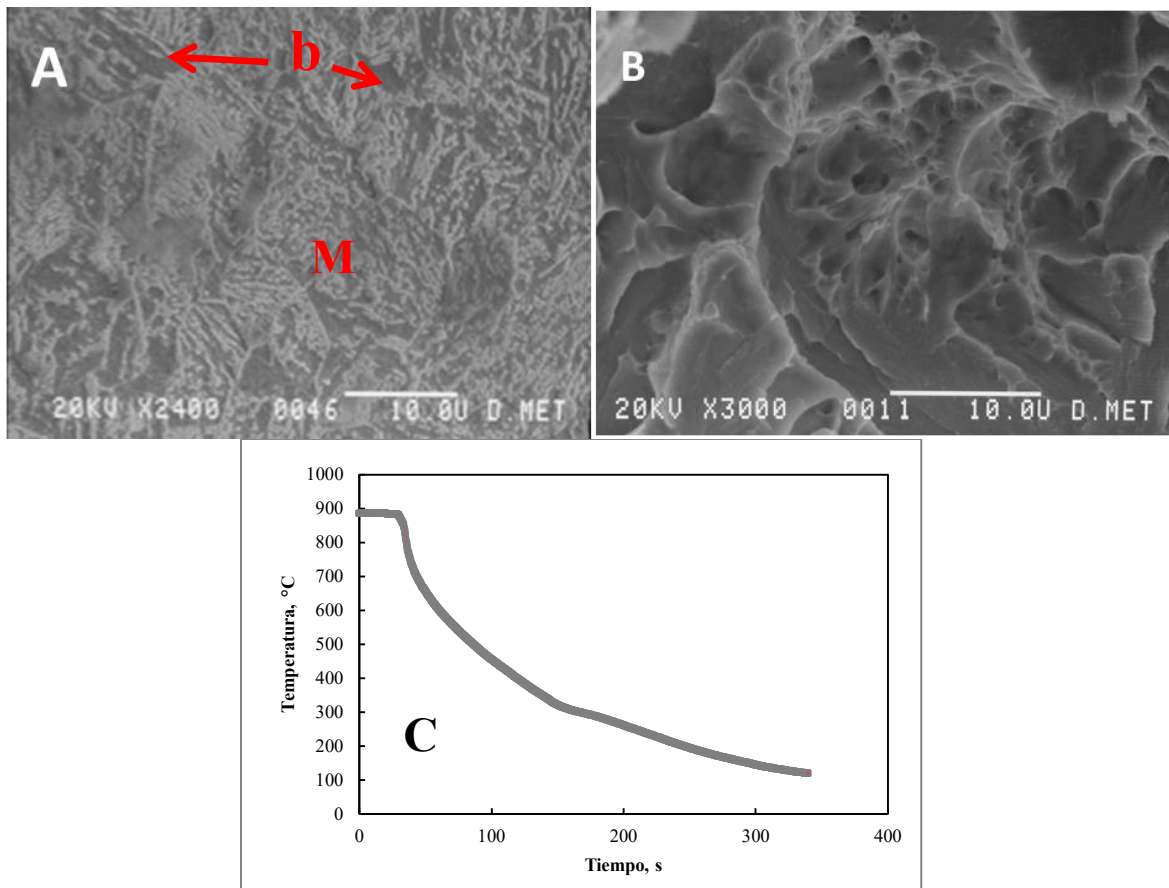
A continuación se muestra el análisis para cada una de las metalografías obtenidas por el temple bainítico, divididas para cada uno de los materiales y para cada temperatura de operación del lecho fluidizado, con el propósito de lograr una visualización ordenada de estos resultados y su comparación. Únicamente se muestran las metalografías de las piezas

cuyas respuestas térmicas fueron de mayor relevancia para el tratamiento de temple bainítico.

### 5.6.1 Acero AISI 4140

La respuesta térmica para el acero 4140 templado en un reactor de lecho fluidizado a temperatura ambiente y número de fluidización de 1.0, mostró una posible transformación mixta: martensita y bainita. En la Figura 5.15 se puede observar la microestructura para esta condición de enfriamiento, así como su respectiva fractura después del ensayo Charpy. La metalografía revela una matriz mayormente martensítica (**M**), cuya característica morfológica son agujas sin un orden, lo que influye enormemente en su elevada fragilidad; además, es posible observar pequeñas zonas en las que se encuentra la microestructura bainítica (**b**), cuya característica principal es una morfología en agujas ordenadas parecidas a una pluma. La fractura correspondiente es de tipo frágil, que se puede visualizar como relieves planos; este tipo de morfología es causada por el desprendimiento transgranular, es decir, el desprendimientos entre grano y grano, mostrando así la superficie planar, por lo que se esperan propiedades mecánicas asociadas a la martensita (elevada fragilidad y alta dureza).

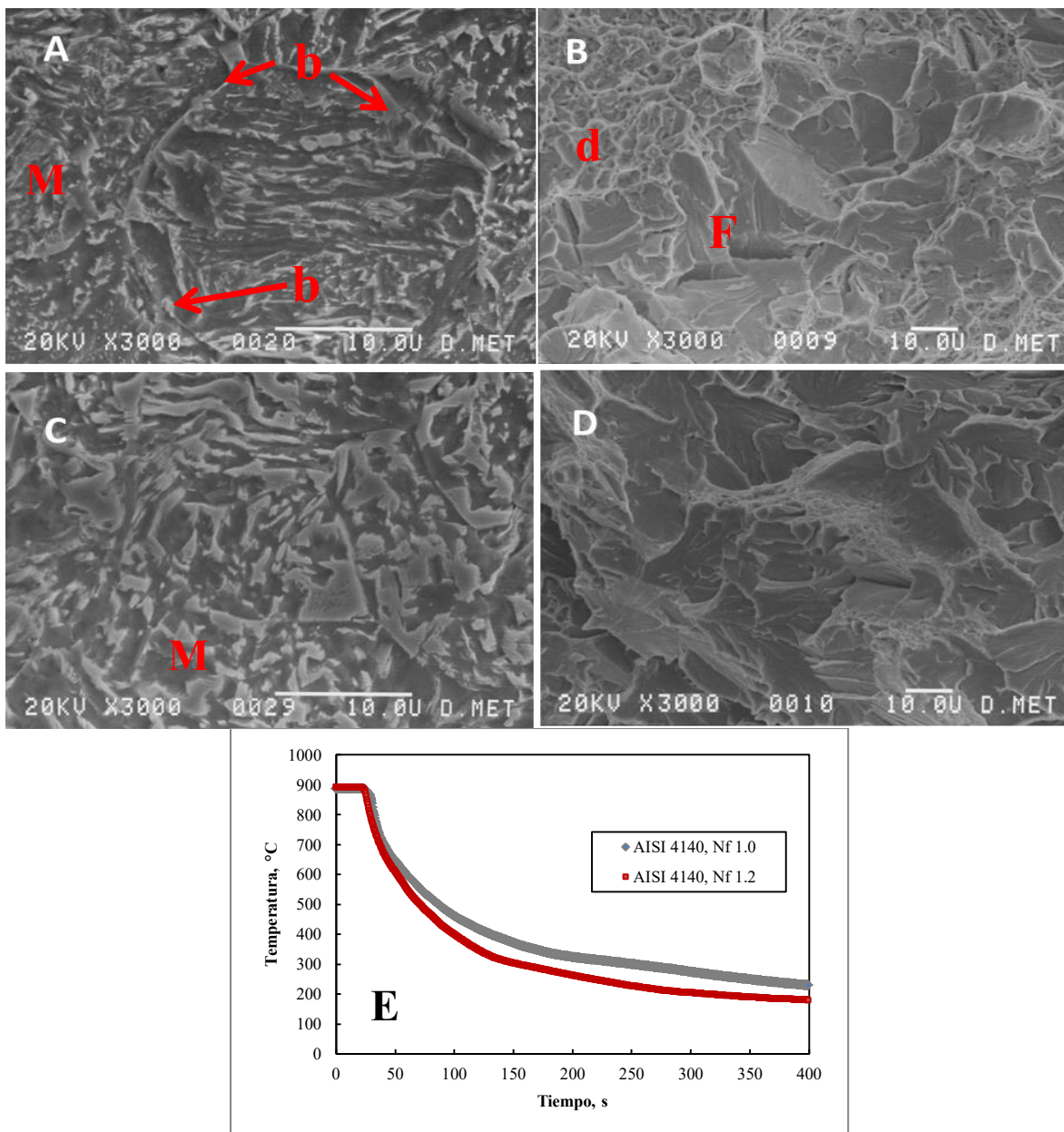
La bainita puede definirse según su microestructura como el producto de una reacción eutectoide no laminar, en contraste con la perlita, la cual es producto de una reacción eutectoide laminar. Dado que la transformación se realiza a menor temperatura que la perlítica, la bainita pierde la característica laminar de ésta y tiende a tomar forma de agujas (en una vista plana), en las cuales se entremezclan las fases  $\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ .



**Figura 5.15** Fotomicrografía de una probeta Charpy de acero AISI 4140 templada bainíticamente en un lecho fluidizado con un número de fluidización de 1.0 a temperatura ambiente. A) Microestructura a 2400X en el centro geométrico de la probeta, B) superficie de fractura correspondiente y C) historia térmica correspondiente.

Al elevar la temperatura del lecho fluidizado a 150°C se obtuvo la microestructura que se muestra en la Figura 5.16. Se observa que, para la condición de número de fluidización de 1.0, se logran producir zonas bainíticas (**b**), sin embargo la matriz predominante sigue siendo martensítica (**M**). La fractura correspondiente muestra la fragilidad de la martensita (**F**), sin embargo existe una zona de fractura dúctil (**d**), cuya morfología característica es el relieve rugoso, tal y como se observa en la Figura 5.16 (B). Este tipo de fractura pertenece necesariamente a la microestructura bainítica, aunque se encuentra en menor proporción que la martensita. El relieve rugoso es provocado por deformaciones o desprendimientos entre los granos de la microestructura, es decir, intergranular, lo que se muestra como rugosidad.

Para un número de fluidización de 1.2, la microestructura formada fue exclusivamente martensita (**M**), tal y como se observa en la Figura 5.16 (C). No se muestran indicios de transformación bainítica, lo que se confirma al observar la fractura correspondiente, Figura 5.16 (D), que muestra una superficie de fractura frágil únicamente.



**Figura 5.16** Fotomicroestructura de dos probetas Charpy de acero AISI 4140 templadas bainíticamente en lecho fluidizado a 150°C y dos números de fluidización: A), B)  $N_f = 1.0$  y C), D)  $N_f = 1.2$ ; A), C) microestructuras a 3000X en el centro geométrico de la probeta y B), D) superficies de fractura correspondientes y E) historias térmicas correspondientes.

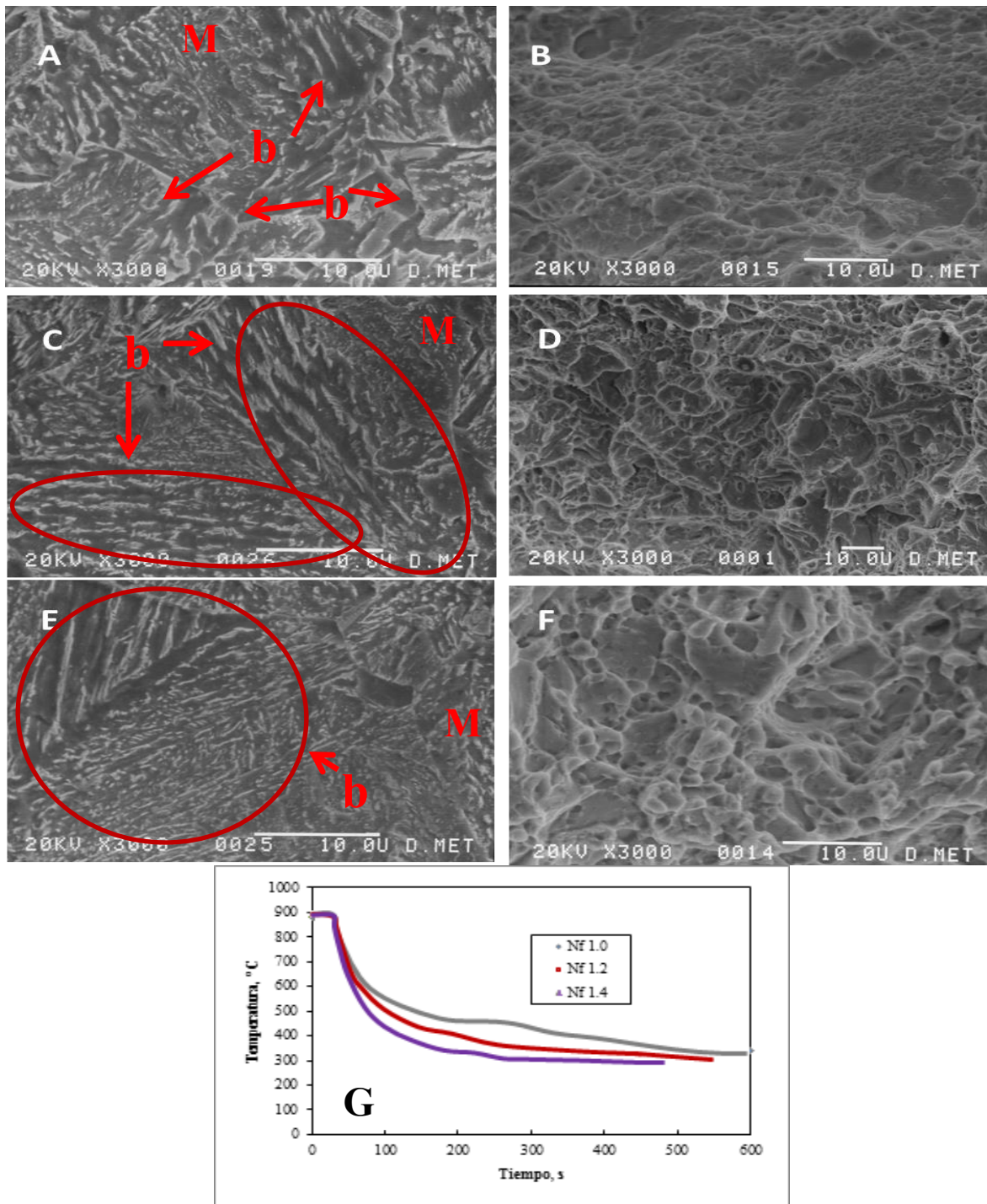


Las metalografías correspondientes al temple bainítico en el lecho a 300°C, se muestran en la Figura 5.17. Se observa, tal y como se esperaba a partir de la respuesta térmica grabada que, para los tres números de fluidización ( $N_f = 1.0, 1.2$  y  $1.4$ ), se producen microestructuras ricas en bainita (**b**), cuya morfología en forma de “pluma” se puede ver con mayor claridad en estas condiciones de tratamiento. Para la condición de número de fluidización mayor a 1.0 la microestructura se puede observar en la Figura 5.17 (A) que la matriz bainítica predomina en la microestructura de la pieza. Sin embargo, aunque el tratamiento se realizó a temperaturas superiores a  $M_s$  o de inicio de transformación martensítica (300°C), se pueden observar escasas cantidades de martensita (**M**). En este caso se encuentra presente la fase martensítica debido a la cantidad remanente de austenita que quedó sin transformar bainíticamente cuando el material alcanzó temperaturas menores de 300°C ( $M_s$ ) en el tratamiento térmico. De esta manera, a mayor rapidez de enfriamiento en el lecho, menor será la fracción bainítica transformada. Sin embargo, aun cuando existen algunas zonas de martensita, se espera que las propiedades mecánicas sean las deseadas dado que predomina la estructura bainítica. Como se puede observar en la Figura 5.17 (B), la superficie correspondiente muestra una fractura dúctil, dado que la morfología es completamente rugosa.

