



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO**

---

---

**FACULTAD DE QUÍMICA**

**CARACTERIZACIÓN DE LA  
EXTRACCIÓN DE CALOR  
DE BAÑOS DE SALES FUNDIDAS**

**T E S I S**

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:  
INGENIERA QUÍMICA METALÚRGICA**

**P R E S E N T A :**

**LAURA TORRES ARIAS**



México, DF.

2008



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**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:** Profesor: BERNARDO FABIAN CAMPILLO ILLANES  
**VOCAL:** Profesor: JOSE BERNARDO HERNANDEZ MORALES  
**SECRETARIO:** Profesor: JOSE ANTONIO BARRERA GODINEZ  
**1er. SUPLENTE:** Profesor: ARTURO ALEJANDRO SANCHEZ SANTIAGO  
**2do.SUPLENTE:** Profesor: BALBINA OJEDA RAMIREZ

**SITIO EN EL QUE SE DESARROLLO EL TEMA:**

Facultad de Química, Edificio "D", LAB. 008  
U.N.A.M.

**ASESOR DEL TEMA:**

---

DR. JOSÉ BERNARDO HERNÁNDEZ MORALES

**SUSTENTANTE:**

---

LAURA TORRES ARIAS

## AGRADECIMIENTOS

Se agradece el apoyo del Macroproyecto Tecnologías para la Universidad de la Información y la Computación a través del Proyecto MTUIC-19 “Modelación matemática y computacional para la manufactura de componentes ingenieriles” para el desarrollo del código **QUENCH**.

### A MIS PADRES:

Zenaida Arias Martínez: Por apoyarme siempre en toda mi vida, por todo el amor que me das, por enseñarme tantas cosas y por ser mi mejor amiga.

Manuel R Torres Valdivia: Por todo tu amor, apoyo y valentía. Por ser mi héroe durante toda mi vida.

### A MIS HERMANOS:

Claudia, Verónica: Por todas las experiencias que hemos vivido juntas, por todo su apoyo, y por el amor que me dan.

Gabriel y Paúl: Por su apoyo.

### A MIS SOBRINOS:

Melina y Alán: Por el amor, las risas y por el apoyo que me brindaron a pesar de su corta edad.

Nahomí, Danae y Leonardo: A los pequeñitos, por el amor que compartimos.

#### A INGENIERÍA & EXPERTISE:

Ing. Maximino Hernández Veloz: Por el apoyo e impulso que me brinda para realizar metas importantes en mi vida, la confianza y por enseñarme a obtener un buen desarrollo profesional.

Q. Alicia Sánchez Chávez: Por todo el apoyo que me ha brindado, la confianza y seguridad que me ha enseñado, por los sabios consejos y por darme la oportunidad de formar parte de Expertise.

#### A LA FAMILIA ARIAS GARCÍA:

Roberto e Irene: Por el apoyo y el cariño que me han brindando durante toda la vida.

Mario y Nancy: Por ser mis primos favoritos.

#### A LA FAMILIA ARIAS CORTÉS:

Ignacio y Lupita: Por el cariño que me han brindando y por las experiencias que hemos vivido juntos.

Omar y Beatriz: Por el cariño y confianza a pesar de la distancia.

#### AL DR. BERNARDO HERNANDEZ MORALES:

Por todo el tiempo apoyo y dedicación que me brindó para realizar una meta más en mi vida, gracias por enseñarme tantas cosas.

**AL DR. JOSE ANTONIO BARRERA GÓDINEZ:**

Por el tiempo, apoyo y enseñanzas durante mi estancia en la facultad, en especial por la gran amistad que me brindó y por las sabias pláticas que suele compartir conmigo.

**AL DR JORGE SERGIO TÉLLEZ MARTÍNEZ:**

Por todo tu apoyo y ayuda durante la realización de este trabajo, pero sobre todo por la amistad y los buenos momentos que compartimos.

**A TODOS MIS PROFESORES:**

Por todo lo que aprendí de ustedes.

**A MIS AMIGOS DE LA FACULTAD:**

Benjamín Beltrán, Héctor Vergara, Lucero Valencia, Octavio Vázquez, César Álamo, Emerson Núñez, Daniel Zúñiga, Saúl Arellano, Israel Orta, Juan Ramón, Leonardo Luna, Javier Martínez, José Antonio Maya, Walter Medrano, Ajax, Sergio Ramírez, José Luis Saucedo, Yanet Zamora, Juan Manuel, Guadalupe Villegas.

**A MIS AMIGOS:**

Karina Montés, Alfredo Sánchez, Olivia Guerrero, Yolanda Rosas, María Esther Maldonado, Benjamín Beltrán, Jorge Téllez, Lucero Valencia, Idolina Vilchis, Dalia Julio, Ángel Aguilar, Olivia Luna, Juan Cruz, Daniel Hernández, Lilitiana, Salvador Jiménez.

# Índice

INTRODUCCIÓN.....	12
RESUMEN. ....	12
Capítulo 1. Antecedentes .....	14
1.1.- Tratamientos térmicos de aceros .....	14
1.2.- Tratamientos isotérmicos.....	18
1.3. Baños de sales fundidas para tratamientos térmicos .....	20
1.4. Modelación matemática y simulación computacional .....	24
1.5 Solución del problema inverso de conducción de calor.....	26
Capítulo 2. Metodología .....	30
2.1. Construcción del sistema .....	30
2.2 Procedimiento experimental .....	34
2.3 Procesamiento de resultados experimentales .....	36
Capítulo 3. Resultados y discusión .....	39
3.1 Reproducibilidad de datos experimentales .....	39
3.2. Forma general de las curvas de enfriamiento .....	40
3.3. Filtrado de datos.....	42
3.4. Efecto de la temperatura del baño de sales fundidas .....	43
3.5. Efecto de la temperatura inicial.....	45
3.6. Densidad de flujo de calor.....	46
3.7. Verificación del IHCP .....	52
3.8. Regresión no lineal.....	61
3.9. Validación de la metodología .....	79
Capítulo 4. Conclusiones .....	81
Bibliografía.....	83

## Índice de figuras

Figura 1.1. Etapas de tratamiento térmico .....	14
Figura 1.2. Diagrama de transformación (TTT, temperatura, tiempo, transformación) para un acero con 0.4%C [1].....	16
Figura 1.3. Diagrama de transformación (TTT, temperatura, tiempo, transformación) para un acero en el cual se muestran las curvas del enfriamiento en un temple en aceite y de un martempering [2].....	18
Figura 1.4. Diagrama TTT para un acero al cual se le han sobrepuesto curvas de enfriamiento (para el centro y la superficie) para el austempering [2].....	19
Figura 1.5. Diagrama ternario para $\text{NaNO}_3\text{-NaNO}_2\text{-KNO}_3\text{-KNO}_2$ en los cuales se muestra la dependencia del punto de fusión con la composición de la mezcla de sales.....	22
Figura 1.6. Representación esquemática del IHCP en 1D para un cilindro sólido durante el enfriamiento.....	25
Figura 2.1. Horno para el baño de sales fundidas.....	31
Figura 2.2 Dispositivo para sumergir la probeta en el baño de sales.	32
Figura 2.3 Esquema de la probeta de acero inoxidable. ....	33
Figura 2.4. Esquema del dado para sujetar la probeta a la lanza.....	33
Figura 2.5. Fotografía del equipo experimental para el estudio térmico: 1) horno para el baño de sales, 2) dispositivo para trasladar a la probeta, 3) horno eléctrico para el calentamiento de la probeta, 4) probeta, 5) sistema de adquisición de datos. ....	34
Figura 3.1 Curvas de enfriamiento para parejas independientes de enfriamientos en el baño de sales fundidas desde 900°C hasta 350°C, 450°C y 550°C. ....	40



Figura 3.2 Forma general de las curvas de enfriamiento para un experimento desde 1000°C hasta 450°C. La zona I corresponde al tiempo que la probeta aún está en el horno, la zona II comprende el traslado y la zona III se asocia con el enfriamiento en el baño de sales. .... 41

Figura 3.3 Ejemplo de respuesta térmica experimental (antes y después del filtrado de los datos) para el enfriamiento desde 1000°C hasta 450°C. .... 43

Figura 3.4. Efecto de la temperatura del baño de sales fundidas sobre la respuesta térmica para enfriamientos desde una temperatura inicial de 800°C en baños de sales fundidas mantenidos a 350°C, 450°C y 550°C. .... 44

Figura 3.5. Efecto de la temperatura inicial para los enfriamientos de 800°C, 900°C y 1000°C hasta la temperatura del baño de sales 450°C. .... 45

Figura 3.6. Flux de calor vs.  $T_{\text{superficie}}$  para el enfriamiento desde 800°C hasta 350°C y varios valores del parámetro  $r$ . .... 47

Figura 3.7. Flux de calor vs.  $T_{\text{superficie}}$  para los enfriamientos desde 800°C, hasta 350°C, 450°C y 550°C, con  $r = 4$ . .... 49

Figura 3.8. Flux de calor vs.  $T_{\text{superficie}}$  para los enfriamiento desde 900°C, hasta 350°C, 450°C y 550°C, con  $r = 4$ . .... 50

Figura 3.9. Flux de calor vs.  $T_{\text{superficie}}$  para los enfriamiento desde 1000°C, hasta 450°C y 550°C, con  $r = 4$ . .... 51

Figura 3.10. Curva de enfriamiento obtenida con **Quench** para un experimento desde 800°C hasta 550°C: experimental (puntos) y calculada (línea). .... 54