Las microestructuras obtenidas operando con los números de fluidización de 1.2 y 1.4 se muestran en las Figuras 5.17 (C) y (E), respectivamente, donde se puede ver nuevamente el predominio de la matriz bainítica (círculos rojos) y una ligera presencia de zonas martensíticas (**M**). Tal y como se esperaba al considerar las curvas de enfriamiento, la morfología es un poco diferente para estas dos últimas condiciones de fluidización, en comparación con la de  $N_f = 1.0$ . La morfología para bainita inferior o de temperatura baja que correspondió a  $N_f = 1.2$  y  $1.4$ , se observa más fina, con un espesor de placa menor que la bainita superior. En temperaturas de transformación cercanas a los 350°C existen mayor número de núcleos formadores de bainita, causando por un lado mayor densidad de placas y por otro menor crecimiento de estas, provocando así una pluma fina tal y como lo muestra en las Figuras 5.17 (C) y (E) con círculos o elipses rojas. Las propiedades mecánicas para la bainita inferior son ligeramente distintas a las de la bainita superior, ya que al existir mayor cantidad de límites de grano en la bainita fina se necesitará una mayor

energía para poder deformar este tipo de estructura. Por otra parte, las superficies de fractura correspondientes - Figura 5.17 (D) y (F) - muestran un comportamiento dúctil casi por completo. Esta evidencia solo necesita ser corroborada con las propiedades mecánicas obtenidas, para mostrar que el tratamiento térmico fue realizado exitosamente para estas condiciones.

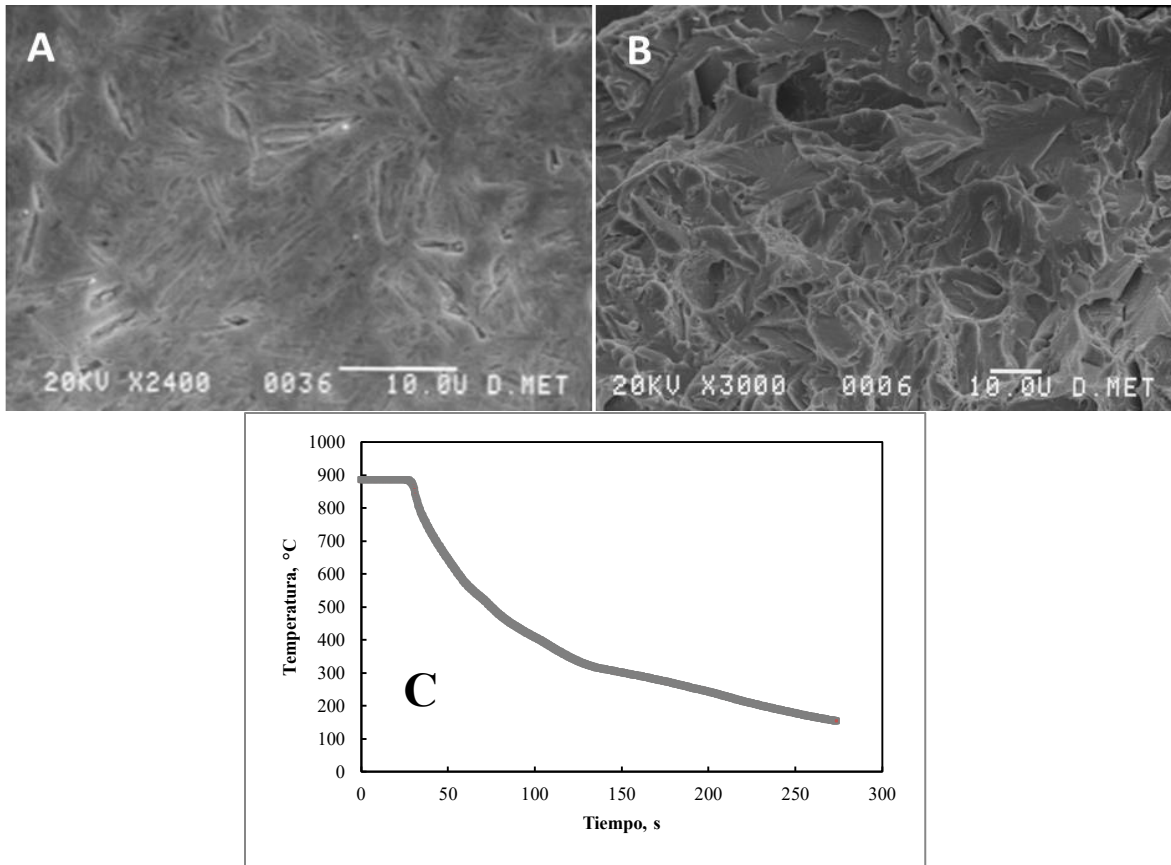
En la bainita formada cerca de los 500°C (bainita superior o plumosa), la cementita está en forma de barras y no en placas. Estudios previos [19, 20] han mostrado que la ferrita y la cementita nuclean independientemente y que el elemento que controla el crecimiento de la bainita superior es la difusión del carbono en la austenita. El crecimiento de la ferrita y de la cementita es cooperativo: la primera rechaza el carbono que es recibido por la segunda. Sin embargo, esta estructura es demasiado fina para poder resolverse en el microscopio óptico. Además, al atacarse químicamente se observa como material claro, por ello fue de vital importancia analizar las estructuras bajo el microscopio electrónico de barrido (MEB), a alta resolución.



**Figura 5.17** Fotomicrografías de tres probetas Charpy de acero AISI 4140 templadas bainíticamente en lecho fluidizado a 300°C, para tres número de fluidización diferentes: A), B)  $N_f = 1.0$ ; C), D)  $N_f = 1.2$  y E), F)  $N_f = 1.4$ ; A), C); E) microestructuras a 3000X del centro geométrico de la probeta; B), D) y F) superficies de fractura correspondientes y G) historias térmicas correspondientes.

### 5.6.2 Acero AISI 5160

Se realizó la metalografía a la probeta Charpy de acero AISI 5160, tratada térmicamente en el lecho fluidizado operando a temperatura ambiente. La microestructura se puede observar en la Figura 5.18 (A); se aprecia una morfología en forma de agujas completamente desordenada, exclusiva de la fase martensítica, tal y como se esperaba a partir de la respuesta térmica. La superficie de fractura, Figura 5.18 (B) indica un comportamiento totalmente frágil, por lo que las propiedades mecánicas no serán las deseadas, lo que implica un temple bainítico no exitoso. En comparación con el caso del acero AISI 4140, para el que se presentaban escasas zonas de bainita cuando el reactor de lecho fluidizado operaba a temperatura ambiente, este acero (AISI 5160) - debido a su composición química - provoca que el diagrama de transformación sea diferente, en este caso la nariz de inicio de transformación bainítica se encuentra desplazada hacia la derecha provocando que no sea posible alcanzar a transformar a la estructura bainítica cuando el lecho fluidizado opera a temperatura ambiente.

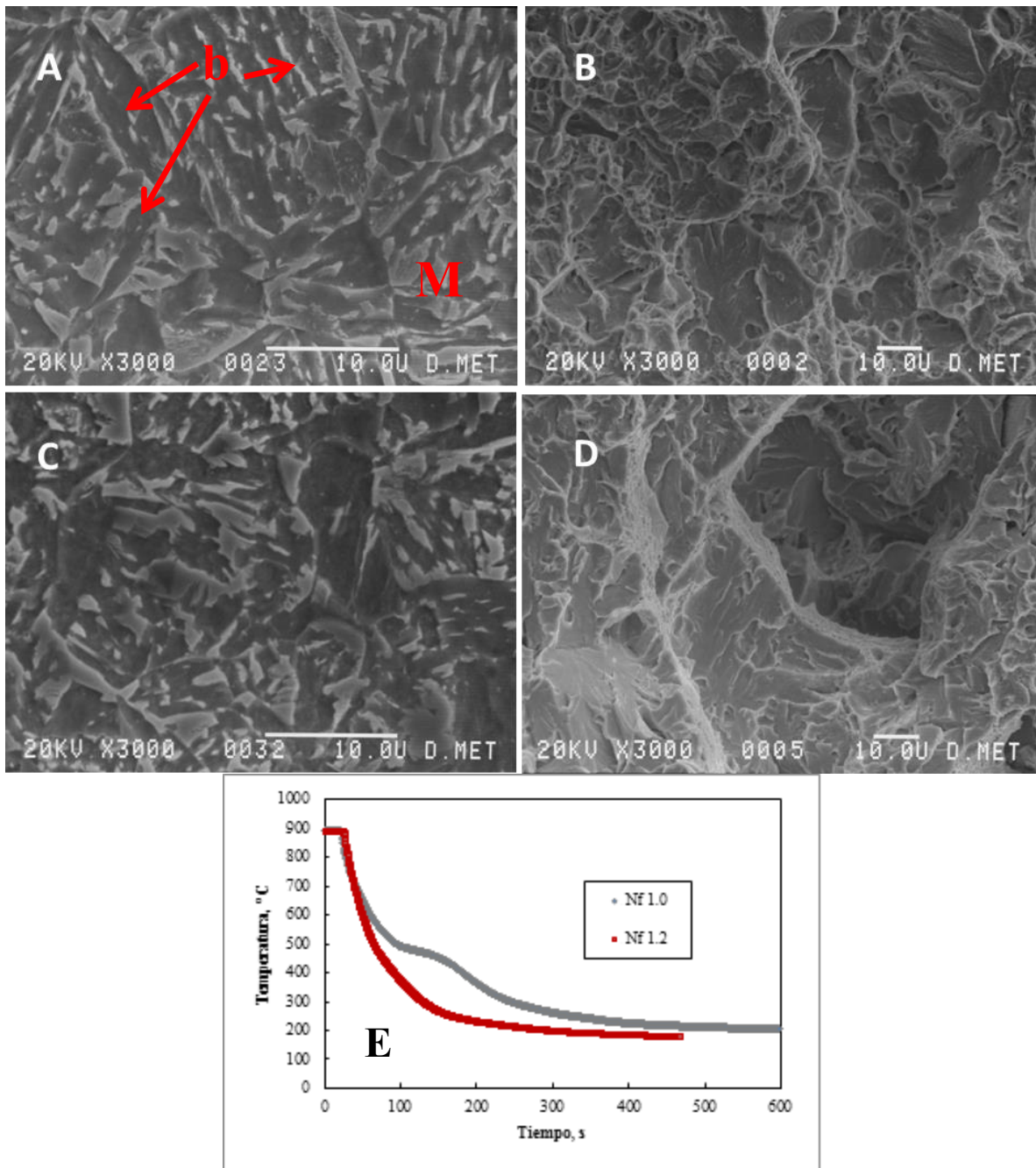


**Figura 5.18** Fotomicrografía de una probeta Charpy de acero AISI 5160 templada bainíticamente en un lecho fluidizado con un número de fluidización de 1.0, a temperatura ambiente. A) microestructura a 2400X en el centro geométrico de la probeta; B) superficie de fractura correspondiente y C) historia térmica correspondiente.

Posteriormente, se prepararon metalográficamente las probetas Charpy (ya fracturadas) de acero AISI 5160 templadas bainíticamente a 150 °C en el lecho fluidizado. Tal y como se esperaba a partir de la curva de enfriamiento medida para un número de fluidización de 1.0, esta pieza transformó de austenita a una microestructura predominantemente martensítica y, en menor cantidad, a bainita durante el enfriamiento. La Figura 5.19 (A) muestra la presencia de la matriz de martensita (**M**); también se pueden observar moderadas cantidades de bainita (**b**). La presencia de bainita indica que se atravesó la zona de transformación bainítica en el diagrama TTT; sin embargo, al llegar debajo de los 300°C aún se tenía gran cantidad de austenita sin transformar, provocando una matriz martensítica. Químicamente la transformación bainítica es un proceso difusivo, este tipo de fenómenos

se ven fomentados con el aumento de temperatura, por ello es que se pudo obtener moderadas cantidades de bainita en comparación con temperatura ambiente, sin embargo la rapidez de enfriamiento fue aún alta para que la transformación, adifusional, martensítica fuera la predominante. La fractura correspondiente muestra una superficie con morfología mixta, es decir zonas frágiles (pertenecientes a la martensita) y zonas dúctiles (asociadas a la bainita).

La microestructura resultante con un número de fluidización de 1.2, se puede observar en la Figura 5.19 (C). Esta microestructura presenta una matriz exclusiva de martensita, tal y como se esperaba a partir de su respuesta térmica, lo que indica que el tratamiento térmico no fue realizado exitosamente, por lo cual las propiedades mecánicas no serán las esperadas. Por consiguiente, la superficie de fractura es completamente frágil debido a la matriz martensítica (ver figura 5.19 (D), donde se aprecia una morfología plana en la fractura).



**Figura 5.19** Fotomicrografía de dos probetas Charpy de acero AISI 5160 templadas bainíticamente en lecho fluidizado a 150°C, con dos número de fluidización: A), B)  $N_f = 1.0$  y C), D)  $N_f = 1.2$ ; A) y C) microestructuras a 3000X en el centro geométrico de la probeta; B), D) superficies de fractura correspondientes y E) historias térmicas correspondientes.

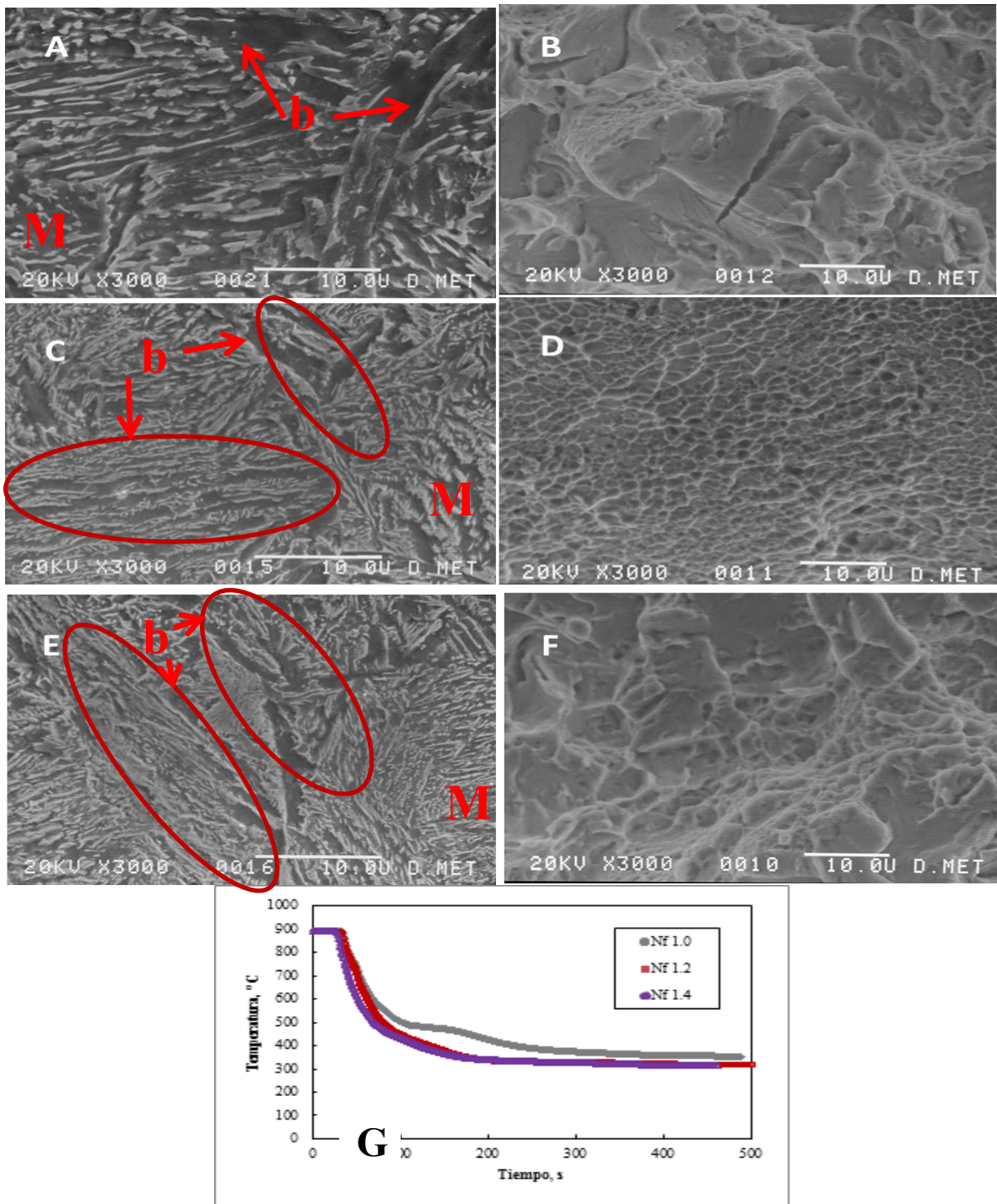
La Figura 5.20, muestra las microestructuras obtenidas para las pruebas de temple bainítico de acero AISI 5160 realizadas en lecho fluidizado a una temperatura de 300°C a diferentes números de fluidización.