Figura 3.11. Curva de enfriamiento para un experimento de prueba, mostrando la distorsión que causa en las mediciones el abrir y cerrar el *switch* del horno del baño de sales fundidas. .... 56

Figura 3.12 Modelo mallado para la solución del problema directo de conducción de calor generado en el paquete comercial <b>Abaqus/CAE</b> . .....	60
Figura 3.13. Curva de enfriamiento para un experimento desde 800°C hasta 550°C: experimental (línea) y calculada con Abaqus (puntos).	61
Figura 3.14. Flux de calor vs. $T_{\text{superficie}}$ adimensional para los enfriamientos desde 900°C hasta 350°C, 450°C y 550°C, con $r = 4$ .	63
Figura 3.15. Representación esquemática de los parámetros de la ecuación de Weibull.....	65
Figura 3.16. Flux de calor vs. $T_{\text{superficie}}$ adimensional para los enfriamientos desde 800°C hasta 350°C, 450°C y 550°C, con $r = 4$ : experimental (puntos), regresión con la ecuación de Weibull (líneas). .....	67
Figura 3.17. Flux de calor vs. $T_{\text{superficie}}$ adimensional para los enfriamientos desde 900°C hasta 350°C, 450°C y 550°C, con $r = 4$ : experimental (puntos), regresión con la ecuación de Weibull (líneas). .....	68
Figura 3.18. Flux de calor vs. $T_{\text{superficie}}$ adimensional para los enfriamientos desde 1000°C hasta 350°C, 450°C y 550°C, con $r = 4$ : experimental (puntos), regresión con la ecuación de Weibull (líneas). .....	69
Figura 3.19. Parámetro "a" (valor máximo de la curva de flux de calor) como función de la temperatura del baño de sales fundidas para una temperatura inicial de 800°C. La línea representa una regresión obtenida a partir de los valores mostrados.....	72
Figura 3.20. Parámetro "b" (rango de valores en el eje de la temperatura de superficie en la curva) como función de la temperatura del baño de sales fundidas para una temperatura inicial de 800°C. La	

línea representa una regresión obtenida a partir de los valores mostrados..... 74

Figura 3.21. Flux de calor como función de la temperatura de la superficie (adimensionalizada): a) experimental, b) regresión de Weibull tal como se describe en el texto y c) regresión de Weibull fijando el valor de  $b$  igual a 1.0, para el enfriamiento desde 800 °C en un baño de sales fundidas a 350°C..... 75

Figura 3.22. Parámetro “ $c$ ” (pendiente a partir de  $X_0$ ) como función de la temperatura del baño de sales fundidas para los enfriamientos desde 800 °C. La curva representa una regresión obtenida a partir de los valores mostrados..... 77

Figura 3.23. Parámetro “ $x_0$ ” (posición del punto máximo) como función de la temperatura del baño de sales fundidas para los enfriamientos desde 800 °C. La línea representa una regresión obtenida a partir de los valores mostrados..... 78

Figura 3.24. Flux de calor vs.  $T_{\text{superficie}}$  para enfriamiento desde 900°C hasta 350°C, 400°C y 450°C, con  $r = 4$ : a) experimental (puntos), b) predicha a partir de las ecuaciones de regresión de los parámetros de la ecuación de Weibull (línea). ..... 80

## Índice de tablas

Tabla 2.1 Condiciones de operación para los enfriamientos. ....	35
Tabla 3.1 Valores máximos de flux de calor ( $W/m^2$ ) obtenidos con $r = 4$ . ....	52
Tabla 3.2 Diferencia en los valores máximos de flux de calor para los enfriamientos a partir de $800^{\circ}C$ obtenidos con $r = 4$ . ....	66
Tabla 3.3 Diferencia en los valores máximos de flux de calor para los enfriamientos a partir de $900^{\circ}C$ obtenidos con $r = 4$ . ....	66
Tabla 3.4 Diferencia en los valores máximos de flux de calor para los enfriamientos a partir de $1000^{\circ}C$ obtenidos con $r = 4$ . ....	67
Tabla 3.5 Parámetros de la ecuación de Weibull para enfriamientos desde $800^{\circ}C$ .....	70
Tabla 3.6 Parámetros de la ecuación de Weibull para enfriamientos desde $900^{\circ}C$ .....	70
Tabla 3.7 Parámetros de la ecuación de Weibull para enfriamientos desde $1000^{\circ}C$ . ....	71
Tabla 3.8 Valores obtenidos del parámetro $X_0$ . ....	78
Tabla 3.9 Valores de los parámetros para un enfriamiento desde 900 hasta $400^{\circ}C$ , calculados a partir de las ecuaciones de regresión. ....	79

# INTRODUCCIÓN

En los tratamientos térmicos de componentes metálicos, la energía se remueve de la superficie de la pieza por convección y/o radiación. En algunos casos, los coeficientes de transferencia térmica no se conocen de antemano, y en otros, es deseable controlar sus valores con el objetivo de hacer que la pieza bajo tratamiento experimente una evolución térmica específica. Es posible resolver el problema inverso de conducción de calor y estimar, los coeficientes de transferencia térmica, o bien la densidad del flujo de calor y esto se hace a partir de medir experimentalmente algunas de las historias térmicas de la pieza.

## RESUMEN.

En el presente trabajo se busca caracterizar la extracción de calor a partir de la probeta estandarizada usando baños de sales fundidas bajo condiciones típicas de procesos industriales, para lo que se realizó lo siguiente:

- Se diseño y construyó un dispositivo experimental para realizar los enfriamientos en baños de sales fundidas con sal de tipo DRAW LM 280.
- Se obtuvo la respuesta térmica experimental usando una probeta cilíndrica de acero inoxidable AISI 304, (de 12.7 mm (0,5") de diámetro y 63.5 mm (2.5") de longitud) calentada en un horno eléctrico y enfriada en un baño de sales fundidas para diferentes condiciones de operación.

- Se estimó la condición de frontera de transferencia de calor en la superficie activa de la probeta, mediante la solución del problema inverso de conducción de calor (IHCP, inverse heat conduction problem) para las diferentes condiciones de operación; esto se realizó utilizando el programa **WinProbe**. Así el flux de calor en la frontera se pudo conocer como una función de la temperatura de la frontera en forma tabular.
- Se verificaron las condiciones de frontera de la transferencia de calor estimadas por el IHCP mediante la solución del problema directo de conducción de calor (DHCP, direct heat conduction problem) por sus siglas en inglés para las diferentes condiciones de operación con el programa **Quench**.

De esta manera se produjeron conjuntos de datos de flux de calor vs. temperatura de la superficie de la probeta. Posteriormente se aplicó una regresión no lineal a estos datos mediante la paquetería de regresión no lineal de **SigmaPlot v.10.0** para así poder estimar valores de flux de calor para distintas condiciones de enfriamiento (dentro del rango de experimentación) en baños de sales fundidas con sal del tipo *DRAW LM 280*.

## Capítulo 1. Antecedentes

### 1.1.- Tratamientos térmicos de aceros

El tratamiento térmico es uno de los pasos fundamentales para alcanzar las propiedades mecánicas requeridas en un acero para una aplicación específica. 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, y que ocurren durante el proceso de calentamiento y enfriamiento de las piezas. Un tratamiento térmico puede consistir de varios ciclos y en ellos se tienen las 3 etapas que se muestran en la figura 1.1.

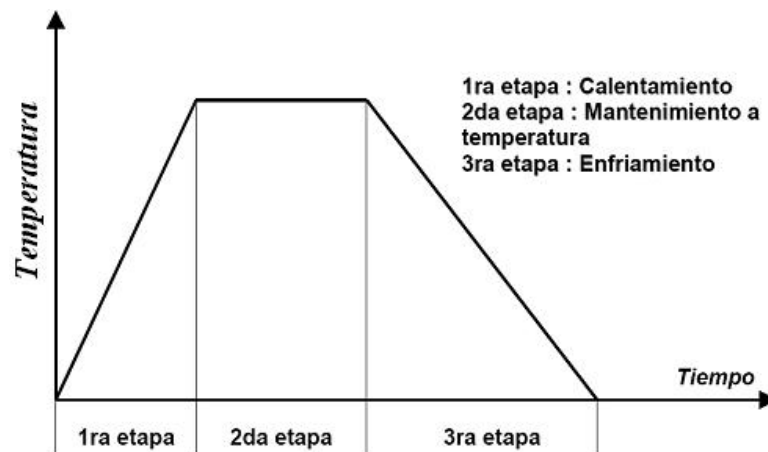


Figura 1.1. Etapas de tratamiento térmico

Se denomina curva TTT al diagrama que relaciona el tiempo y la temperatura requeridos para una transformación isotérmica. Así por ejemplo, en el caso del acero, y más específicamente en el de la austenita, que es inestable debajo de la temperatura crítica, se necesita saber cuánto tiempo requerirá para empezar a transformarse a una

## *ANTECEDENTES.*

temperatura subcrítica específica, cuánto tiempo precisará para estar completamente transformada y cuál será la naturaleza del producto de esta transformación [1].

En la Figura 1.2 se muestra el diagrama TTT para un acero al carbono con 0,4% de C. De acuerdo a este diagrama es posible formar ferrita, bainita o martensita utilizando un tratamiento isotérmico. Debajo de 550°C la curva de inicio de formación de la ferrita se confunde con el inicio de la transformación bainítica, además a estas temperaturas no se produce ferrita proeutectoide, sino que solamente bainita.

Como la ferrita, la perlita y la bainita superior nuclean en los bordes de grano de la austenita, el número de núcleos de estos constituyentes que se forman por segundo en una muestra es proporcional al tamaño de grano previo. Así, en un acero de grano fino a una temperatura dada y para una fracción cualquiera de austenita la transformación tomará menos tiempo que en un acero de grano grueso. De este modo, un tamaño de grano más fino desplazará las curvas TTT hacia la izquierda, es decir, hacia tiempos de transformación menores.

Se debe notar, de la Figura 1.2, el corto tiempo que transcurre antes de comenzar la transformación a ferrita o bainita, lo que se deduce de la cercanía de la nariz de la curva con la ordenada. Por lo tanto, si se desea obtener 100% de martensita es necesario enfriar muy rápido hasta debajo de 250°C, lo que no es posible en piezas gruesas.[1]



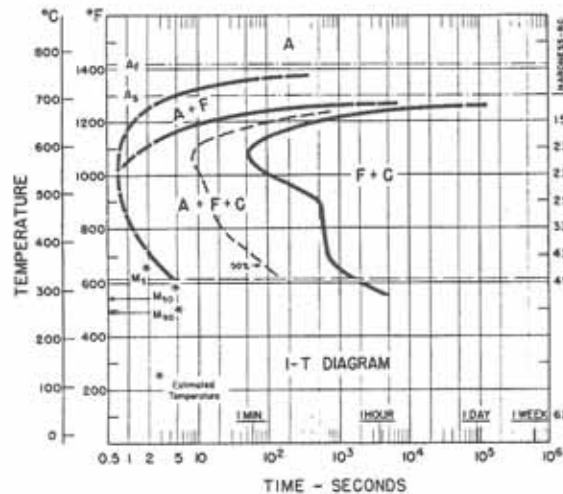


Figura 1.2. Diagrama de transformación (TTT, temperatura, tiempo, transformación) para un acero con 0.4%C [1].

Los tratamientos térmicos comúnmente aplicados para aceros son los siguientes:

- *Temple*. 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, baños de sales fundidas, etc.
- *Revenido*. Es un tratamiento habitual para las piezas que han sido previamente templadas. El revenido consigue disminuir la dureza y resistencia de los aceros templados, además de que se eliminan las tensiones creadas en el temple y se mejora la tenacidad, dejando al acero con la dureza o resistencia

## *ANTECEDENTES.*

deseadas. Se distingue del temple en cuanto a temperatura máxima y velocidad de enfriamiento.

- *Recocido.* Consiste en un calentamiento hasta la temperatura de austenización seguido de un enfriamiento lento (en un horno). Con este tratamiento se logra aumentar la elasticidad, mientras que se disminuye la dureza. También facilita el maquinado de las piezas al homogeneizar la estructura, afinar el grano y ablandar el material, eliminando la acritud que produce el trabajo en frío y las tensiones internas.

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.

## 1.2.- 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 constante y mantener la pieza en el medio durante un periodo de tiempo para conseguir una transformación isotérmica.

Algunos de los tratamientos isotérmicos más comunes:

- 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 1.3 y posteriormente un enfriamiento hasta temperatura ambiente. Este proceso se aplica para minimizar los gradientes térmicos y así evitar posibles grietas.

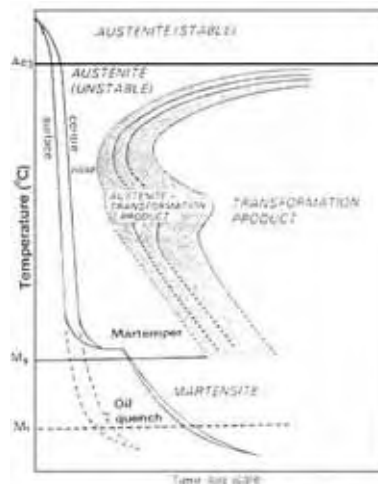


Figura 1.3. Diagrama de transformación (TTT, temperatura, tiempo, transformación) para un acero en el cual se muestran las curvas del enfriamiento en un temple en aceite y de un martempering [2].

## ANTECEDENTES.

- Austempering: Se lleva a cabo mediante un enfriamiento rápido a una temperatura ligeramente por encima de  $M_s$ , como se muestra en la figura 1.4, 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 austempering se lleve a cabo en aceites especialmente formulados para el uso a temperaturas relativamente altas, sin embargo, las sales fundidas y los metales se suelen utilizar tanto para realizar los procesos de martempering como el austempering.

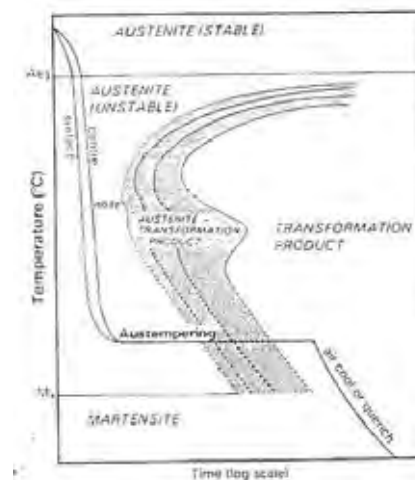


Figura 1.4. Diagrama TTT para un acero al cual se le han sobrepuesto curvas de enfriamiento (para el centro y la superficie) para el austempering [2].

La sal fundida es un medio de enfriamiento frecuentemente utilizado para tratamientos isotérmicos a altas temperaturas, Algunas ventajas del uso de sales fundidas para un enfriamiento son:

## *ANTECEDENTES.*

- Reducir al mínimo la velocidad de expansión, distorsión y agrietamiento de los aceros
- Reducir el riesgo al agrietamiento del acero durante la formación de la martensita.
- Facilitar la formación de productos de transformación a altas temperaturas (ejemplo: bainita, ferrita, etc).[2]
- Disminución de evolución de gases.

### ***1.3. Baños de sales fundidas para tratamientos térmicos***

El uso en la industria de los baños de sales fundidas para el tratamiento térmico de metales es un proceso importante con una serie de ventajas únicas. Dependiendo de la naturaleza de la sal utilizada, el baño puede ser simplemente un medio de transferencia de calor (por ejemplo, tratamientos de temple con nitrato, austenización en baños de cloro) o sistemas de procesos químicos a altas temperaturas como tratamiento con sales de cianuro, en donde las reacciones que ocurren dentro del baño y en la superficie del metal da como resultado cambios estructurales para mejorar la dureza superficial y la resistencia al desgaste.

Existen diferentes tipos de baños de sales:

- Baños fundidos que contienen nitratos y/o nitritos alcalinos, que se utilizan con frecuencia en un rango de 160°C a 550°C, y son

## *ANTECEDENTES.*

aplicados comúnmente en austempering, martempering, en los temple de aceros al carbono y aceros aleados y en tratamientos térmicos de aleaciones de aluminio. También han encontrado aplicación en la vulcanización de caucho y en la fabricación de fibras sintéticas. Los nitratos se descomponen con liberación de oxígeno, y esta reacción puede ocurrir con extrema explosiones muy violentas.

- Baños de cianuro, los cuales son utilizados para la producción de una superficie dura para piezas sujetas a desgaste. La composición de estos baños y su temperatura de operación son los dos factores primordiales que determinan la profundidad y la naturaleza de la capa carbonitrurada.
- Baños de sales que contienen cloruro, que se utilizan en diversos procesos de temple o como enjuague neutralizador para eliminar el cianuro o el nitrato adherido a altas temperaturas [3].

La mayoría de las sales para temple, están conformadas por una mezcla binaria o ternaria de sales, como pueden ser, por ejemplo, nitrato de potasio ( $\text{KNO}_3$ ), nitrato de sodio ( $\text{NaNO}_3$ ) y nitrito de sodio ( $\text{NaNO}_2$ ). La temperatura mínima para realizar enfriamientos con baños de sales fundidas depende del punto de fusión de la mezcla de sales.

El diagrama de fases mostrado en la figura 1.5 muestra la dependencia del punto de fusión de la mezcla de sal con la composición de la mezcla. En este ejemplo es posible tener a la mezcla

## ANTECEDENTES.

de sales en estado fundido desde una temperatura de 141°C hasta 260°C.



Figura 1.5. Diagrama ternario para NaNO<sub>3</sub>-NaNO<sub>2</sub>-KNO<sub>3</sub>-KNO<sub>2</sub> en los cuales se muestra la dependencia del punto de fusión con la composición de la mezcla de sales.

Como en la mayoría de los tratamientos térmicos, la agitación es una variable que impacta significativamente a la capacidad de extracción de calor de los baños de sales fundidas y la cual depende de viscosidad. La composición de sal también puede afectar a la viscosidad del medio, lo que a su vez afecta a las rapidezces de enfriamiento [2].