Se puede ver una matriz predominante en bainita, para las tres condiciones de enfriamiento. En general, se observa que el número de fluidización influye sobre la temperatura de transformación bainítica y esta a su vez sobre la formación de placas bainíticas: a mayores números de fluidización ( $N_f = 1.2$  y  $1.4$ ) la matriz es casi por completo bainita (en la transformación bainítica ocurre el fenómeno de la reacción incompleta, que indica que se tendrá en algún porcentaje la presencia de martensita). En todas las microestructuras de esta temperatura, Figura 5.20 (A), (C) y (E), se puede ver la escasa presencia de algunas zonas de martensita (**M**). Este hecho corrobora que mayores temperaturas en el lecho fluidizado promueven la transformación difusional bainítica ya que existe una mayor formación de placas de bainita que retienen por completo a la austenita residual por medio del enriquecimiento de esta fase con carbono y se inhibe la formación de martensita. A pesar de lo anterior y de estar unos grados por encima de  $300^\circ\text{C}$  la escasa fase martensítica se forma debido a un inadecuado enriquecimiento de la austenita con carbono causando que cierta cantidad de esta fase se mantenga inestable lo que da como resultado la formación de esta fase residual.

Debido a que la difusión del carbono es baja a la temperatura de transformación bainítica inferior (Figuras 5.20 (C) y (E)), la cementita precipita internamente en las placas de ferrita. A diferencia de lo que sucede en la martensita, en la cual los carburos precipitan en dos o más direcciones, en la bainita inferior la precipitación de carburos tiene una orientación predominante en la cual la plaquillas de  $\text{Fe}_3\text{C}$  forman un ángulo agudo con el eje longitudinal de la aguja de ferrita. En la formación de bainita inferior, la ferrita se produce a partir de la austenita por desplazamiento de corte y luego precipita la cementita al interior de la ferrita.

Las fracturas correspondientes indican un comportamiento dúctil para las tres condiciones de enfriamiento de este acero en el lecho fluidizado operando a  $300^\circ\text{C}$ , incluso puede observarse en la figura 5.20 (B) una grieta intergranular, la cual se presenta únicamente en las fracturas de tipo dúctil.





**Figura 5.20** Fotomicrografías de tres probetas Charpy de acero AISI 5160 templadas bainíticamente en lecho fluidizado operando a 300°C, con tres diferentes números de fluidización: A), B)  $N_f = 1.0$ ; C), D)  $N_f = 1.2$  y E), F)  $N_f = 1.4$ ; A), C) y E) son microestructuras a 3000X pertenecientes al centro geométrico de la probeta; B), D) y F) son las superficies de fractura correspondientes y G) historias térmicas correspondientes.

## 5.7 Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas medidas en esta investigación fueron la dureza y la tenacidad, esta última mediante el ensayo de impacto. En la Tabla 5.1 se muestran las propiedades mecánicas resultantes del temple bainítico, divididas por acero y su condición de enfriamiento. Se observa que el valor más elevado de dureza corresponde a las condiciones de enfriamiento para las que se observaron microestructuras ricas en martensita, que fueron de hecho las mismas para el acero AISI 4140 y AISI 5160:  $N_f$  1.0 a temperatura ambiente, y  $N_f$  1.0 y 1.2 a 150°C. Para estas condiciones, la tenacidad resultó numéricamente menor que para los tratamientos térmicos que generaron bainita. Lo anterior demuestra que la microestructura obtenida pertenece a una matriz martensítica, ya que la tenacidad de una estructura martensítica es relativamente baja debido a que la estructura es muy rígida, con morfología fina (en puntas) y no cuenta con un orden, provocando que bajo un esfuerzo o impacto se generen rápidamente agrietamientos que fracturan al material.

La mejora producida en la dureza y tenacidad de los aceros: AISI 4140 y 5160, tras ser sometidos al temple bainítico a 300°C y para números de fluidización de 1.0, 1.2 ó 1.4, se debe al cambio en la microestructura del material base, por una microestructura formada mayoritariamente por bainita, tras los tratamientos térmicos. Las características mecánicas de las bainitas formadas dependen mayoritariamente de la morfología de la bainita obtenida y otros factores como: contenido de C, composición química, fricción de la red cristalina de Fe, solución sólida, precipitación de partículas y densidad de dislocaciones; de esta manera se observa que para bainita inferior ( $N_f$  1.2 y 1.4 a 300°C), la relación dureza-tenacidad tiene los valores más elevados en la tabla para cada uno de los aceros. Sin embargo, las propiedades de la muestra con bainita superior ( $N_f$  1.0 a 300°C) no difieren en gran medida de las obtenidas con bainita inferior como se esperaba teóricamente, ya que otros factores también influyen en las propiedades mecánicas. En particular, este estudio se enfoca en dos aceros con contenido intermedio de C, posiblemente para notar una diferencia significativa entre las propiedades mecánicas de la bainita superior e inferior fuese necesario comparar con aceros de alto contenido de carbono.

Con ésta evidencia es correcto indicar que el temple bainítico de acero AISI 4140 y 5160 en un reactor de lecho fluidizado operando a una temperatura de 300°C forma una matriz predominantemente bainítica para números de fluidización 1.0, 1.2 y 1.4, provocando así elevadas durezas en el material y elevada tenacidad.

**Tabla 5.1** Propiedades mecánicas de las probetas tratadas térmicamente en lecho fluidizado

Material	Temperatura del lecho fluidizado	Número de fluidización	Dureza (HRC)	Tenacidad (J)
AISI 4140	30 °C (ambiente)	1.0	48	37
		1.2	47	36
	150°C	1.0	45	41
		1.2	43	43
		1.4	42	45
	300°C	1.0	40	44
1.2		43	43	
1.4		42	45	
AISI 5160	30 °C (ambiente)	1.0	51	33
		1.2	47	37
	150°C	1.0	46	40
		1.2	47	37
		1.4	41	42
	300°C	1.0	42	44
1.2		44	42	
1.4		41	42	

## 5.8 Caracterización de la extracción de calor

A continuación se presenta el tratamiento de datos (respuestas térmicas) obtenidos experimentalmente, que consiste en el uso de los paquetes de cómputo *ModelaUNAM* y *Winprobe* [124, 125], con los cuales primero se filtran los datos y luego - mediante la implementación de la técnica de solución de problema inverso de conducción de calor (*IHCP* por sus siglas en inglés) - dan como resultado la estimación del *flux* de calor y de la temperatura, ambos en la superficie de la probeta, durante el tratamiento térmico. Primero se presentarán los resultados de la rapidez de enfriamiento local.

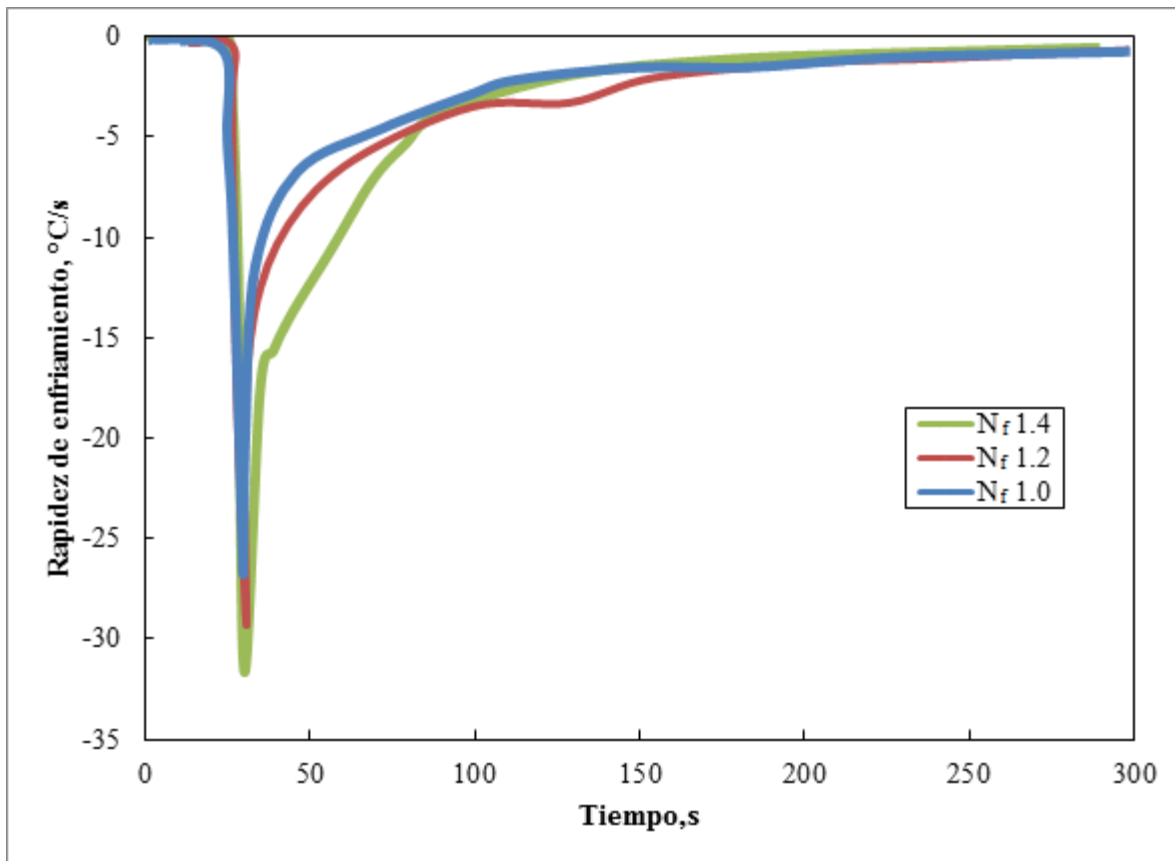
### 5.8.1 Rapidez de enfriamiento local

Este parámetro comúnmente se utiliza en el análisis de curvas de enfriamiento y se obtiene derivando numéricamente las curvas de enfriamiento con respecto al tiempo para cada pareja de datos:

$$\frac{dY}{dt} \cong \frac{Y_2 - Y_1}{t_2 - t_1}$$

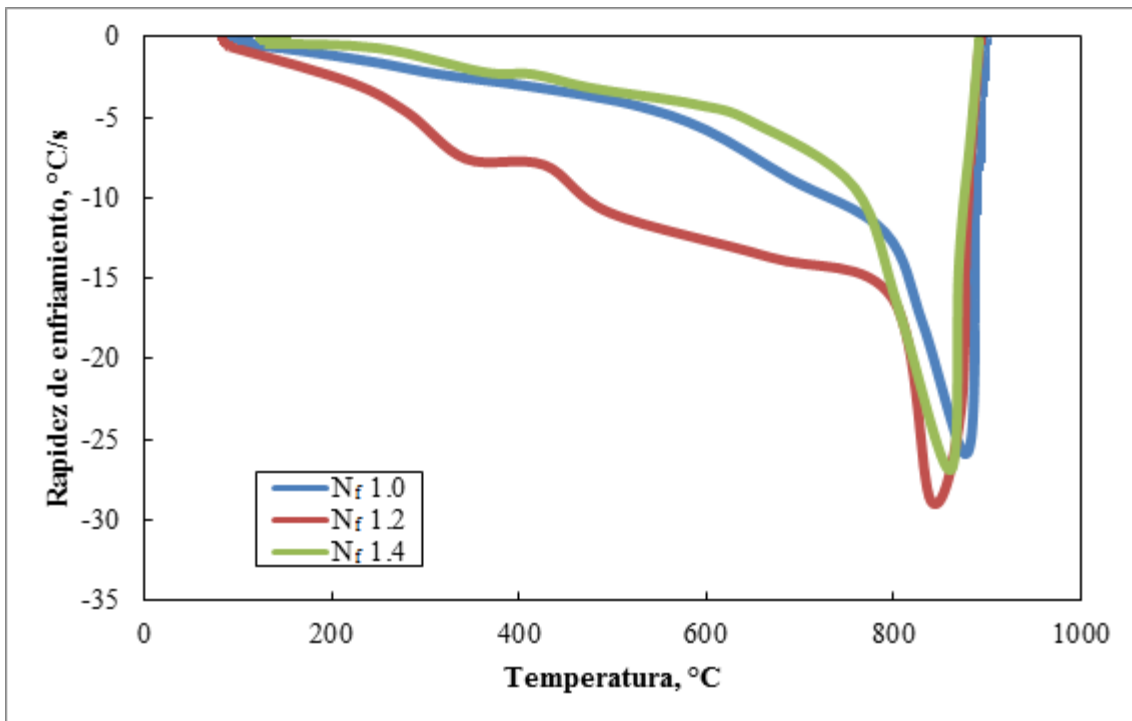
La Figura 5.21 muestra la historia de rapidez de enfriamiento para probetas de acero inoxidable en el lecho fluidizado operando a temperatura ambiente, para tres números de fluidización; dado que se trata de un enfriamiento, los valores de rapidez de enfriamiento son todos negativos. La rapidez de enfriamiento máxima (en valor absoluto) coincide para las tres condiciones de enfriamiento ocurre más o menos al mismo tiempo, que corresponde a la etapa inicial de enfriamiento. Dado la elevada capacidad del lecho para extraer el calor de las probetas, es lógico tener la máxima rapidez en los primeros instantes en que el acero se ha introducido dentro del reactor, ya que es en estos primeros segundos en los que la fuerza motriz es mayor durante el tratamiento térmico.

Por otro lado, se puede apreciar que para las tres condiciones de enfriamiento, la rapidez de enfriamiento máxima corresponde al número de fluidización máximo ( $N_f = 1.4$ ), ya que el flujo de aire es mayor por lo que existe una mejor movilidad de las partículas las cuales pueden extraer el calor de la pieza con mayor eficacia; por el contrario, a un  $N_f = 1.0$  existe menor dinamismo dentro del lecho, por lo que la rapidez de enfriamiento es menor.