Algunos ejemplos de aplicación de los baños de sales fundidas en el procesamiento de materiales metálicos son:

## *ANTECEDENTES.*

Austempering en dos etapas de un hierro dúctil el cual consiste en calentar las probetas a 900°C por 1hr e inicialmente enfriarlas a 285°C en un baño de sales durante 10 minutos; posteriormente se eleva la temperatura del horno del baño de sales a 340°C y a 270°C durante diferentes tiempos. Como resultado de este ciclo térmico se obtuvo una adecuada modificación de la microestructura con lo cual se mejoraron las propiedades mecánicas [4]

Utilizando muestras de un tren de laminación en caliente para acero se realizó un austempering en un baño de sales con lo cual se obtuvieron excelentes propiedades mecánicas. Mediante el análisis de las microestructuras obtenidas se encontró que se tuvo como resultado de las transformaciones: ferrita poligonal, bainita granular, y una cantidad significativa de austenita retenida [5]

Nitrocarburoización de un acero inoxidable martensítico 316L en un baño de sales, seguido del proceso de post-oxidación conocido como QPQ (quench-polish-quench). Con esta combinación de procesos se consiguió aumentar la dureza en la superficie de las piezas. Mediante un análisis metalográfico de zonas cercanas a la superficie se determinó que esto fue resultado de la acumulación de núcleos de  $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>N<sub>1-x</sub> en la frontera entre la capa de óxido y la capa de compuestos de nitruro formado a partir de la post-oxidación [6]



#### ***1.4. Modelación matemática y simulación computacional***

En la actualidad los modelos computacionales para la predicción de curvas de enfriamiento en procesos de tratamiento térmico se emplean para simular los complejos fenómenos de transferencia de calor, considerando también las transformaciones de fase que ocurren en estos procesos. Estas simulaciones permiten controlar las distribuciones espaciales de las propiedades físicas de la pieza tratada, tales como la dureza y la tenacidad, en términos de los parámetros del proceso, convirtiéndose en el primer paso para el cálculo de los esfuerzos residuales en la pieza y la eventual distorsión de la misma.

Los parámetros de mayor relevancia para una correcta simulación del temple y, generalmente, menos conocidos, son los coeficientes de transferencia de calor entre la superficie de la pieza y el medio de temple, los cuales dependen fuertemente de la temperatura de la superficie. Estos son muy difíciles de medir en forma directa, no así la temperatura de la pieza en función del tiempo, la cual suele medirse así, se ve que el determinar, estimar ó medir estos coeficientes es crucial para controlar adecuadamente un tratamiento de temple mediante termopares en diferentes puntos.

El problema matemático de determinar estos coeficientes dependientes del tiempo a partir de las evoluciones temporales de la temperatura en algunos puntos del material, es lo que se denomina un problema inverso de conducción de calor (IHCP, por sus siglas en inglés) [4]. Una vez que estos coeficientes, se conocen entonces el problema directo de conducción de calor se puede resolver, obteniéndose así la distribución de temperaturas en todo el dominio de

## ANTECEDENTES.

la pieza y en función del tiempo en el que dura el proceso. A partir de la misma, pueden determinarse las tensiones térmicas, y la distorsión del material [7].

Uno de los métodos más conocidos para resolver el IHCP no lineal es el método secuencial de especificación de la función de Beck et al. [8]. Este método ha sido programado en el software **WinProbe** [9] y estima las condiciones de frontera térmica de la siguiente manera:

En la figura 1.6 se muestra, esquemáticamente, la formulación del IHCP considerando que el enfriamiento se lleva a cabo en una dirección y que se tiene un cilindro sólido de radio ( $R$ ) el cual se encuentra inicialmente a una temperatura inicial ( $T_0$ ). Conforme pasa el tiempo ( $t$ ), cuando  $t > 0$ , no se conoce el valor del flux de calor ( $q(t)$ ) en  $r = R$ , mientras que en la frontera donde  $r = 0$ , se tiene simetría con respecto al campo térmico. Con el fin de estimar la función  $q(t)$  se toman las mediciones de temperatura en cada posición  $r_1$ .

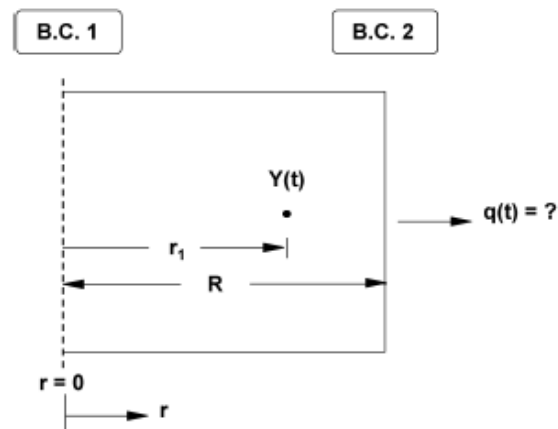


Figura 1.6. Representación esquemática del IHCP en 1D para un cilindro sólido durante el enfriamiento.

Como se mencionó, la implementación actual de la solución del IHCP se basa en la aplicación de una función secuencial específica (SFS), técnica desarrollada por Beck et al.[8].

El algoritmo SFS pertenece a un grupo de los métodos matemáticos desarrollados para hacer frente a los errores comunes que se tienen en la solución del IHCP y se presenta brevemente a continuación:

En el algoritmo SFS se desconoce el flujo de calor en la superficie, por lo tanto es estimado a partir de mediciones de temperatura, considerando información experimental de varios pasos hacia adelante. Para cada cálculo se supone que los valores para el flujo de calor hasta los componentes (M - 1) en pasos de tiempo por delante del componente actual son constantes.

### ***1.5 Solución del problema inverso de conducción de calor***

Para estimar el flujo de calor desconocido en la superficie al tiempo  $t_M$ , se utiliza la siguiente función de mínimos cuadrados:

$$S = \sum_{i=1}^r \sum_{j=1}^n \left( Y_j^{M+i-1} - T_j^{M+i-1} \right)^2 \quad (1.1)$$

Donde:  $Y_j^{M+i-1}$  es la temperatura medida a la j-esimo lectura al tiempo  $t^{M+i-1}$ , la temperatura calculada es  $T_j^{M+i-1}$  y n es el número de

## ANTECEDENTES.

pasos futuros tomados de las mediciones experimentales para estimar  $q_M$ . Considerando que se tiene solo un temopar ( $n=1$ ) la ecuación 1.1 puede ser escrita:

$$S = \sum_{i=1}^r (Y^{M+i-1} - T^{M+i-1})^2 \quad (1.2)$$

La temperatura futura en la lectura  $T^{M+i-1}$  es calculada a partir de una serie de expansión de Taylor para  $q^{M-1}$ . Sustituyendo el resultado en la ecuación 1.2 con respecto a  $q^M$  se puede obtener la solución para el flujo de calor desconocido al tiempo  $t_M$ .

$$q^M = q^{M-1} \frac{1}{\Delta_M} \sum_{i=1}^r (Y^{M+i-1} - T^{*M+i-1}) X^{*M+i-1} \quad (1.3)$$

Donde:

$$\Delta_M = \sum_{i=1}^r (X_j^{*M+i-1})^2 \quad (1.4)$$

$$X^{M+i-1} = \frac{\partial T^{M+i-1}}{\partial q^M} \quad (1.5)$$

EL valor  $X^{M+i-1}$  es llamado coeficiente de sensibilidad el cual es calculado como la primera derivada de la variable dependiente  $T^{M+i-1}$  con respecto al parámetro desconocido  $q^M$  y puede ser utilizado para determinar la sensibilidad de los errores de medición para los valores

## ANTECEDENTES.

estimados. Además, como los coeficientes de sensibilidad no son funciones de  $q^M$  entonces el IHCP se vuelve una función lineal.

En las ecuaciones (1.3) y (1.4) el asterisco indica que se realizan los cálculos para  $T^M, T^{M+1}, \dots, T^{M+n-1}$  así como  $X^M, X^{M+1}, \dots, X^{M+n-1}$  con las propiedades térmicas y de flujo de superficie para el tiempo  $t^{M-1}$ .

Con esta aproximación al problema se ha linealizado y la ecuación (1.3) quedó en forma explícita con respecto a  $q^M$ . Por lo tanto, no son necesarios los procedimientos iterativos [5].

El coeficiente de transferencia de calor puede ser calculado a partir de los valores estimados de flujo de calor  $q^M$  a la temperatura de la superficie y con la temperatura del medio utilizando la expresión [9]:

$$h^M = \frac{q^M}{(T_f - T_s^M)} \quad (1.6)$$

La simulación virtual del sistema de enfriamiento el cual resuelve este tipo de problemas es **WinProbe**, el cual fue desarrollado principalmente para simular con exactitud la naturaleza compleja de los procesos de transferencia de calor que tienen lugar en la de superficie durante el enfriamiento. Está documentado para pruebas prácticas de temple y elimina los datos relacionados con errores en el sistema debidos a la colocación del termopar durante las mediciones experimentales.

## *ANTECEDENTES.*

Una de las principales ventajas de utilizar **WinProbe** es que ofrece información de los errores (diferencia entre la temperatura medida y la calculada con la condición de frontera estimada) para el análisis de la curva de enfriamiento.

## **Capítulo 2. Metodología**

En este capítulo se describe la metodología empleada en este trabajo, la que puede dividirse en tres etapas: la primera consistió en la construcción del equipo experimental para llevar a cabo el enfriamiento de la probeta dentro del baño de sales. En la segunda etapa se realizaron los experimentos de enfriamiento en baños de sales fundidas y, finalmente, en la tercera etapa se procesaron los resultados.

### ***2.1. Construcción del sistema***

Para realizar los experimentos necesarios para este trabajo se construyó un equipo experimental consistente de: 1) horno para fundir y mantener a temperatura al baño de sales; 2) horno para calentamiento de las probetas; 3) dispositivo para trasladar a la probeta del horno de calentamiento al baño de sales fundidas 4) diseño y maquinado de probetas para las pruebas. Además se diseñaron y maquinaron probetas de acero para los experimentos.

Se modificó un horno ya existente instalando una resistencia térmica en espiral dentro de la carcasa, colocando lana mineral para aislamiento térmico y realizando las conexiones eléctricas de la resistencia al sistema controlador de temperatura. Para mantener la temperatura del baño se construyó una tapa, utilizando perfil de

acero; esta tapa fue protegida por lana mineral como se muestra en la figura 2.1.