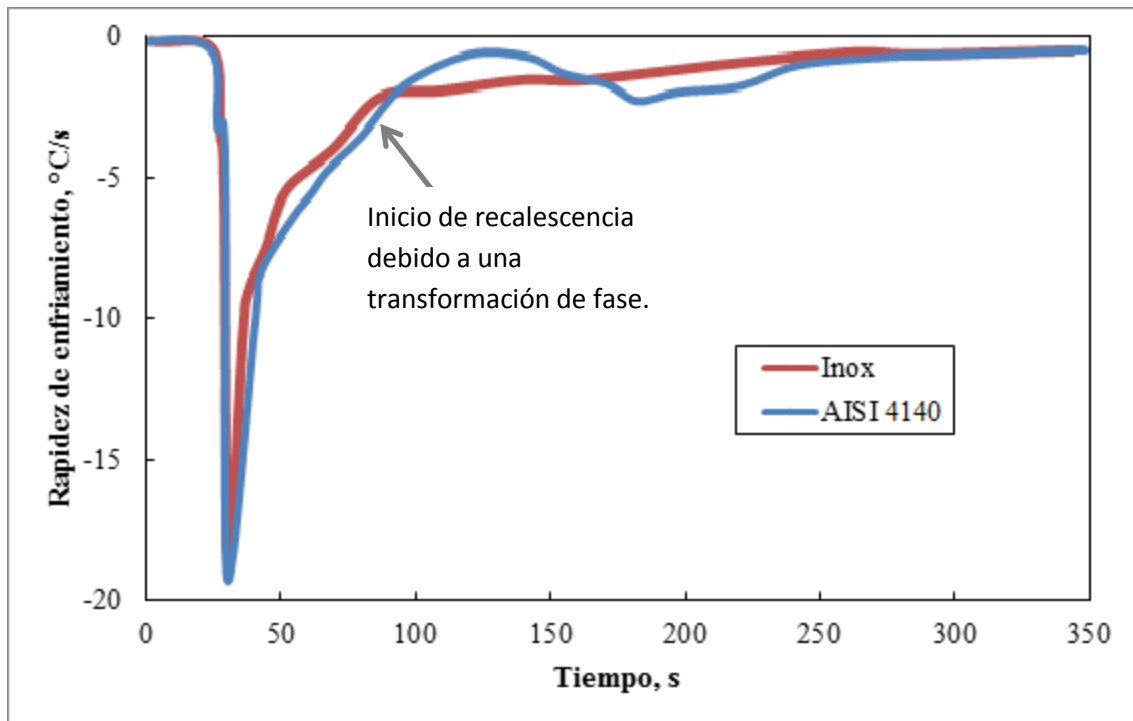
**Figura 5.21** Historia de rapidez de enfriamiento local de probetas de acero inoxidable en un reactor de lecho fluidizado operando a temperatura ambiente y tres diferentes números de fluidización.

La rapidez de enfriamiento local en función de la temperatura local para probetas de acero inoxidable enfriadas en lecho fluidizado a temperatura ambiente y tres números de fluidización, puede observarse en la Figura 5.22. Se aprecia nuevamente un máximo en la rapidez de extracción de calor a una temperatura muy cercana a la auténtica (890°C), lo cual tiene sentido, dado que al salir de austenización, las piezas son introducidas al lecho fluidizado donde sucede la máxima extracción de calor, posteriormente la rapidez de enfriamiento disminuye paulatinamente para los tres números de fluidización, sin observarse cambios de pendiente (recalescencia), lo cual es adecuado para poder estudiar al sistema antes de experimentar con algún otro tipo de material que pueda presentar reacciones de tipo exotérmicas.



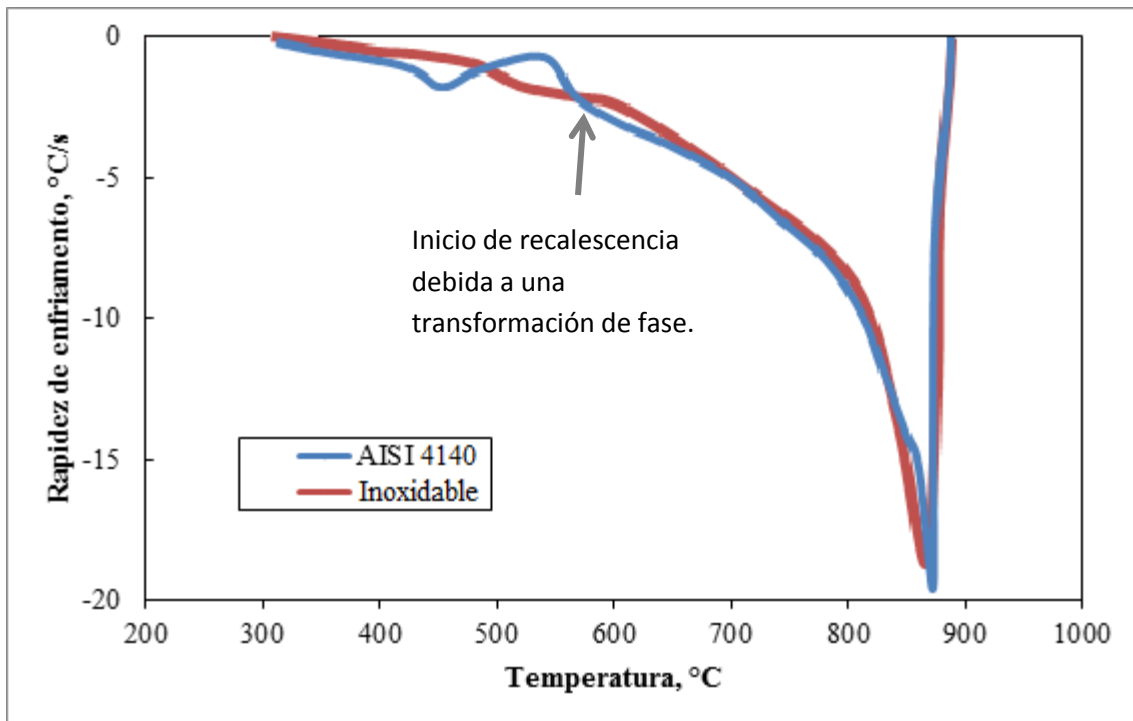
**Figura 5.22** Rapidez de enfriamiento local, en función de la temperatura local, para probetas de acero inoxidable y tres números de fluidización; lecho fluidizado operando a temperatura ambiente.

La historia de rapidez de enfriamiento local (curva rapidez de enfriamiento como función del tiempo) para el enfriamiento en lecho fluidizado a 300 °C y  $N_f = 1.0$  se muestra en la Figura 5.23 para el acero AISI 4140 y el acero inoxidable. La gráfica corrobora la presencia de una transformación de fase en el proceso de tratamiento en lecho fluidizado para el caso del acero aleado. La historia de rapidez de enfriamiento es una curva monótonica para el acero inoxidable AISI 304, por lo que no hay evidencia de transformación de fase, tal como se espera para un acero austenítico. Por el contrario, la curva para el AISI 4140 presenta un cambio brusco en un tiempo cercano a los 100 segundos. Este cambio indica que la rapidez con la que se enfría la probeta cambió de manera contraria al enfriamiento, es decir que fue un cambio exotérmico, asociado con la transformación de fase durante el enfriamiento.



**Figura 5.23** Historia de rapidez de enfriamiento local de probetas de acero inoxidable y de acero AISI 4140 en un reactor de lecho fluidizado operando a 300 °C y  $N_f = 1$ .

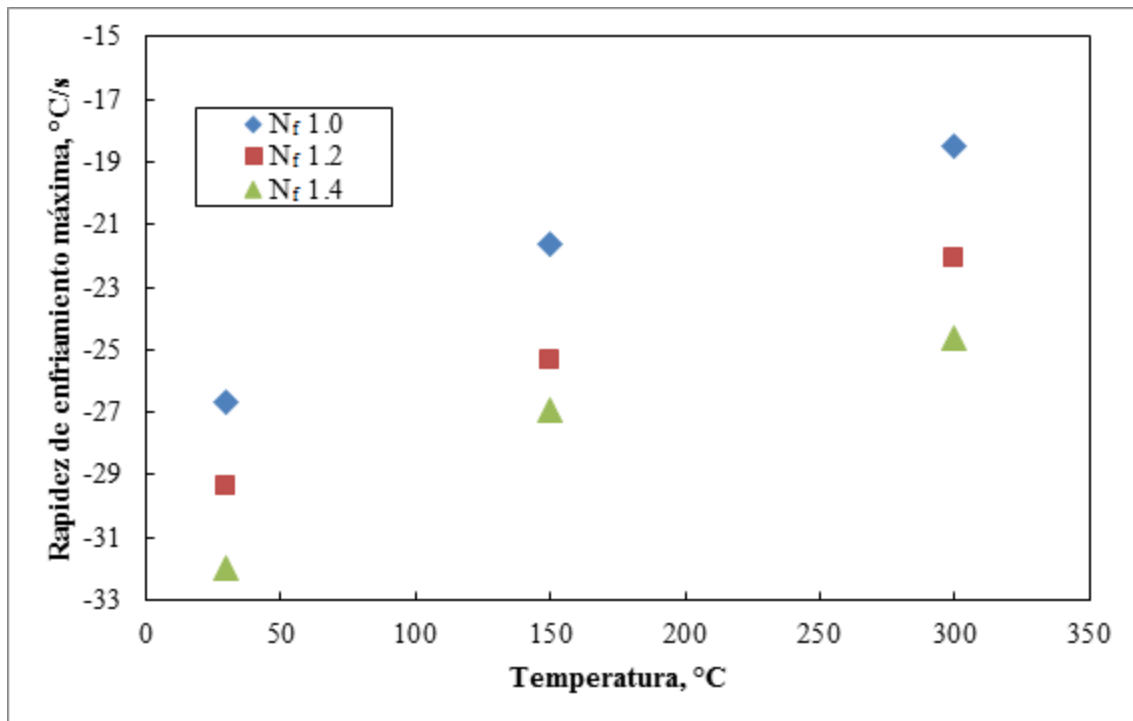
La Figura 5.24 muestra la rapidez de enfriamiento local para probetas de acero inoxidable AISI 304 y acero AISI 4140, en función de la temperatura local. Estas curvas muestran que el acero inoxidable presenta una rapidez de enfriamiento muy semejante a la del AISI 4140, con la ventaja de no transformar alotrópicamente, por lo que el acero inoxidable serviría como buen indicador para medir la rapidez de enfriamiento necesaria para evitar una transformación no deseada (martensita y ferrita). De nueva cuenta, la curva para el acero AISI 4140 muestra una desviación durante el enfriamiento, atribuible a la transformación de fase a bainita.



**Figura 5.24** Curvas de rapidez de enfriamiento local, en función de la temperatura local, para probetas de acero inoxidable y AISI 5160; en un reactor de lecho fluidizado operando a 300 $^{\circ}\text{C}$  y un número de fluidización de 1.

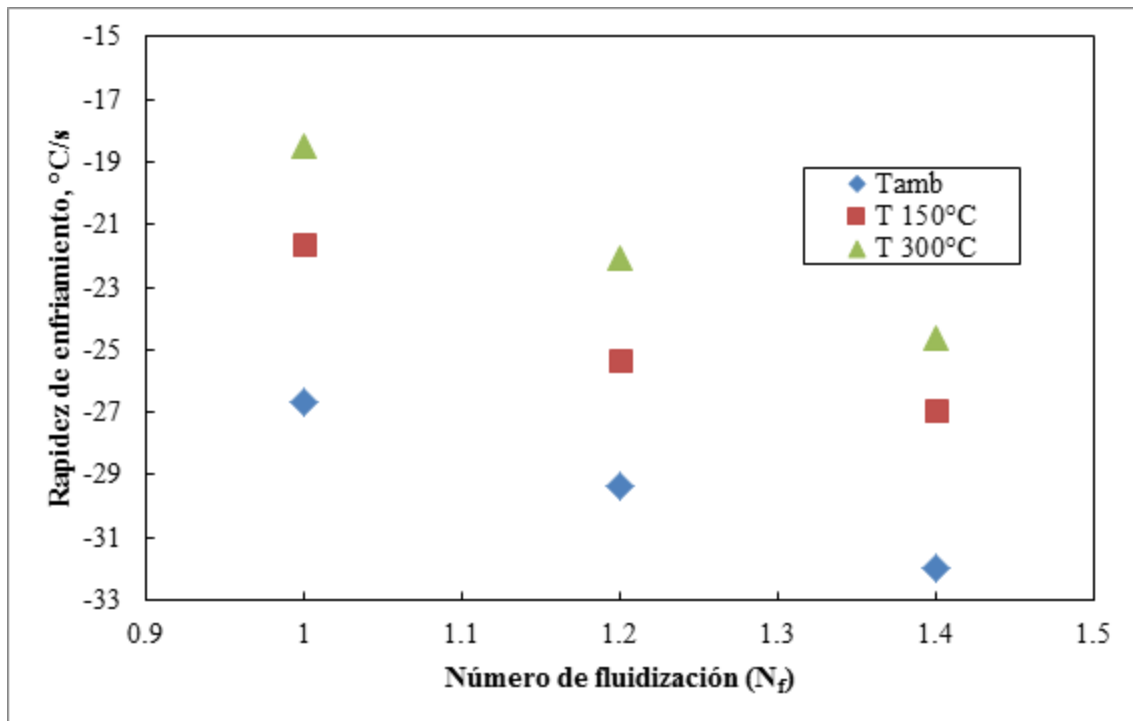
Para poder visualizar con mayor claridad el efecto de la temperatura del lecho sobre la rapidez máxima de extracción de calor, ésta se graficó para los tres valores de número de fluidización investigados (ver Figura 5.25). Se puede observar que, a mayor temperatura del lecho, la rapidez máxima de extracción de calor disminuye, lo cual sucede debido a que la fuerza motriz, que es la diferencia entre la temperatura del medio y la del lecho, disminuye y cuando ello sucede, la extracción de calor también disminuye.





**Figura 5.25** Rapidez máxima de enfriamiento, como función de la temperatura del lecho fluidizado, para probetas de acero inoxidable y tres diferentes números de fluidización.

El número de fluidización es el segundo factor que más afecta la rapidez de enfriamiento durante el temple bainítico. Por ello, en la figura 5.26 se graficó la rapidez máxima de extracción de calor como función del  $N_f$ . Se puede ver que, a mayor valor del número de fluidización, la rapidez máxima se incrementa, lo cual se debe a que al aumentar el número de fluidización en el lecho aumenta el efecto convectivo asociado al flujo de aire en el reactor. Las altas rapidezces de transferencia de energía térmica generadas cuando se aumentó el grado fluidización se obtuvieron por el rápido intercambio de material (partículas) entre la región adyacente a la superficie de transferencia y el resto del lecho. En la “convección de partícula”, el movimiento se debe a la agitación que produjo el gas, por ello es que a mayor  $N_f$ , mayor fue la máxima rapidez de enfriamiento.



**Figura 5.26** Rapidez máxima de enfriamiento local, como función del número de fluidización ( $N_r$ ), para probetas de acero inoxidable y tres diferentes temperaturas del lecho fluidizado.

Finalmente, la Tabla 5.2 muestra los valores máximos de rapidez de enfriamiento para cada uno de los aceros y su condición de tratamiento térmico. Se observa que para el acero inoxidable, la rapidez máxima de enfriamiento ocurre cuando el lecho opera a temperatura ambiente y un número de fluidización de 1.4 (máximo), lo cual es congruente dado que la fuerza motriz es la máxima a esa temperatura y con la máxima fluidización se provoca una mayor convección de partícula.

Los valores de rapidez máxima de enfriamiento para los aceros AISI 4140 y 5160, no difieren en gran medida con los de acero inoxidable, y de hecho conservan la tendencia a aumentar la rapidez de extracción de calor a medida que la temperatura del lecho se acerca a 30°C. Dado que las propiedades termofísicas de cada acero son ligeramente distintas, es normal una ligera variación en los valores obtenidos.

En general, se aprecia que los valores de rapidez máxima de extracción de calor son más parecidos entre sí para las temperaturas de 150°C y 300°C, lo que muestra que, matemáticamente, no se trata de una dependencia lineal.

**Tabla 5.2** Rapideces de enfriamiento máximas durante el temple bainítico en lecho fluidizado

		Rapidez de enfriamiento (°C/s)		
Material	Temperatura	$N_f = 1.0$	$N_f = 1.2$	$N_f = 1.4$
Inoxidable AISI 304	30° C	-26.66	-29.38	-31.98
	150°C	-21.62	-25.3	-26.9
	300°C	-18.5	-22.1	-24.6
AISI 4140	30° C	-25.3		
	150°C	-22.82		
	300°C	-19.4	-20.8	
AISI 5160	30° C	-26.7		
	150°C	-21.5		
	300°C	-20.1	-21.3	

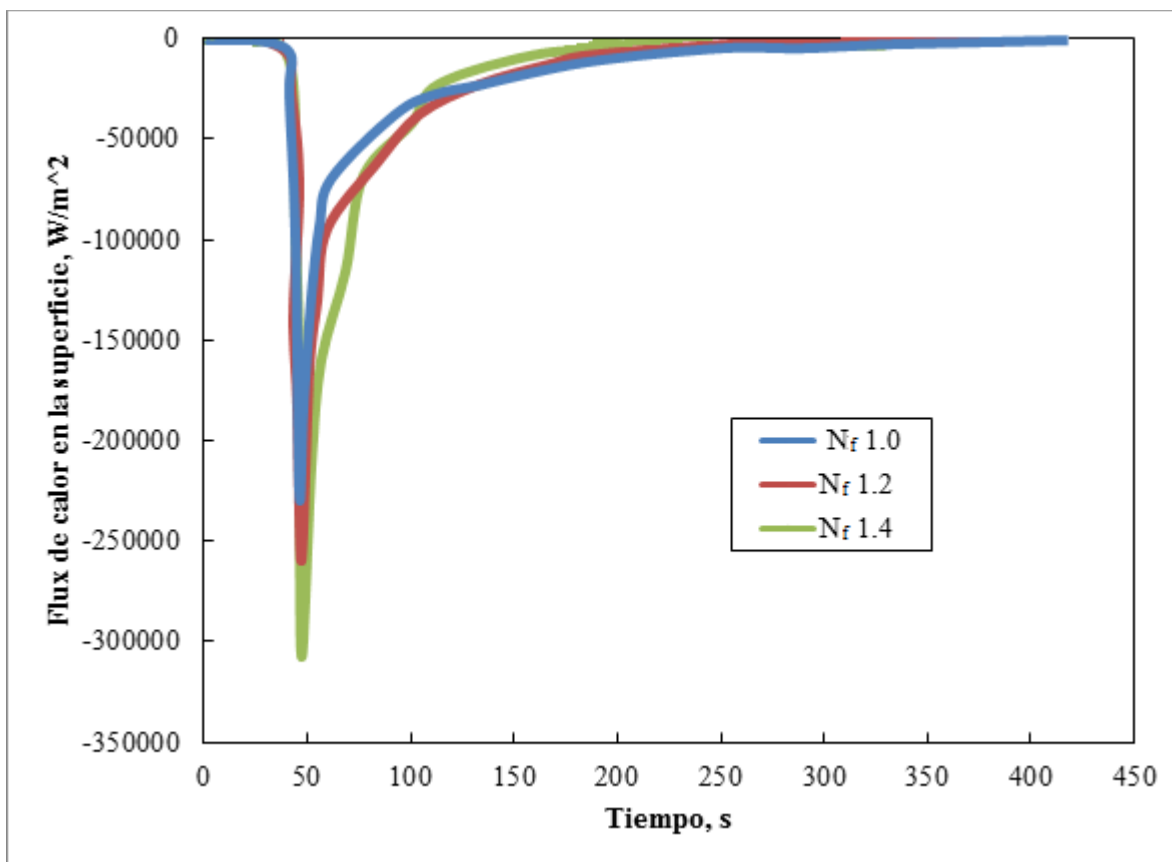
### 5.8.2 Flux de calor en la superficie

El *flux* de calor en la superficie es la cantidad de energía térmica (por unidad de tiempo y de área) que pasa de la probeta al medio de enfriamiento a través de la superficie de la misma. Esta cantidad se estimó mediante el *software WinProbe* (ver Apéndice B); este programa fue modificado en el Depto. de Ingeniería Metalúrgica de la Facultad de Química [124] para implementar el método de solución del *IHCP* desarrollado por Beck *et al.* [123] bajo la suposición de flujo de calor 1-D y ausencia de fuentes de generación de calor, para el caso de probetas cilíndricas.

El gráfico de la Figura 5.27 muestra la historia de *flux* de calor de la superficie (estimado) correspondiente a la respuesta térmica de los termopares colocados en la sub-superficie de la región cilíndrica de la probeta para un enfriamiento en un lecho fluidizado con  $N_f$  1.0, 1.2 y 1.4, operando a 300°C.

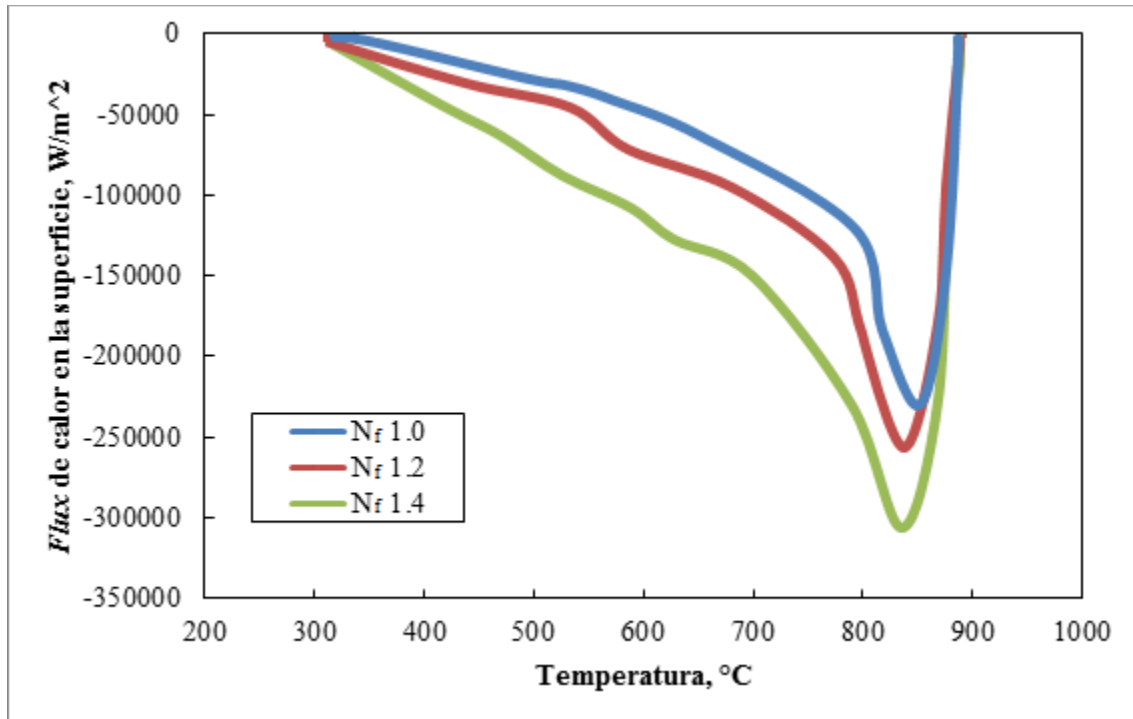
En la primera parte de la gráfica la extracción de calor es prácticamente nula ya que la probeta aún se encuentra dentro del horno; una vez que la probeta sale del horno existe un ligero aumento en el *flux* de calor debido al trayecto entre la posición del horno y la

posición final en el lecho. El *flux* de calor está directamente relacionado con la fuerza motriz (diferencia entre la temperatura del lecho y la temperatura de la pieza) instantánea, al igual que la rapidez de enfriamiento, por lo que la forma de la función es muy parecida a la de la rapidez de enfriamiento, pero su interpretación y utilidad son diferentes.



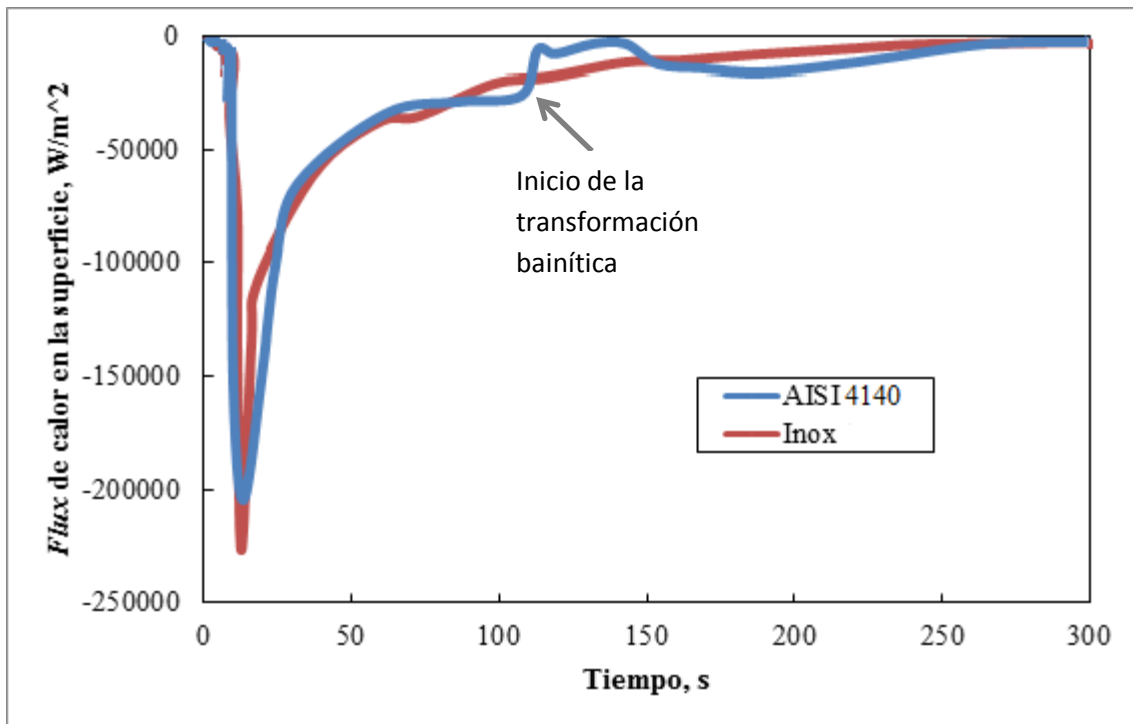
**Figura 5.27** Historia de *flux* de calor en la superficie para probetas cilíndricas de acero inoxidable en un reactor de lecho fluidizado operando a 300°C y tres diferentes números de fluidización.

En la Figura 5.28 se muestra el *flux* de calor en función de la temperatura superficial, para las probetas de acero inoxidable tratadas en el lecho fluidizado operando a 300 °C y 3 números de fluidización; para la estimación del *flux* de calor se usó un número de pasos futuros (*r*) igual a 2. Se puede ver que existe mucho ruido en los datos obtenidos, por lo que se recomienda volver a realizar un proceso de filtrado. Para todas las temperaturas, el valor del *flux* de calor de la superficie aumenta al aumentar el número de fluidización, lo cual tiene sentido pues bajo esta condición, la extracción de calor es mayor provocando que la pieza se enfríe con mayor rapidez.



**Figura 5.28** Flux de calor en la superficie en función de la temperatura superficial de la probeta, para acero inoxidable tratado en un lecho fluidizado operando a 300  $^{\circ}C$  y tres diferentes números de fluidización.

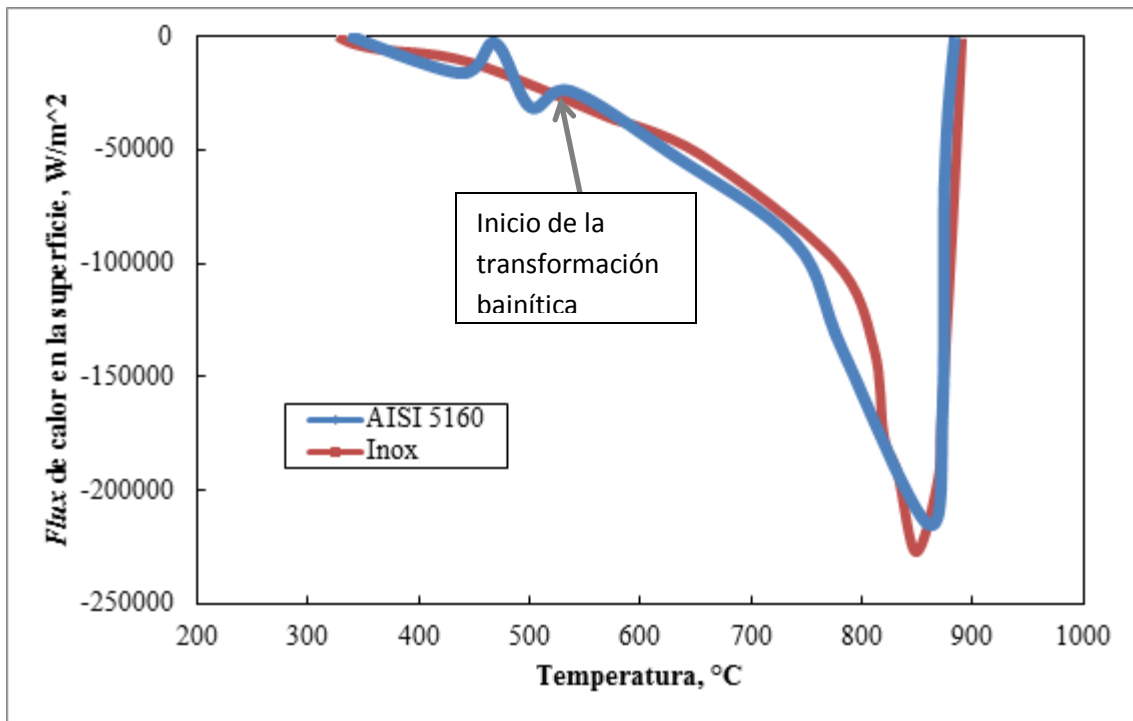
Para comparar la extracción de calor de los dos materiales, en la Figura 5.29 se grafica la historia de flux de calor de la superficie para acero inoxidable AISI 304 y acero AISI 4140 tratados en un lecho fluidizado operando a 300 $^{\circ}C$  y  $N_f = 1.0$ . En la figura se observa que el *flux* de calor aumenta hasta llegar a un valor máximo y luego disminuye hasta casi cero en pocos segundos: desde que comienza el lecho a enfriar la probeta desde la temperatura de austenización (890  $^{\circ}C$ ) hasta 300  $^{\circ}$ .



**Figura 5.29** Historia de *flux* de calor en la superficie para probetas de acero inoxidable y acero AISI 4140 tratadas en un lecho fluidizado operando a 300 °C y número de fluidización de 1.0.

Al graficar el *flux* de calor estimado en función de la temperatura también estimada, tal y como se observa en la Figura 5.30, es posible visualizar que el *flux* de calor extraído de la probeta de acero inoxidable es muy parecido al de la probeta de acero AISI 4140, con lo cual se puede reafirmar la similitud en la respuesta térmica de ambas probetas por lo que es posible caracterizar la respuesta del sistema con probetas de acero inoxidable AISI 304 antes de utilizar el acero AISI 4140 ó 5160, con el consecuente ahorro de material. Sin embargo, esto solo es válido previo a las transformaciones de fase.

El *software WinProbe* se alimenta de la historia térmica del termopar de interés. Desafortunadamente, debido a su diseño, no considera transformaciones de fase por lo que los resultados arrojados para el *flux* de calor en la superficie con transformación bainítica son solo aproximadamente correctos y fueron incluidos para poder visualizar la recalescencia asociada al fenómeno de transformación de fase.