Figura 2.1. Horno para el baño de sales fundidas.

Paralelamente se construyó un crisol de acero al carbono para fundir las sales. Las dimensiones del crisol fueron: 14 cm de diámetro y 40 cm de longitud.

Para calentar las probetas a la temperatura de inicio de austenización (ver tabla 2.1) se utilizó un horno eléctrico tipo libro, el cual se controla a partir de la lectura de un termopar (tipo K) y cuenta con capacidad de calentamiento de hasta 1500°C.

También se construyó un dispositivo para trasladar a la probeta del horno de calentamiento al baño de sales fundidas. Para ello se utilizó una estructura metálica en la cual se instaló un carro de madera el cual sujetaba una lanza que a su vez servía como guía para la probeta para poder sumergirla en el baño de sales fundidas, como se muestra en la figura 2.2.



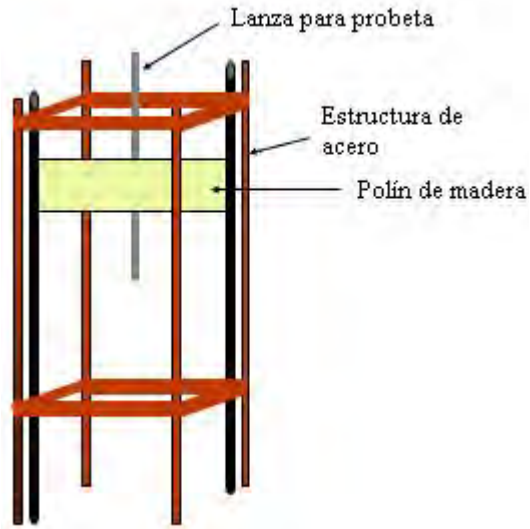


Figura 2.2 Dispositivo para sumergir la probeta en el baño de sales.

Para la caracterización de la extracción de calor del baño de sales fundidas se utilizaron probetas de acero inoxidable AISI 304 (ver figura 2.3), de 12.7 mm (0,5") de diámetro y 63.5 mm (2.5") de longitud. Las probetas se instrumentaron con dos termopares: uno en el centro geométrico y otro a 1.5mm de la superficie lateral (ambos a la mitad de la altura), con barrenos de 1/16" de diámetro. También se maquinó un dado de 1" de diámetro y 1.75" de longitud para sujetar la probeta a la lanza (figura 2.4), el cual tuvo una entrada de 0.5" para que se ajustará a la probeta.

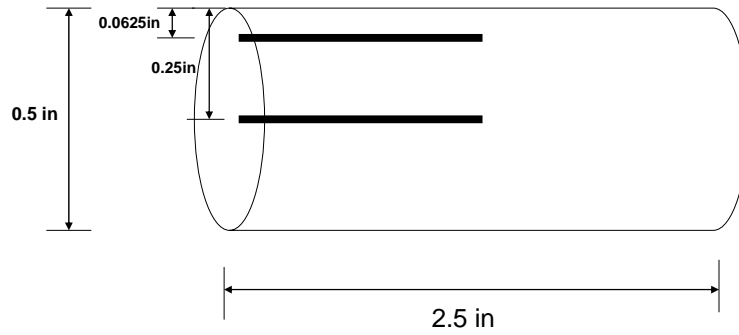


Figura 2.3 Esquema de la probeta de acero inoxidable.

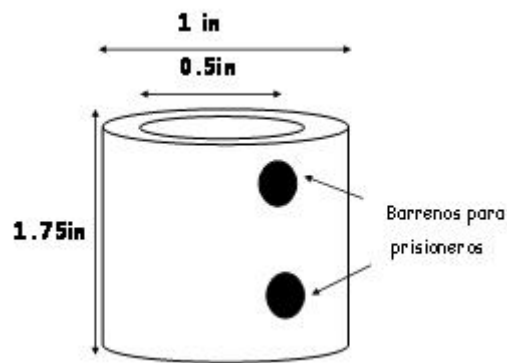


Figura 2.4. Esquema del dado para sujetar la probeta a la lanza.

Para obtener el registro de las historias térmicas se utilizó un sistema de adquisición de datos marca *IOTECH*, modelo *TempScan/1100* controlado por el programa *CHART VIEW* instalado en una computadora portátil. La respuesta térmica se registro cada 0.5s.

El equipo experimental completo se muestra en la figura 2.5.



Figura 2.5. Fotografía del equipo experimental para el estudio térmico: 1) horno para el baño de sales, 2) dispositivo para trasladar a la probeta, 3) horno eléctrico para el calentamiento de la probeta, 4) probeta, 5) sistema de adquisición de datos.

## ***2.2 Procedimiento experimental***

Dado que el objetivo de este trabajo es caracterizar la extracción de calor mediante baños de sales fundidas, se realizó una planeación de condiciones de operación (ver tabla 2.1) En especial la temperatura inicial y la final, para poder registrar las historias térmicas durante las pruebas experimentales y así obtener las curvas que describen el

comportamiento del flux de calor en función de la temperatura de superficie. En todos los casos se utilizó sal DRAW LM 280.

Tabla 2.1 Condiciones de operación para los enfriamientos.

Temperatura inicial de la probeta (°C)	Temperatura del baño de sales (°C)		
800	350	450	550
900	350	450	550
1000	350	450	550

Con estas condiciones de operación se realizaron los temples en el baño de sales fundidas de acuerdo al procedimiento siguiente:

- 1.-Se encendieron los hornos para calentar la probeta y para mantener el baño de sales fundidas según las condiciones de operación (ver tabla 2.1).
- 2.-Una vez que los hornos alcanzaron las temperaturas deseadas, se introdujo la probeta en el horno eléctrico para calentarla hasta la temperatura deseada, manteniendo todo el tiempo un registro de las temperaturas por medio de termopares conectados al adquisidor de datos y al programa Chart View, como ya se mencionó.

- 3.- Cuando la probeta tuvo la temperatura deseada, se sacó del horno y se trasladó rápidamente al baño de sales fundidas continuando con el registro de las temperaturas de los termopares durante todo el enfriamiento y hasta que se mantuvo la temperatura constante e igual a la temperatura del baño de sales.
- 4.- Entre cada experimento se limpió la probeta con agua caliente para retirar los residuos del baño de sales fundidas y evitando que el agua tuviese contacto con el baño de sales.
- 5.- Se realizaron cada uno de los experimentos por duplicado para corroborar la reproducibilidad de los resultados.

### ***2.3 Procesamiento de resultados experimentales***

Una vez que se obtuvieron las historias térmicas experimentales, éstas se alimentaron al programa **WinProbe** para generar las curvas que describen la relación entre las historias de flux de calor y de la temperatura en la superficie para cada uno de los experimentos.

El programa **WinProbe** [8] resuelve en forma numérica el problema inverso de conducción de calor, generando valores estimados de temperatura en la superficie y de flux de calor. El programa fue diseñado para resolver el IHCP en un esquema implícito de diferencias finitas para el enfriamiento unidireccional de piezas

## *METODOLOGIA.*

cilíndricas, sin incluir transformación de fase. Se pudo aplicar este programa debido a que el material utilizado para este trabajo no presenta transformaciones de fase por tratarse de un acero inoxidable austenítico.

Posteriormente, se realizó la verificación de los datos de flux de calor obtenidos mediante la solución del problema directo de conducción de calor, administrando los datos de las historias de flux de calor (flux de calor vs. tiempo) de los enfriamientos al programa ***Quench*** con lo que se obtuvieron respuestas térmicas calculadas. Luego estas respuestas se compararon con los valores obtenidos experimentalmente.

Se realizó un ajuste estadístico de mínimos cuadrados no lineal con el paquete ***SigmaPlot V. 10.0*** con la ecuación de Weibull de 4 parámetros a cada uno de los conjuntos de datos que describen el comportamiento del flux de calor en función de la temperatura de la superficie, con esta última normalizada en una escala de 0 a 1. Con base a estas regresiones se obtuvieron los cuatro parámetros de la ecuación de Weibull como función de la temperatura del baño.

Una vez que se tuvieron las funciones que describen el comportamiento de los parámetros, se utilizaron para generar una nueva curva, la cual describe el comportamiento del flux de calor vs. temperatura de superficie a condiciones intermedias al rango mencionado en la tabla 2.1 y así poder corroborar la metodología empleada.

## *METODOLOGIA.*

Para realizar la validación de los fluxes obtenidos mediante la predicción a condiciones intermedias con los parámetros de la ecuación de Weibull se realizó una comparación entre las historias térmicas calculadas con las experimentales.

## **Capítulo 3. Resultados y discusión**

En este capítulo se muestran los resultados experimentales (en forma de curvas de enfriamiento) así como los resultados del procesamiento de esos datos para estimar la condición de frontera térmica en forma de densidad de flujo (flux) de calor. Además, se presentan regresiones no lineales para describir a las curvas de evolución del flux de calor y la aplicación de estas regresiones para predecir curvas de flux de calor para condiciones distintas a las experimentales.

### ***3.1 Reproducibilidad de datos experimentales***

El primer paso para el análisis de los resultados fue el asegurarse que los experimentos fueran reproducibles. En la figura 3.1 se muestran los resultados de tres parejas de experimentos independientes, realizados para algunas de las condiciones de operación mencionadas en la Tabla 2.1. Como se aprecia en la figura, en todos los casos el comportamiento del sistema es reproducible, a pesar de que la temperatura del baño no siempre fue exactamente la misma, como en el caso de los dos enfriamientos que nominalmente fueron de 900 a 350 °C.