**Figura 5.30** *Flux* de calor en la superficie, en función de la temperatura superficial, para probetas de acero inoxidable y AISI 4140 tratadas en un lecho fluidizado a  $300$   $^{\circ}C$  y número de fluidización de 1.0.

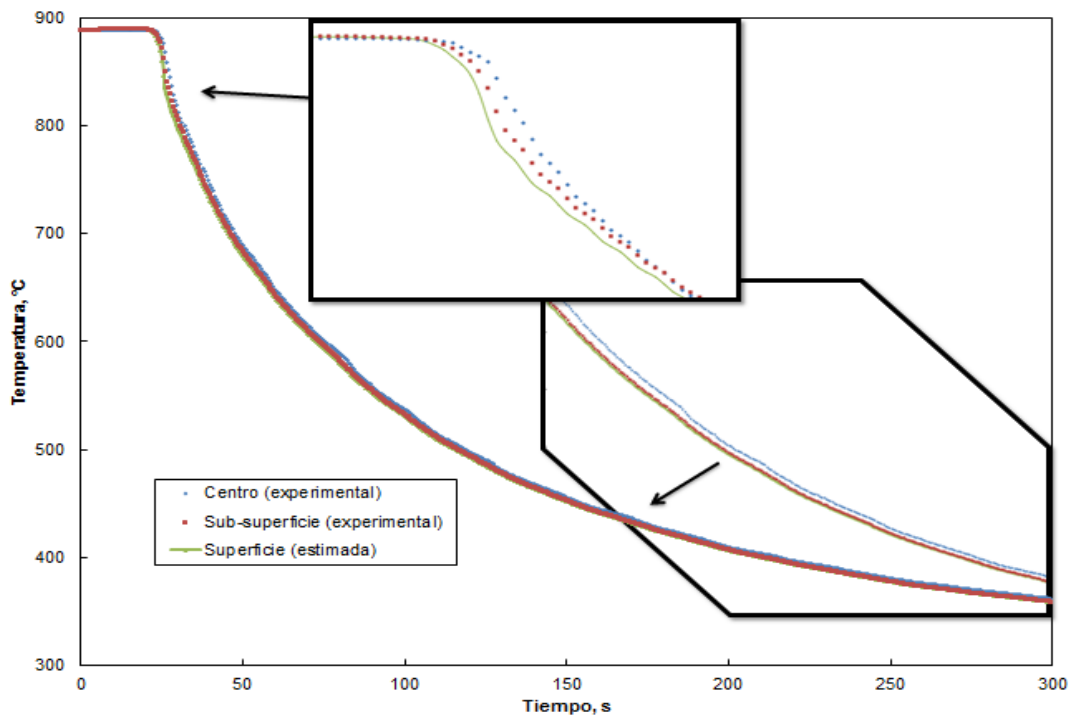
La Tabla 5.3 muestra los valores máximos de *flux* de calor para los tres aceros estudiados y para cada condición de enfriamiento. Se puede observar, al igual que con la rapidez de enfriamiento, que el valor máximo se encuentra a temperatura ambiente y a números de fluidización elevados, en este caso  $N_f$  1.4, dado que bajo esas condiciones se tiene la mayor fuerza motriz inicial y la mayor aportación convectiva. Los valores de *flux* de calor para los aceros AISI 4140 y 5160 son muy parecidos para cada una de las condiciones de temple, lo que sugiere que las propiedades térmicas de ambos materiales son similares entre sí; sin embargo, debe recordarse que *WinProbe* no incluye transformaciones de fase.

**Tabla 5.3** Valor máximo del *flux* de calor de la superficie durante el temple bainítico en lecho fluidizado.

		<b>Flux de calor máximo en la superficie (W/m<sup>2</sup>)</b>		
<b>Material</b>	<b>Temperatura del lecho fluidizado (°C)</b>	<b>N<sub>f</sub> = 1.0</b>	<b>N<sub>f</sub> = 1.2</b>	<b>N<sub>f</sub> = 1.4</b>
Inoxidable AISI 304	30	-307683	-315685	-352990
	150	-275559	-293583	-311290
	300	-225462	-251958	-306389
AISI 4140	30	-298523		
	150	-25745		
	300	-244810	-269856	
AISI 5160	30	-289511		
	150	-257897		
	300	-234811	-260524	

Para verificar la validez de los resultados obtenidos con *WinProbe*, la respuesta térmica de la superficie (estimada) se graficó junto con los valores experimentales para la sub-superficie y el centro del experimento de probetas de acero inoxidable AISI 304 tratadas en lecho fluidizado operando a 300 °C y  $N_f = 1.0$  (ver Figura 5.31). Dado que la temperatura fue estimada para la superficie de la probeta, ésta debe de tener un comportamiento adecuado a su posición, es decir, debe presentar un enfriamiento más rápido que el registrado experimentalmente en las posiciones central y de sub-superficie. En la figura se observa que, efectivamente, la superficie se enfría con mayor rapidez y, por lo tanto, en un tiempo menor que en el caso de las posiciones interiores de la probeta. También se observa que la curva estimada es mucho más parecida a la de la sub-superficie, lo que resulta consistente pues la distancia entre superficie y sub-superficie es de tan solo 1.5 mm, mientras que entre la sub-superficie y el centro hay una separación de 4.85 mm.





**Figura 5.31** Curvas de enfriamiento experimentales (símbolos) y estimada con WinProbe (línea) en tres posiciones radiales, durante el tratamiento térmico de temple bainítico de probetas de acero inoxidable AISI 304 en lecho fluidizado operando a 300 °C y  $N_f = 1$ . El tiempo está referido al inicio de la adquisición de datos.

## 6 Conclusiones

En este trabajo se trataron térmicamente probetas de acero AISI 4140, AISI 5160 e inoxidable AISI 304, en un reactor de lecho fluidizado con partículas de alúmina, con tres diferentes temperaturas del lecho y diversos valores del número de fluidización. A partir de los resultados y el análisis de los mismos se concluye que:

- El dispositivo experimental construido a escala laboratorio para este estudio, basado en trabajos previos, permitió obtener mediciones y observaciones con una gran repetitividad.
- La variación en el número de fluidización permite obtener una gama de rapidezces en el enfriamiento durante el temple bainítico en lecho fluidizado. En particular, el aumento del número de fluidización incrementa la rapidez de enfriamiento.
- Las historias de extracción de calor mostraron que una elevada rapidez en el enfriamiento, durante el tratamiento térmico, promueven la formación martensítica; mientras que se requieren rapidezces moderadas (cerca de  $8^{\circ}\text{C/s}$  a  $750^{\circ}\text{C}$ ) para que ocurra la transformación de fase bainítica.
- Los aceros AISI 4140 y AISI 5160 no pudieron templarse bainíticamente en el lecho fluidizado operando a temperatura ambiente o a  $150^{\circ}\text{C}$ , por lo que tuvo que implementarse una mayor temperatura en el reactor, la cual proporcionó menor rapidez de enfriamiento durante el temple, logrando así realizar exitosamente el proceso de temple bainítico. De esta manera se ha mostrado que la hipótesis de trabajo es verdadera.
- El temple bainítico de aceros AISI 4140 y 5160 en lecho fluidizado a  $300^{\circ}\text{C}$  genera microestructura bainítica superior (para  $N_f = 1.0$ ) y bainítica inferior con  $N_f = 1.2$  y  $1.4$ .
- La caracterización de la condición de frontera térmica, en términos del *flux* de calor, permitió observar que el acero inoxidable AISI 304 es una buena selección como material ideal para realizar un modelo matemático térmico-microestructural de temple bainítico de aceros AISI 4140 y 5160.

## 7 Recomendaciones y trabajo futuro

Una vez que se ha mostrado la factibilidad de realizar el tratamiento térmico de temple bainítico de aceros AISI 4140 y 5160 y haber obtenido datos de la etapa de enfriamiento, se sugiere trabajar en un futuro en la estimación de la condición de frontera (incluyendo las transformaciones de fase en la solución al problema inverso de conducción de calor) en este proceso y con ello desarrollar un modelo matemático con base a ecuaciones determinísticas con el propósito de poder estimar con precisión la transferencia de calor acoplada con la cinética de transformación, lo que permitiría cuantificar la evolución de los campos térmico y microestructural durante el tratamiento térmico de temple bainítico en un reactor de lecho fluidizado.

Se recomienda trabajar el lecho fluidizado a temperaturas mayores a los 300°C para templar bainíticamente probetas de acero AISI 4140 y 5160, con el fin de obtener matrices de estructura bainítica. Para ello es necesario adaptar el lecho fluidizado para este nivel de temperaturas; en especial, es necesario cambiar la tubería de cobre que conduce el aire comprimido hacia el lecho fluidizado ya que las conexiones se encuentran soldadas con estaño-plomo, cuya temperatura de fusión es cerca de 320°C, por lo que no soportaría temperaturas mayores a las usadas en esta investigación.

Como trabajo a futuro se propone realizar experimentos con probetas para ensayo de tracción. Con ello se podrá aumentar el número de ensayos mecánicos, teniendo así mayor cantidad de información de las propiedades obtenidas después del tratamiento térmico.

Con el fin de completar la caracterización de las estructuras generadas, se recomienda realizar la caracterización cristalográfica, con la que se puede cuantificar las fases presentes, mediante la técnica de difracción de rayos X.

## 8 Referencias

- [1] P.Campbell, J.K. Brimacombe y E.B. Hawbolt. "Application of Microestructural Engineering to the Controlled Cooling of Steel Wire Rod". Memorias de la Conf. Accelerated Cooling of Rolled Steel. Ed. por G.E. Ruddle y A.F. Crawley. CIM, 1987, pp. 309 - 330.
- [2] J. Téllez, "Estimación simultánea de las condiciones de frontera de transferencia de calor en un sistema con flujo 1D", Tesis de maestría, Facultad de Química, 2004.
- [3] T.E. Lim. "Optimizing Heat Treatment with Factorial Design". Journal of Metals, Marzo 1989, pp. 52 - 53.
- [4] W. Dowling, T. Pattok, B.L. Ferguson, D. Shick, Y. Helen-Gu y M. Howes. "Development of a Carburising and Quenching Simulation Tool: Program Overview". En Proceedings of the Second International Conference on Quenching and Control of Distortion, Cleveland Ohio, 1996, pp. 349 - 355.
- [5] K. Arimoto, G. Li, A. Arvind y W.T. Wu. "The Modeling of Heat Treating Process". En Proceedings of the First International Conference on Quenching & Control of Distortion, Chicago, Illinois, USA, 22 - 25 September, 1992, pp. 23 - 30.
- [6] British Iron and Steel Research Association. "Physical Constants of Some Commercial Steels at Elevated Temperatures" . Butterworth's Scientific Publications, Surrey, U.K., 1953.
- [7] A.N. Bobok. Use of fluidized bed in heat treatment shops of the machine building industry under conditions of the competitive market; Metal Science and Heat Treatment, Vol. 47, 2005; Pp. 97 – 102.
- [8] R. W. Reynolson. "Heat Treatment in Fluidized Bed Furnaces", ASTM International, 1995, United States of America, pp. 3 – 10, 33 – 54 and 85 – 110.

- [9] A.M. Dueñas. 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, IPN-ESIQIE, 2007.
- [10] G. Krauss. Steel: Heat Treatment and Processing Principles. American Society for Metals, 1989.
- [11] P. Molera. Tratamientos térmicos de los metales. Editorial Productica, España 1991.
- [12] G. Krauss. Steel: Heat Treatment and Processing Principles. American Society for Metals, 1989.
- [13] G.E. Totten, C.E. Bates y N.A. Clinton. “Handbook of Quenchants and Quenching Technology”. ASM International, Metals Park, OH, 1993.
- [14] H. Tensi, A. Stich, y G. Totten. “Fundamentals about quenching by submerging”. Proceedings of International Heat Treating Conference: Equipment and Processes. 1994, pp. 243-251.
- [15] G. Totten, C. Bates, y N. Clinton. “Handbook of Quenchants and Quenching Technology”. EUA, ASM International, 1993, pp. 69-72.
- [16] J. Bodin y S. Segerberg. “Measurement and Evaluation of the Quenching Power of Quenching Media for Hardening,” Proceedings of the First International Conference on Quenching & Control of Distortion, 1992, pp. 22–25.
- [17] ASTM International, Standard Test Methods for Determining Hardenability of Steel, A255-10.
- [18] ASTM D3520-88(1998), Standard Test Method for Quenching Time of Heat-Treating Fluids (Magnetic Quenchometer Method) (Withdrawn 2008), ASTM International, West Conshohocken, PA, 1998.
- [19] B. Lišcic y G. E. Totten. “From GM Quenchometer via Cooling Curve Analysis to Temperature Gradient Method”, Proceedings of The 18th Heat Treating Conference, ASM International, Chicago, Illinois, 1999, pp. 601-609.

- [20] ASTM D6200-01(2012), Standard Test Method for Determination of Cooling Characteristics of Quench Oils by Cooling Curve Analysis, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2012.
- [21] ASTM D3874 - 13 Standard Test Method for Ignition of Materials by Hot Wire Sources, ASTM International, Book of Standards Volume: 10.02.
- [22] G.E. Totten, M. E. Dakins y R. W. Heins. “Cooling curve analysis of synthetic quenchants-A historical perspective”, *Journal of Heat Treating*, Vol. 6, No 2, 1988, pp. 87-95.
- [23] R. Cruces Reséndez. Análisis Inverso del flujo de calor en 2-D para ensayos de temple de probetas a escala laboratorio. Tesis de Maestría, Posgrado en Ciencia e Ingeniería de Materiales, UNAM. 2015.
- [24] C.H. Gür, y C. Şimşir. “Simulation of Quenching: A Review,” *Materials Performance and Characterization*, Vol. 1, Issue 1, 2012, pp. 1–37, doi: 101520/MPC104479. ISSN 2165-3992.
- [25] L.C.F. Canale y G. E. Totten. Quenching Technology: A Selected Overview of the Current State-of-the-Art, *Mater. Res.*, Vol 8 (No. 4), 2005, pp. 461–467 (online).
- [26] B. Hernández-Morales, H. Vergara-Hernández, J. A. Barrera –Godínez, B. Beltrán Fragoso y C. Álamo-Valdéz. The Influence of Flowrate and Deflector Arrangement on Distortion in Agitated Quench Tanks, *Proc. of the 23rd ASM Heat Treating Society Conference*, D. Herring and R. Hill, Ed., Sept 25–28, 2005 (Pittsburgh, PA), ASM International, 2006, pp. 314–319.
- [27] J. Szekely, J.W. Evans y J. K. Brimacombe. *The Mathematical and Physical Modeling of Primary Metals Processing Operations*, John Wiley & Sons, New York, 1988.
- [28] P.C. Campbell, E.B. Hawbolt y J.K. Brimacombe. *Microstructural Engineering Applied to the Controlled Cooling of Steel Wire Rod: Part I. Experimental Design and Heat Transfer*. *Metall. Trans A*, 22A, 1991, pp. 2769 – 2778.

- [29] P.C. Campbell, E.B. Hawbolt y J.K. Brimacombe. Microstructural Engineering Applied to the Controlled Cooling of Steel Wire Rod: Part II. Microstructural Evolution and Mechanical Properties Correlations. Metall. Trans A, 22A, 1991, pp.2779 – 2790.
- [30] P.C. Campbell, E.B. Hawbolt y J.K. Brimacombe. Microstructural Engineering Applied to the Controlled Cooling of Steel Wire Rod: Part III. Mathematical Model Formulation and Predictions. Metall. Trans A, 22A, 1991, pp. 2769-2778.
- [31] R. A. Wallis, P. R. Bhoval, N. M. Bhathena y E. L. Raymond, Modeling the Heat Treatment of Superalloy Forgings. The Journal of the Minerals, Metals and Materials Society, 1989, pp. 35-37.
- [32] D. Persampieri, A. San Roman y P.D. Hilton, Process Modeling for Improved Heat Treating. Advanced Materials and Processes, 139(3), 1991, 19-23.
- [33] S. Navarro y M. Jiménez. La transformación Bainítica sin Formación de Carburos en los Aceros. Universidad Complutense de Madrid. Centro de Investigaciones Metalúrgicas.2006.
- [34] C. Viafara y J. M. Velez Transformación Bainítica en aleaciones Fe-C. Publicado en Ingeniería y Ciencia. Universidad EAFIT. 2005.
- [35] I. Hernández. Tratamiento térmico del acero 502 en la zona de bainitas. Tesis de licenciatura, FES Cuautitlan, UNAM, 2004.
- [36] R. E. Reed-Hill. Principios de Metalurgia Física. Editorial Continental S.A de C.V, 4a Edición, Enero 1986.
- [37] R. Askeland. Ciencia e ingeniería de los materiales. Editorial Iberoamericana, México 1985.
- [38] F.G. Caballero, H.K.D.H. Bhadeshia, K.J.A. Mawella, D.G. Jones y P. Brown. Diseño de Nuevos Aceros Bainíticos. Revista Metal. Madrid. 2002.
- [39] H.K.D.H. Bhadeshia. Bainite in Steels: Transformations, Microstructure and Properties, The Institute of Materials, 16-199 (1992).

- [40] C.C. Viáfara, M.I. Castro, J.M. Vélez y A. Toro. Unlubricated Sliding Wear of Pearlitic and Bainitic Steels, *Wear*, 259, 411-416 (2005).
- [41] H.K.D.H. Bhadeshia. *Bainite in Steels: Transformations, Microstructure and Properties*, The Institute of Materials, 16-199 (1992).
- [42] F.B. Pickering. *The structure and Properties of Bainite in Steels*, Symposium: Transformation and Hardenability in Steels, 1967.
- [43] B. L. Bramfitt y J. G. Speer. *Steels Alloys with Lower Bainite Microstructures for Use in Railroad Cars and Track*. Federal Railroad Administration. 2002.
- [44] M. A. Sierra. *Obtención y evaluación de las propiedades mecánicas del acero bainítico Fe-0.32C-1.45Si- 1.97Mn- 1.26Cr-0.26Mo-0.10V aleado con Boro*. Bogotá, D.C. 2011.
- [45] H. K. D. H. Bhadeshia. *Bainite in Steels: Transformations, Micostructure and Poperties - 2<sup>nd</sup> Edition*. Published by the Institute of Materials. Publication Date March 2001.
- [46] N. A. Chester y H. K. D. H Bhadeshia. (1997) *Phys. IV France 7, Colloque C5: C5-41 – C5-46*.
- [47] L. C. Chang y H. K. D. H. Bhadeshia (1995). *Mat. Sci. and Tech.*, 11: 874-881.
- [48] S. V. Parkers, (1997). *Tesis Doctoral*. Universidad de Cambridge.
- [49] S. B Singh y H. K. D. H. Bhadeshia (1998) *Mat. Sci. and Eng. A245: 72-79*.
- [50] O. Higuera y J. Tristancho. *Bainitic transformation in steel under continuous cooling conditions*, Universidad Tecnológica de Pereira, *Scientia et Technica* Año XIII, No36, Septiembre de 2007.
- [51] ASM international, *Metal Handbook, Properties and selection: irons, steel and high performance alloys*. Vol. 1, 1990. p.449.
- [52] H. K. D. H. Bhadeshia y D. V. Edmonds. *Metals Science*. 17 (1983) 420-425.



- [53] M. Sierra, Obtención y evaluación de las propiedades mecánicas del acero bainítico Fe-0.32C-1.45Si-1.97Mn-1.26Cr-0.26Mo-0.10V aleado con Boro, Tesis de licenciatura, Universidad Nacional de Colombia, 2007.
- [54] Z. G. Yang y H. S. Fang. “An overview on bainite formation in steels”. *Current Opinion in Solid State and Materials Science* 9 (2005) 277–286.
- [55] D. R. Askeland y P. P. Phulé, “The Science and Engineering of Materials”, 5th ed, 2006 Thomson Editorial.
- [56] W. A. Johnson y R. F. Mehl. *Trans. AIME*, 135, 1939, 416-458.
- [57] L. C. Chang. *Metallurgical and Materials Transactions A*. Vol. 39 No. 10, 1999, 996-979.
- [58] L. C. Chang. *Scripta Materialia*. Vol. 39-1, Mar 1998, 35-38.
- [59] M. M. Cisneros G, M. J. Pérez L., R. E. Campos C. y E. Valdés C. *Int. J. Cast Metals Res*, 11, 1999, 425-430.
- [60] E. López. Desarrollo de un nuevo Dispositivo para Caracterizar la Extracción de Calor en baños de Temple. 2000. Tesis de licenciatura. UNAM.
- [61] O. Vázquez. Simulación de la Evolución Térmica y Microestructural durante el Austemperizado del Hierro Dúctil. 2009. Tesis de Maestría. UNAM.
- [62] C. García-Mateo, F.G. Caballero y H.K.D.H. Bhadeshia. Low Temperature Bainite, International Conference on Martensitic Transformations (ICOMAT '02), Helsinki, Finland, 2002.
- [63] H. Sierra. Aceros de Construcción Mecánica, de Herramientas e Inoxidables y su Selección, Universidad Nacional de Colombia, Medellín, 110-125 (2000)
- [64] F.B. Pickering. The Structure and Properties of Bainite in Steels, Symposium: Transformation and Hardenability in Steels, 1967.

- [65] C. Viáfara y J.M. Vélez. Transformación bainítica en aleaciones Fe-C, Ingeniería y Ciencia, Volumen 1, número 2, 83-96, Colombia, septiembre 2005.
- [66] S. Medina M. Acero Bainítico 38Mn-V6, procedimiento de obtención y uso, Patente 2391322, CSIC Madrid 2012.
- [67] Y. Tomita. Effects of Bainitic Transformation Temperature on Microstructure and Tensile Properties of 0.6C-Si-Mn Steel. J. Soc. Mat. Sci., Japón, Vol.44, No.501, pp. 750-754, Jun. 1995.
- [68] Y. Sakuma, O. Matsumura y H. Takechi. Mechanical Properties and Retained Austenite in Intercritically Heat-Treated Bainite-Transformed Steel and Their Variation with Si and Mn Additions, Metallurgical Transactions A, Volumen 22A, Febrero 1991. Pp 489-492.
- [69] B. D. Cullity. Elements of X-ray diffraction. Edit., M. A. Addison- Wesley, 1978.
- [70] K. B. Rundman y R. C. Klug. *AFS Transactions*. 115, 1982, 499-508.
- [71] Y.K. Lee, "Effect of isothermal transformation temperature on amount of retained austenite and its thermal stability in a bainitic Fe-3%Si-0.45%C-X steel", Yonsei University Korea 2002.
- [72] M. A. Sierra. Aceros Bainíticos y la Influencia del Boro sobre sus propiedades Mecánicas. Tesis de maestría, Universidad Tecnológica de Pereira Colombia, 2011.
- [73] J. G. Speer, F. C. Rizzo y D. K. Matlock, The "quenching and partitioning" process: background and recent progress, Advanced Steel Processing and Products Research Center, Colorado School of Mines, ISSN 1516-1439, Mat. Res. vol.8 no.4 São Carlos, Dec. 2005
- [74] A. Oinunzi, "Advances in Fluidized Bed Quenching", Proceedings of the First International Conference on Quenching & Control of Distortion, Chicago, Illinois, 22 - 25 September, 1992, p. 71 - 78
- [75] H. E. Chandler, "Heat Treating / Processing Technology in 1990", Metal Progress, Septiembre de 1984, p. 59 - 70.

- [76] D. Dragomir y L. Oruga, "The Advantages of Fluidized Bed Carburizing", *Materials Science & Engineering A*, 2001, p. 115 - 119.
- [77] K. G. Anthymidis, P. Zinoviadis, O. Roussos y O. N. Tsipas, "Borinding of Nickel in a Fluidized Bed Reactor", *Material Research Bulletin*, 2002, p. 515 - 522.
- [78] F. J. Pérez, M. P. Hierro, F. Pedraza, C. Gómez y M. C. Carpintero, "Aluminizing and Chromizing Bed Treatment by CVO in a Fluidized Bed Reactor on Austenitic Stainless Steels", *Surface and Coatings Technology*, 1999, p. 151 -157 .
- [79] M. Okumiya, Y. Tsunekawa y T. Murayama, "Surface Modification of Aluminium Using Ion Nitriding and Fluidized Bed", *Surface and Coatings Technology*, 2001, p. 235 - 240.
- [80] K. G. Anthymidis, E. Stergioudis y O. N. Tsipas, "Borinding in a Fluidized Bed Reactor", *Materials Letters*, 2001, p. 156 -160.
- [81] R. W. Reynoldson, "Controlled Atmosphere Fluidised Beds for the Heat Treatment of Metals", Parte 1, *Heat Treatment of Metals*, 1976, p. 92 - 100.
- [82] R. W. Reynoldson, "Controlled Atmosphere Fluidised Beds for the Heat Treatment of Metals", Parte 2, *Heat Treatment of Metals*, 1977, p. 11 -16.
- [83] R. W. Reynoldson, "Use of Fluidised Beds for Quenching in the Heat Treatment Field", *Quenching and Carburizing*, The Institute of Materials, 1993, p. 85 -105.
- [84] R. W. Reynoldson, "Fluidized Bed Quenching Technology", *Proceedings of the Second International Conference on Quenching and Control of Distortion*, Cleveland , Ohio, 4 - 7 November, 1996, p. 495 - 502.
- [85] C. Xiao - Nong, "Research on Comprehensive Quenching Effects of Refrigerating Fluidized Bed as Quenchant", *Proceedings of the Second International Conference on Quenching and Control of Distortion*, Cleveland, Ohio, 4 - 7 November, 1996, p. 623 -628.
- [86] R. W. Reynoldson, "Heat Treatment in Fluidized Beds Furnaces", *ASM International*, Metals Park, Ohio, 1993.

- [87] R.W. Reynolson, Heat Treatment in Fluidized Bed Furnaces, ASM International, 1995, United States, pp 3-110.
- [88] R. W. Reynoldson, "Controlled Atmosphere Fluidized Beds for the Heat Treatment of Metals", Heat Treatment of Metals, 1977, p-11-16.
- [89] R. W. Reynoldson, "Fluidized Bed Quenching Technology", Proceedings of the Second International Conference on Quenching and Control of Distortion, Cleveland, Ohio, 4-7 noviembre, 1996, pp. 495-502.
- [90] R. W. Reynolson. "Heat Treatment in Fluidized Bed Furnaces", ASTM International, 1995, United States of America, pp. 3 – 10, 33 – 54 and 85 – 110.
- [91] A. M. Dueñas Pérez, "Caracterización de un lecho fluidizado como sistema alternativo para el temple de aceros grado maquinaria (AISI 4140 y AISI 9840)", Tesis de Licenciatura, IPN, México 2005.
- [92] H.J. Vergara Hernández, M. Díaz Cruz y B. Hernández Morales. "Estudio del Comportamiento Dinámico y Térmico en un Reactor de Lecho Fluidizado para el Tratamiento Térmico de Metales". Memorias del XXIV Encuentro Nacional de la Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química. A.C. Instituto Tecnológico de Celaya, 2003. Pp. 383-387.
- [93] D. Kunii y O. Levenspiel. Fluidization Engineering, Robert E. Krieger Publishing Co., Melbourne, Fla., 1977.
- [94] J. R. González, Caracterización de la respuesta metalúrgica de aceros grado herramienta templados en un lecho fluidizado. Teiss de licenciatura, Facultad de química, UNAM, 2008.
- [95] B. Beltrán Fragoso, "Transferencia de calor durante procesos de temple en lechos fluidizados con tapón poroso", Tesis de Licenciatura, UNAM, México 2004.
- [96] P. Vigier y C. Iacob, "Heat Transfer in Fluidized Bed for a Low Gas Flow Rate", Powder Technology, 1997, p 1-16.

- [97] B. Beltrán Fragoso, B. Hernández Morales, H.J. Vergara Hernández y M. Díaz Cruz. "Caracterización de la Extracción de Calor durante el Temple de Materiales Metálicos en un Lecho Fluidizado con Tapón Poroso ". Memorias del XXV Encuentro Nacional de la Academia Mexicana de Investigación y Docencia en Ingeniería Química, A.C. Universidad Autónoma Metropolitana, 2004. CD-ROM (sin número de página). ISBN 970-31-0268-9.
- [98] J. S. M. Botterill, "Fluid - Bed Heat Transfer", Academic Press, 1975.
- [99] F. Thümmeler y R. Oberacker, "Introduction to Powder Metallurgy", The Institute of Materials, 1993.
- [100] S. S. Zabrosky. Heat transfer between a Gas Fluidized bed and immersed Tubes. Advanced Heat Transfer, vol 14, 1978. Pp. 149-154.
- [101] D. Kunii y O. Levenspiel, "Fluidization Engineering", Secand Edition, Butterwarth - Heinemann, 1991.
- [102] J. Szekely y N. J. Themelis, "Rate Phenomena in Process Metallurgy", Ed. Wiley-Interscience, 1971, p. 639 - 683.
- [103] A.M. Dueñas Pérez, H.J. Vergara Hernández, B. Hernández Morales y M. Díaz Cruz. "Comparación entre el lecho fluidizado y aceite agitado como medios de enfriamiento para el temple de aceros grado maquinaria (AISI 4140 y AISI 9840)". Memorias del XXVI Encuentro Nacional de la Academia Mexicana de Investigación y Docencia, A.C. Universidad de Las Américas-Puebla, 2005. CD-ROM (sin número de página).
- [104] R. C. Thomson, J. S. James y D. C. Putman. Materials Science and Technology. Vol 16, 2000, 1412-1419.
- [105] M. A. Yescas, H. K. D. H. Bhadeshia y D. J. MacKay. Materials Science and Engineering A. A-311, 2001, 162-173.
- [106] H. K. D. H. Bhadeshia. ISIJ International. Vol. 39 No. 10, 1999, 966-979.
- [107] S. H. Zahiri, E. V. Pereloma, y C. H. J. Davies. Materials Science and Technology. Vol 17, 2001, 1563-1568.

- [108] S. H. Zahiri, E. V. Pereloma, y C. H. J. Davies. *Materials Science and Technology*. Vol 18, 2002, 1163-1167.
- [109] T. S. Shih y L.R. Hwang. Determination of Critical Cooling Rates for the Ausferrite Transformation in ADIs. *Transactions of the JFS*. Vol. 14 (1995) 48-58.
- [110] H. Bayati y R. Elliot. *Materials Science and Technology*. 15, 1999, 265-277.
- [111] G.E. Totten, M.E. Dakins y R.W. Heins, Cooling Curve Analysis of Synthetic Quenchant - A Historical Perspective, *J. Heat Treat.* (1988) 6, pp.87-95
- [112] C.H. Gür, “Simulation of Quenching: A Review” *Materials Performance and Characterization*, Vol. 1, Issue 1, 2012, pp. 1–37, ISSN 2165-3992.
- [113] A. Y. Cengel, *Transferencia de Calor y Masa. Un Enfoque Práctico*, Mc Graw Hill, 3ª. Edición, pp. 17-27.
- [114] A. J. Chapman, *Transmisión del calor*, 3ª Ed., Madrid, pp. 280. ISBN 84-85198-42-5.
- [115] N. M. Ozisik, *Heat Conduction* Vol. 1, Wiley-Interscience publication, 2º Ed. Wiley, 1993, pp.14-16.
- [116] N. M. Ozisik, *Heat Conduction* Vol 2, Wiley-Interscience publication, 2º Ed. Wiley, 1993, pp. 99-122.
- [117] M. Avrami, Kinetics of Phase Change, Part I: General Theory, *J. Chem. Phys.*, Vol 7, 1939, pp. 1103–1112.
- [118] P. K. Agarwal y J. K. Brimacombe, “*Mathematical Model of Heat Flow and Austenite-Pearlite Transformation in Eutectoid Carbon Steel Rods for Wire*”, *Metallurgical Transactions B*, Vol. 12B, 1981, pp. 121–133.
- [119] J.K. Iyer, J. K. Brimacombe y E. B. Hawbolt. *Prediction of the structure and mechanical properties of control-cooled eutectoid steel rods*. In *Mechanical Working and Steel Processing XXII*, pp. 47– 58, 1985.
- [120] M. B. Kuban Ph.D., R. Jayaraman, E. B. Hawbolt y J. K. Brimacombe, An assessment of the additivity principle in predicting continuous-cooling transformation

kinetics using isothermal transformation data, *Metallurgical Transactions A*, September 1986, Volume 17, Issue 9, pp. 1493-1503.