Como se puede observar en la figura 3.1, la temperatura de inicio del enfriamiento se encuentra por arriba de 900°C, que era la temperatura inicial nominal de acuerdo a la tabla 2.1. A pesar de que se trató de iniciar las pruebas en las temperaturas mencionadas en la tabla 2.1, no siempre se logró. Lo mismo ocurrió con el control de la



## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

temperatura en el baño de sales fundidas: se presentaron muchas dificultades para estabilizar la temperatura del baño y mantenerla constante, por lo cual, no se tuvieron exactamente las temperaturas deseadas pero sí se pudo mantener el baño a temperaturas cercanas a las deseadas.

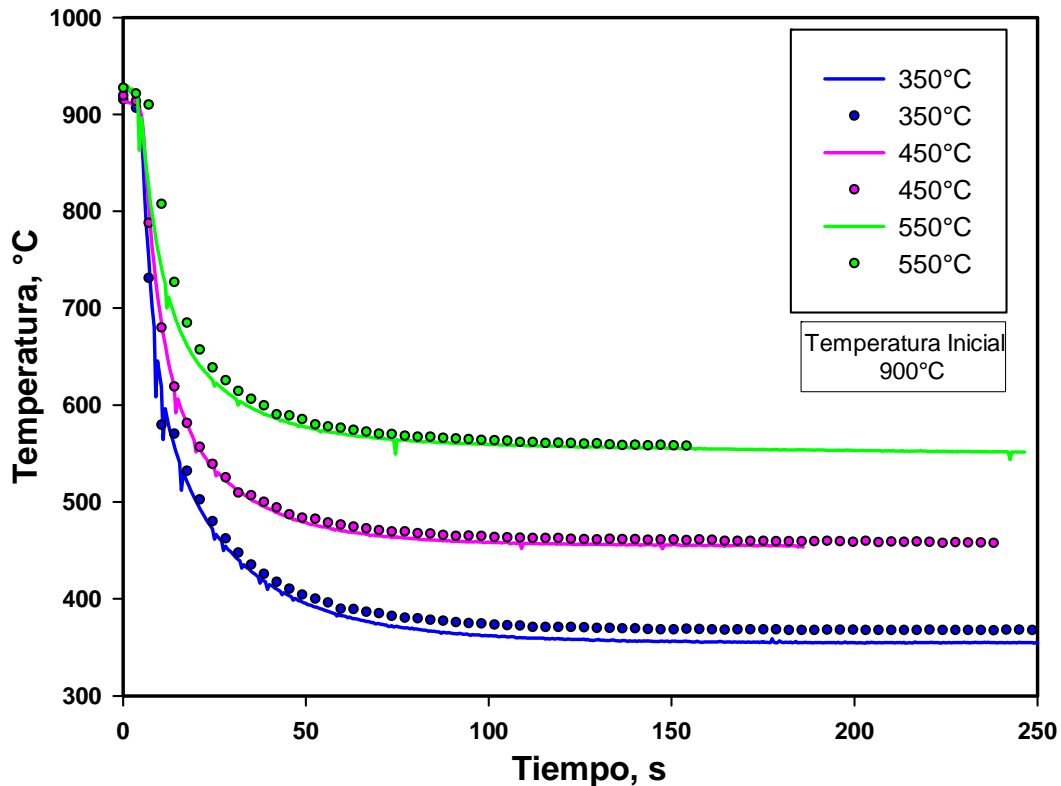


Figura 3.1 Curvas de enfriamiento para parejas independientes de enfriamientos en el baño de sales fundidas desde 900°C hasta 350°C, 450°C y 550°C.

### 3.2. Forma general de las curvas de enfriamiento

En la figura 3.2 se muestra la forma general que tienen las curvas de respuesta térmica obtenidas experimentalmente. Se distinguen 3 zonas, basándose en los cambios que se observan en la

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

pendiente de la curva. En la zona I la probeta se encuentra aún dentro del horno eléctrico (por lo que la variación de temperatura es mínima), en la zona II se muestra el traslado de la probeta del horno eléctrico al baño de sales fundidas (durante el cuál, la probeta se enfría lentamente por efectos de radiación y convección) y en la zona III se muestra el enfriamiento de la probeta dentro del baño de sales fundidas (acompañado por un cambio relativamente brusco de la temperatura) hasta que la pieza se equilibra térmicamente con el baño de sales fundidas.

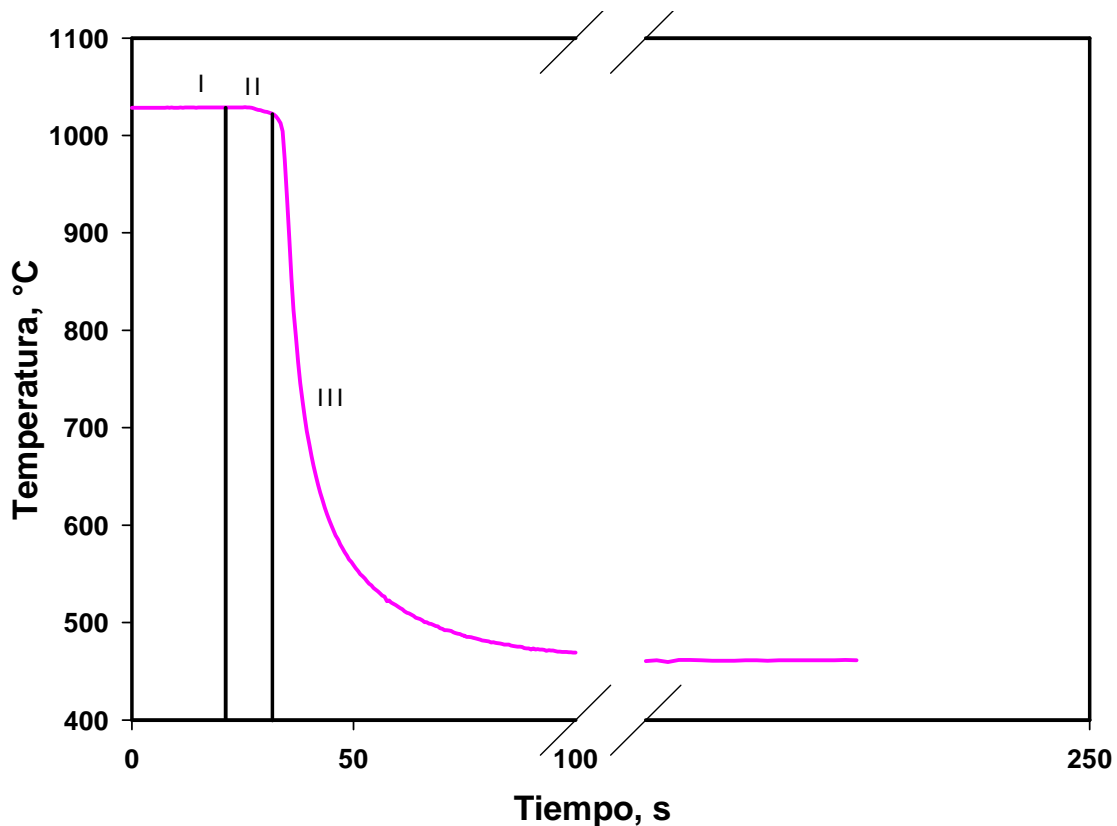


Figura 3.2 Forma general de las curvas de enfriamiento para un experimento desde 1000°C hasta 450°C. La zona I corresponde al tiempo que la probeta aún está en el horno, la zona II comprende el traslado y la zona III se asocia con el enfriamiento en el baño de sales.

### ***3.3. Filtrado de datos***

Debido a que durante el registro de la temperatura por medio del adquisidor de datos se produjeron variaciones de alta frecuencia (ruido, de origen electrónico) fue necesario filtrar los datos para eliminar la información no deseada. Para evitar que este error se propague (recuérdese que la solución al problema inverso de conducción de calor es muy sensible a los errores ó variaciones en las mediciones) a los valores del flux de calor, se filtraron los valores de temperatura para suavizar su tendencia y poder reducir el ruido previo al procesamiento de los resultados.

En la Figura 3.3, se muestran la curva experimental obtenida directamente y la curva con los datos filtrados; el efecto de este filtro fue eliminar el ruido de las curvas (que se muestra como grandes picos), Como puede verse en la figura, este objetivo se logró, sin perder el comportamiento ni la tendencia de las curvas de enfriamiento, para así obtener mejores resultados.

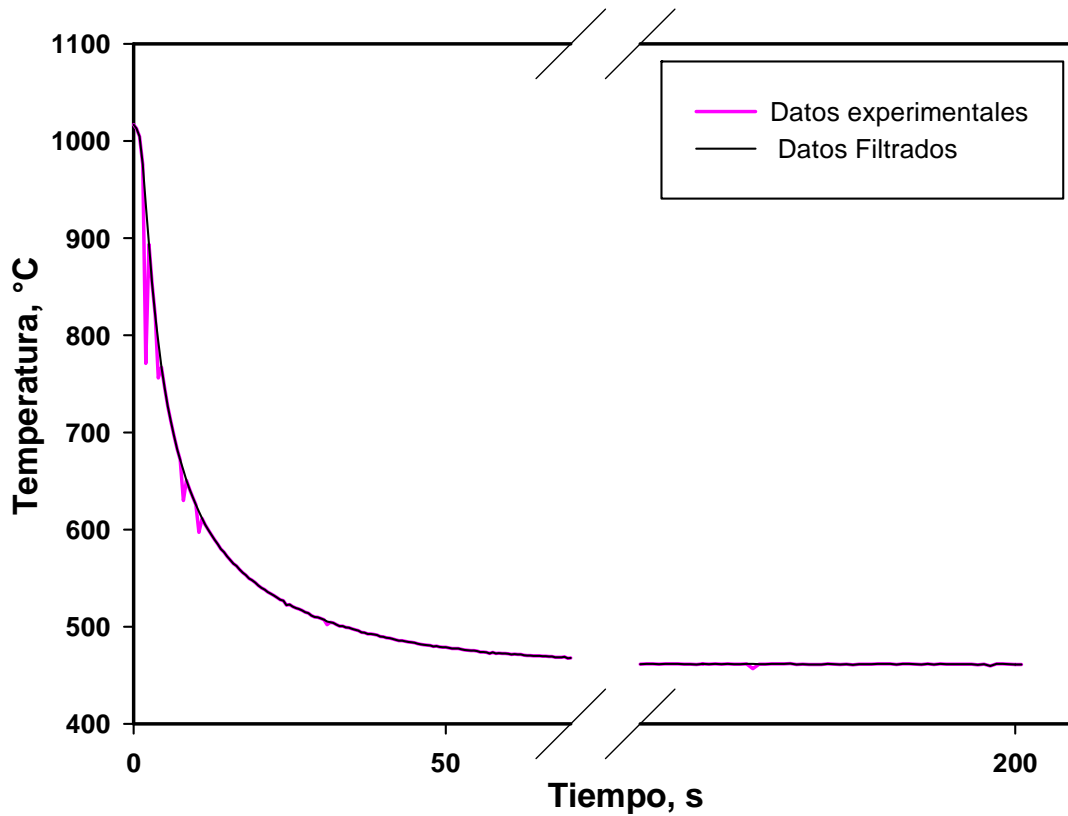


Figura 3.3 Ejemplo de respuesta térmica experimental (antes y después del filtrado de los datos) para el enfriamiento desde 1000°C hasta 450°C.

### ***3.4. Efecto de la temperatura del baño de sales fundidas***

En el Figura 3.4 se muestra el efecto de la temperatura del baño de sales fundidas sobre la respuesta térmica obtenida en los experimentos con temperatura inicial de 800°C. Las 3 temperaturas del baño de sales fundidas fueron 350°C, 450°C y 550°C.

Se puede observar que el comportamiento es cualitativamente similar; sin embargo, la rapidez de enfriamiento al inicio del enfriamiento es mayor entre menor es la temperatura del baño. Esto

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

se debe a que se tiene una mayor diferencia de temperaturas lo cual provoca una mayor pérdida de calor en menor tiempo; la curva en los tres casos se estabiliza al estar en equilibrio térmico con el baño de sales a las distintas condiciones de enfriamiento.

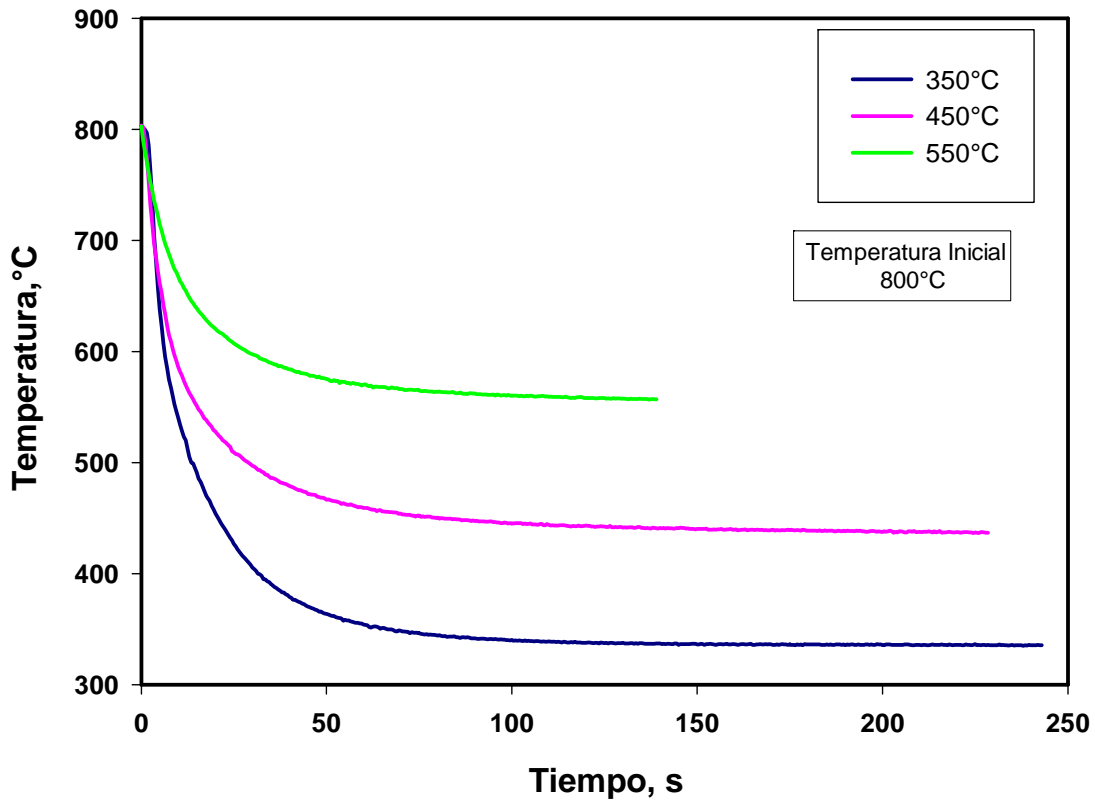


Figura 3.4. Efecto de la temperatura del baño de sales fundidas sobre la respuesta térmica para enfriamientos desde una temperatura inicial de 800°C en baños de sales fundidas mantenidos a 350°C, 450°C y 550°C.

Se observó un comportamiento similar para el caso de los enfriamientos desde 1000°C y 900°C.

### 3.5. Efecto de la temperatura inicial

El efecto de la temperatura inicial sobre las curvas de enfriamiento se presenta en la figura 3.5, en la cual se grafican los enfriamientos a partir de las 3 temperaturas iniciales de 800°C, 900°C y 1000°C hasta una de las temperaturas del baño de sales fundidas estudiadas: 450°C.

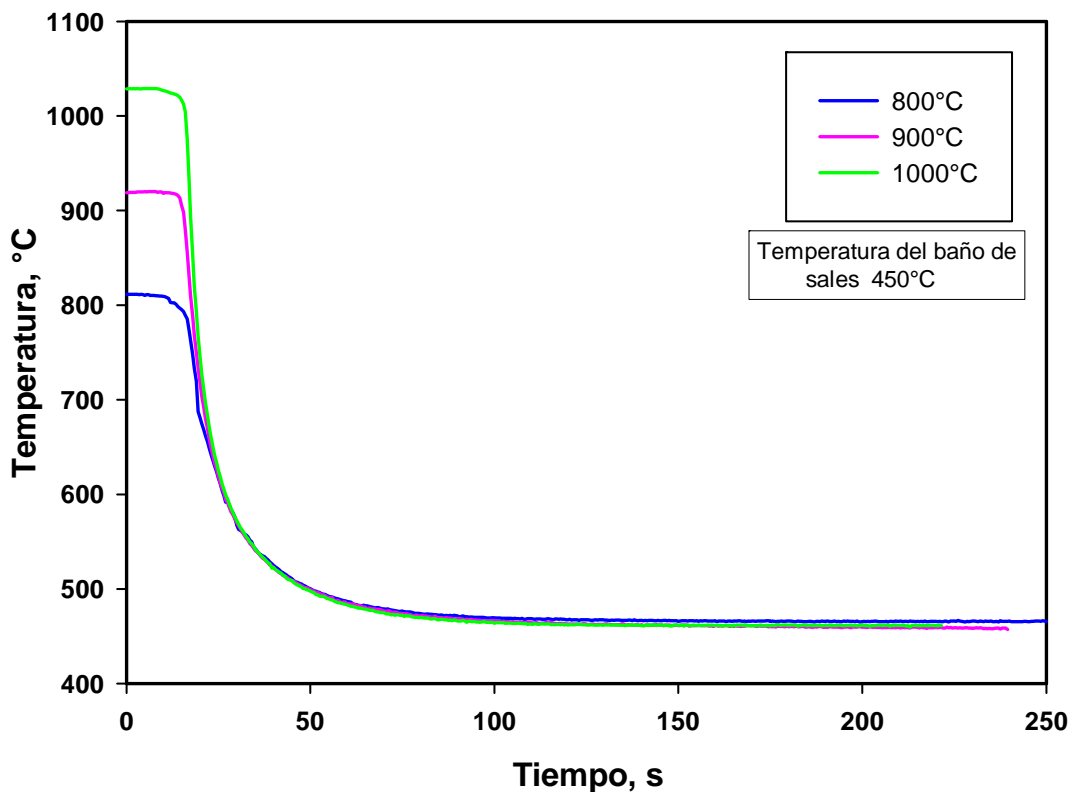


Figura 3.5. Efecto de la temperatura inicial para los enfriamientos de 800°C, 900°C y 1000°C hasta la temperatura del baño de sales 450°C.

En esta figura se puede observar que el comportamiento de las 3 curvas es parecido después de que ha transcurrido un tiempo desde que la probeta ya está en el baño de sales fundidas. Se observan

pequeñas variaciones en la etapa II debidas al tiempo de transporte de la probeta desde el horno de calentamiento hasta el baño de sales fundidas; las tres curvas se estabilizan térmicamente a la temperatura del baño.