[121] D.P. Koistinen y R.E. Marburger, A General Equation Prescribing the Extent of the Austenite Transformation in Pure Iron-Carbon Alloys and Plain Carbon Steels, *Acta Metall.*, Vol. 7, 1959, pp. 59–60.

[122] B. Hernández-Morales, J. K. Brimacombe y E. B. Hawbolt, “Application of Inverse Techniques to Determine Heat-Transfer Coefficients in Heat-Treating Operations”, *Journal of Materials Engineering and Performance*, Vol. 1, No 6, 1992, pp. 763-777.

[123] J. Beck, B. Blackwell y C. St. Clair Jr., *Inverse heat conduction (III-posed problems)*, John Wiley & Sons, Inc, New York, 1985. pp. 219-279.

[124] <http://depa.fquim.unam.mx/modelaunam/> Consultada el 12 marzo de 2016.

[125] <http://www.sigmaplot.com/products/sigmaplot/sigmaplot-details.php> Consultada el 10 de abril de 2016.

[126]

[https://224bab679d4a07b45e1521218730a06c1d2d7d29.googledrive.com/host/0B2P5Bq-bluknRE5ldWFkRnBkUFE/Unidad%203%20Materiales/Tema%203/13\\_ensayo\\_de\\_resiliencia.html](https://224bab679d4a07b45e1521218730a06c1d2d7d29.googledrive.com/host/0B2P5Bq-bluknRE5ldWFkRnBkUFE/Unidad%203%20Materiales/Tema%203/13_ensayo_de_resiliencia.html)/ Consultada el 2 de mayo de 2016

[127] T. S. Prasanna-Kumar y H.C. Kamath, “Estimation of Multiple Heat Flux Components at the Metal/Mold Interface in Bar and Plate Aluminum Alloy Castings”- *Metallurgical and Materials Transactions B*, Vol. 35 B, June 2004, pp 575-585.

[128] H.C. Kamath y T. S. Prasanna-Kumar, “Multidimensional Analysis of Interface Heat Flux in Metallic Molds during Solidification of Aluminum Alloy Plate Castings” 108th Casting Congress of American Foundry men’s Society at Rosemont, IL, USA in June 2004.

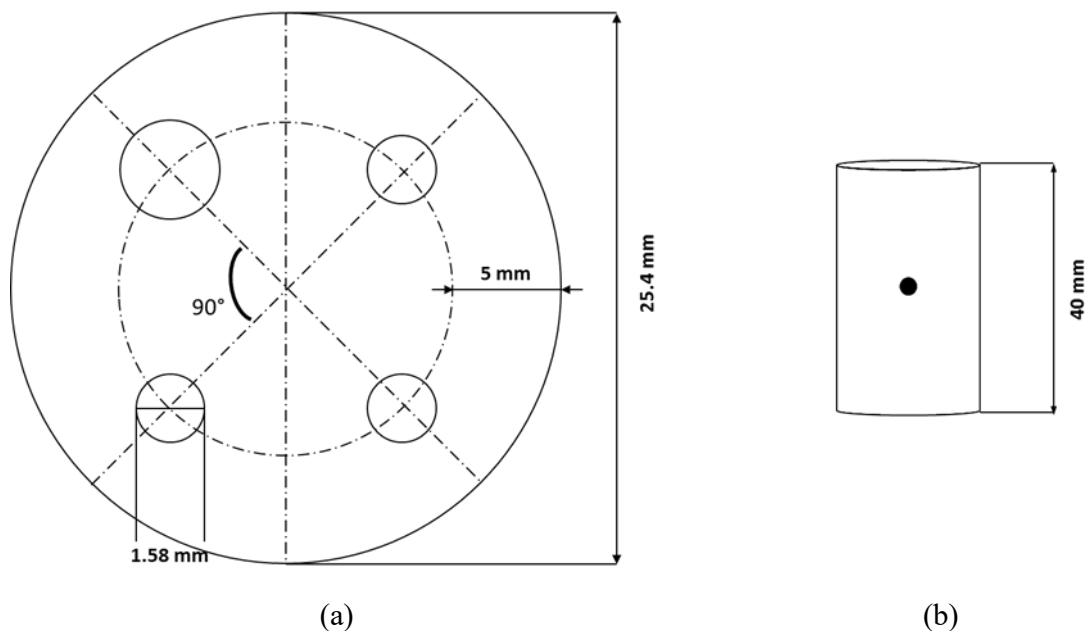
[129] T. S. Prasanna-Kumar, B. Raghunatha Rao y V. Choudhury, “Mathematical Modeling of Heat Transfer Coefficients during Quenching Heat Treatment”, *International Heat Treat 2004*, American Society of Metals, Chennai, Jan 2004.

## Apéndice A Comparación de los termopares contra un estándar *RTD*

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 [64].

### - 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.

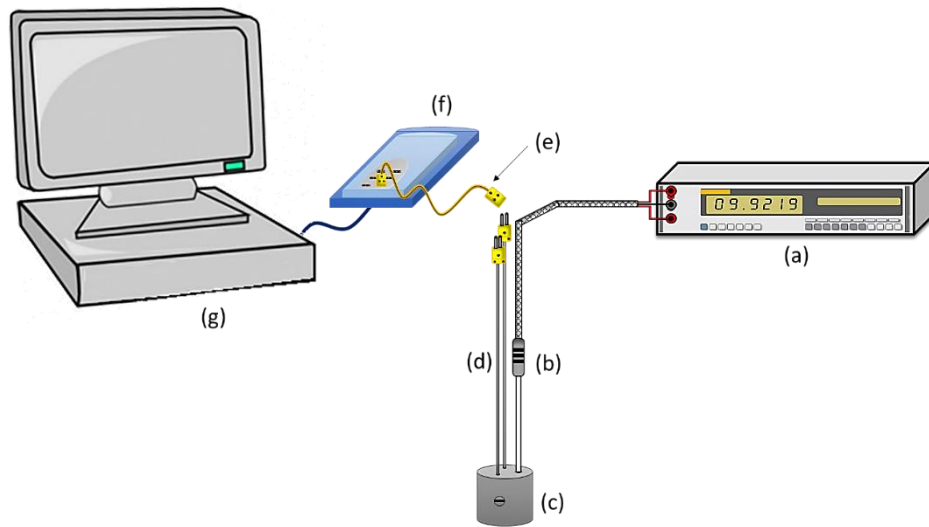


**Figura A1.** Esquema de la probeta cilíndrica: (a) vista superior de la distribución de todos los barrenos para termopares, (b) vista lateral de los barrenos para colocar los puntos de sujeción.



## - 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

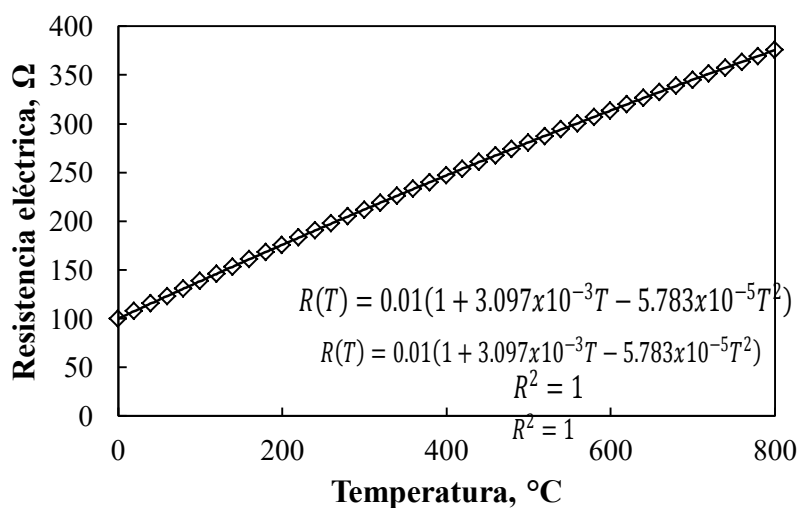
A continuación se describe el procedimiento que se siguió para la realización de cada uno de los experimentos de calibración:

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 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  $\Omega$  y 1000  $\Omega$ . 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:

*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	1.77
TC 2	1.89
TC3	1.84
TC4	2.04
TC5	1.90
TC6	1.41
TC7	1.51

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:

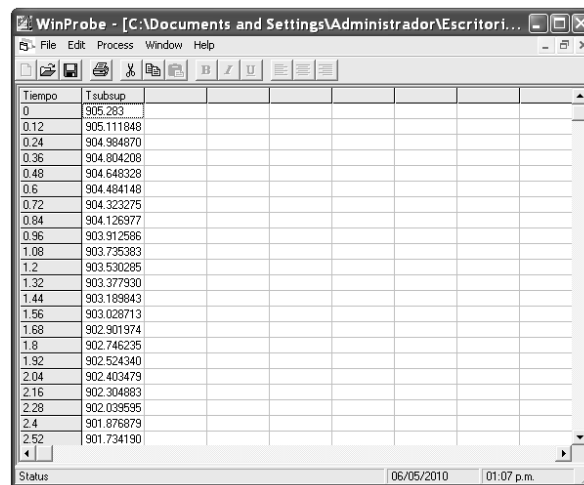
$$t_{crítica} = 2.23$$

Dado que todos los valores reportados en la Tabla 1 se encuentra 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).

## Apéndice B Estimación unidimensional del *flux* de calor con *WinProbe*

Para resolver el *IHCP* en una dimensión y así estimar el *flux* de calor en la superficie y la temperatura de la superficie, se empleó el programa *WinProbe*. A este *software* se alimenta la historia térmica del termopar de interés en formato “separado por comas” (.csv). Cada archivo .csv consta de dos columnas, donde se colocan los datos adquiridos (tiempo, temperatura); además, en la primera fila se coloca el número de datos (en la primera celda) y el número de columnas (en la segunda celda) del archivo y en la segunda fila se colocan las etiquetas “Tiempo” y “Tsubsup”, aunque podían ser otras palabras. Debe hacerse la aclaración de que las mediciones deben tener un intervalo constante.

Para emplear el programa *WinProbe* se abre el archivo .csv de interés, apareciendo una ventana como la que se muestra en la Figura B1. Enseguida, se selecciona la columna en donde se encuentren los datos de temperatura, y se escogen las pestañas en el orden siguiente: *Process* → *Heat Flux* → *IHCP Model*.

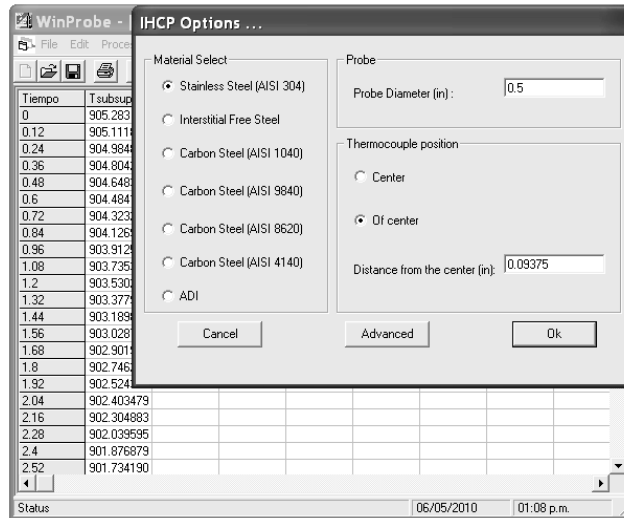


The screenshot shows the WinProbe application window. The title bar reads 'WinProbe - [C:\Documents and Settings\Administrador\Escritori...'. The menu bar includes 'File', 'Edit', 'Process', 'Window', and 'Help'. The toolbar contains various icons for file operations and editing. The main data area is a table with two columns: 'Tiempo' and 'Tsubsup'. The 'Tiempo' column contains values from 0 to 2.62 in increments of 0.12. The 'Tsubsup' column contains values ranging from 905.283 to 901.734190. The status bar at the bottom shows 'Status', '06/05/2010', and '01:07 p.m.'

Tiempo	Tsubsup
0	905.283
0.12	905.111848
0.24	904.984870
0.36	904.804208
0.48	904.648328
0.6	904.484148
0.72	904.323275
0.84	904.126977
0.96	903.912586
1.08	903.735383
1.2	903.530285
1.32	903.377930
1.44	903.189843
1.56	903.028713
1.68	902.901974
1.8	902.746235
1.92	902.524340
2.04	902.403479
2.16	902.304883
2.28	902.039595
2.4	901.876879
2.62	901.734190

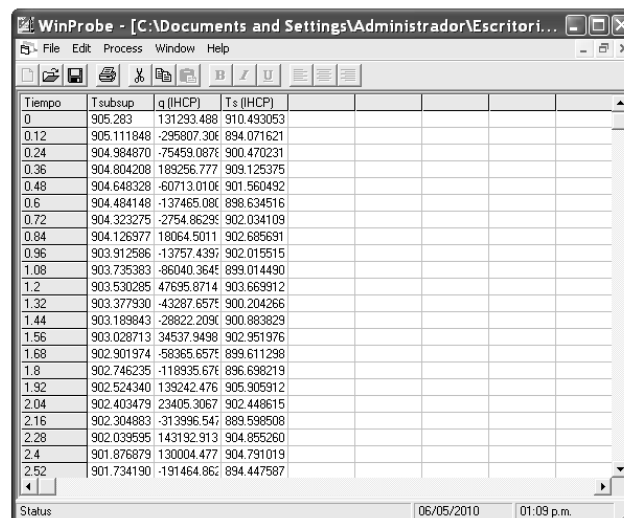
**Figura B1.** Pantalla que muestra los datos de entrada cargados en el *software WinProbe*.

Aparecerá entonces una ventana con la leyenda “*IHCP Options*” tal como se muestra en la Figura B2, donde se selecciona el material de la probeta, el diámetro de la probeta (en pulgadas) y la posición radial del termopar con respecto al centro de la probeta (en pulgadas).



**Figura B2** Pantalla que muestra el panel de datos para especificar: el material de la probeta, el diámetro de la probeta y la posición radial del termopar, para resolver el *IHCP*.

En la pestaña “Advanced” se definen los parámetros  $r$  (número de tiempos futuros) y  $n$  (número de nodos entre la superficie y la posición del termopar). Finalmente se selecciona el botón “Ok” y el programa realiza la estimación. Los resultados (ver Figura B3) son los valores estimados de: 1) el *flux* de calor de la superficie “ $q$ ” y 2) la temperatura de la superficie “ $T_s$ ”. Los resultados se graban en un archivo en formato .csv, para su posterior manipulación.



**Figura B3** Pantalla que muestra la solución al *IHCP*: 1) *flux* de calor en la superficie (tercera columna) y temperatura de la superficie (cuarta columna).