### **3.6. Densidad de flujo de calor**

En las figuras siguientes se muestran las curvas correspondientes a los resultados obtenidos con **WinProbe**. Este programa de cómputo permite estimar el flux de calor  $\hat{q}$  para cada temperatura de la superficie ( $T_s$ ), mediante la solución del IHCP. De esta manera se obtienen conjuntos de pares de datos de temperatura y flux para cada tiempo y que se representan como curvas en las siguientes graficas.

El programa se aplicó a los datos experimentales (ya filtrados y espaciados uniformemente en el tiempo) obtenidos para cada una de las temperaturas iniciales en combinación con las temperaturas del baño de sales fundidas, utilizando valores de  $r = 2, 4$  y  $6$ . Recuérdese que  $r$  es un parámetro del método numérico de solución del IHCP que indica el número de tiempos futuros que se consideran en cada cálculo.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

La figura 3.6 muestra los resultados de variar el parámetro  $r$ , para el enfriamiento experimental desde  $800^{\circ}\text{C}$  hasta  $350^{\circ}\text{C}$ . Entre mayor sea el valor de  $r$  se minimiza el ruido que viene de los datos experimentales y se suaviza la curva. En el caso cuando  $r = 2$ , se presenta ruido (saltos) al final del enfriamiento (entre  $550^{\circ}\text{C}$  y  $450^{\circ}\text{C}$  aproximadamente), con  $r = 4$  este ruido ya es más suave y con  $r = 6$  se tiene prácticamente eliminado este ruido en las curvas.

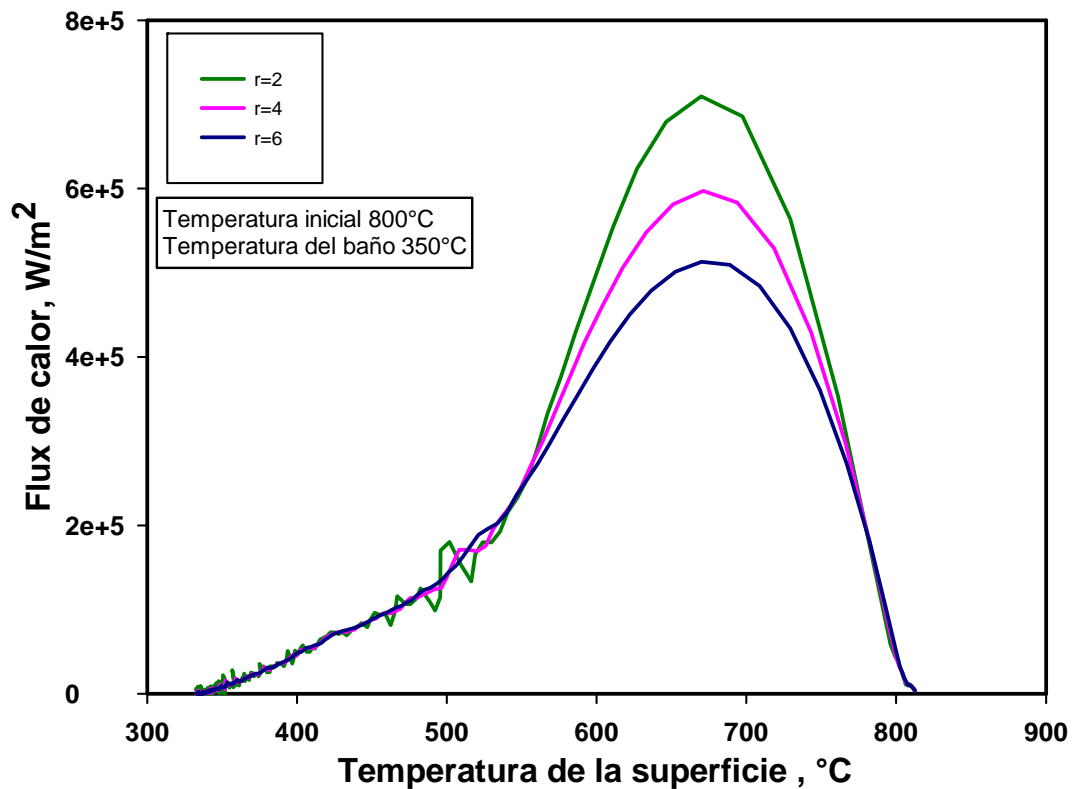


Figura 3.6. Flux de calor vs.  $T_{\text{superficie}}$  para el enfriamiento desde  $800^{\circ}\text{C}$  hasta  $350^{\circ}\text{C}$  y varios valores del parámetro  $r$ .



## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Se puede observar que, en la parte derecha de la figura, la zona ascendente es muy similar para los 3 valores de  $r$ . Se presenta el máximo de flux de calor para casi la misma temperatura de superficie (aunque disminuye su valor) y posteriormente las curvas descienden hasta llegar a la temperatura del baño de sales casi con la misma rapidez.

En todos los enfriamientos realizados se presentaron comportamientos similares para la evolución del flux de calor estimado con el programa **WinProbe**. Por lo tanto se descartó el tomar el valor de  $r = 2$ , debido a que no elimina el ruido experimental.

En todos los casos, los valores máximos de flux de calor son más altos con  $r = 4$  que con  $r = 6$ , debido a que la respuesta se suaviza al aumentar el valor de  $r$ .

El valor correcto del parámetro  $r$  surge del compromiso entre estabilizar la solución del IHCP y evitar valores de flux de calor excesivamente subestimados. A partir de los resultados presentados se determinó que un valor de  $r = 4$  representa un compromiso adecuado. Es por esto que para el resto de este documento se mostrarán solo las curvas obtenidas con  $r = 4$ .

En las figuras 3.7 a 3.9 se muestran las curvas generadas a partir de los valores de flux de calor obtenidos con el programa **WinProbe** para los 3 enfriamientos a partir de 800°C, 900°C y 1000°C, respectivamente, y hasta 350°C, 450°C y 550°C (ver Tabla 2.1). Se puede observar que el comportamiento en todos los casos es

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

muy similar, lo que indica que están presentes los mismos mecanismos de transferencia de calor. En las 3 gráficas el valor máximo de flux de calor aumenta a medida que disminuye la temperatura del baño de sales.

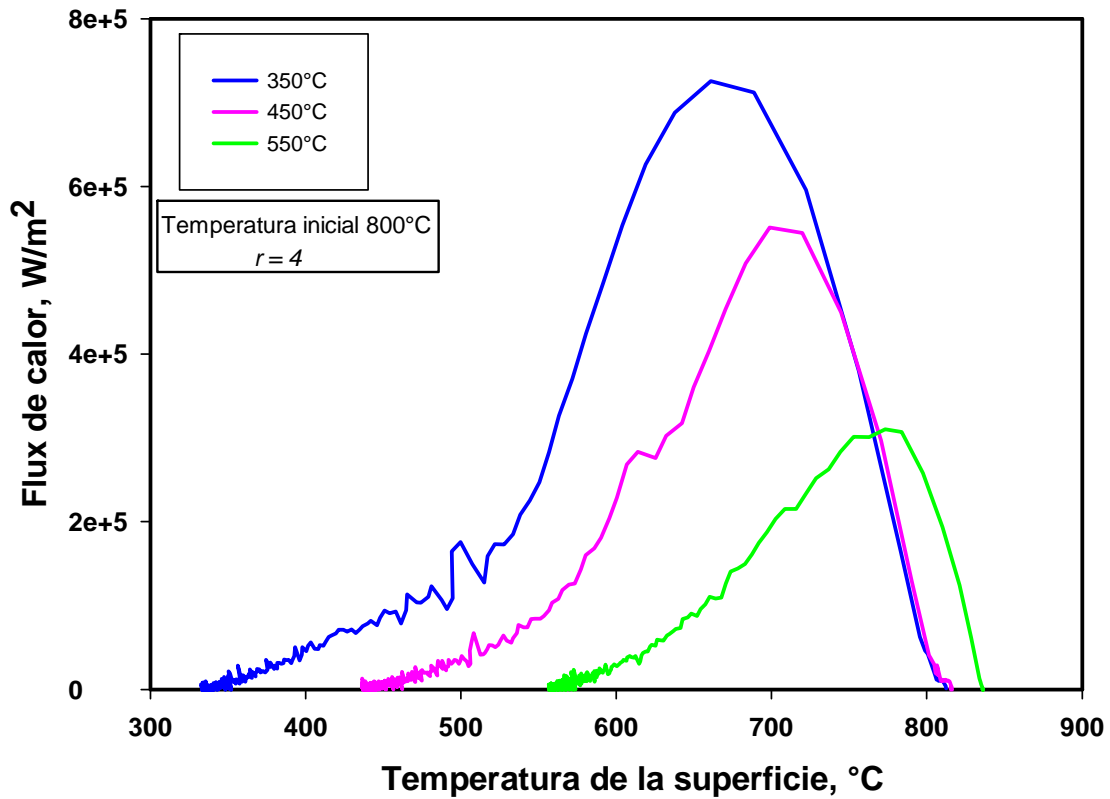


Figura 3.7. Flux de calor vs.  $T_{\text{superficie}}$  para los enfriamientos desde  $800^{\circ}\text{C}$ , hasta  $350^{\circ}\text{C}$ ,  $450^{\circ}\text{C}$  y  $550^{\circ}\text{C}$ , con  $r = 4$ .

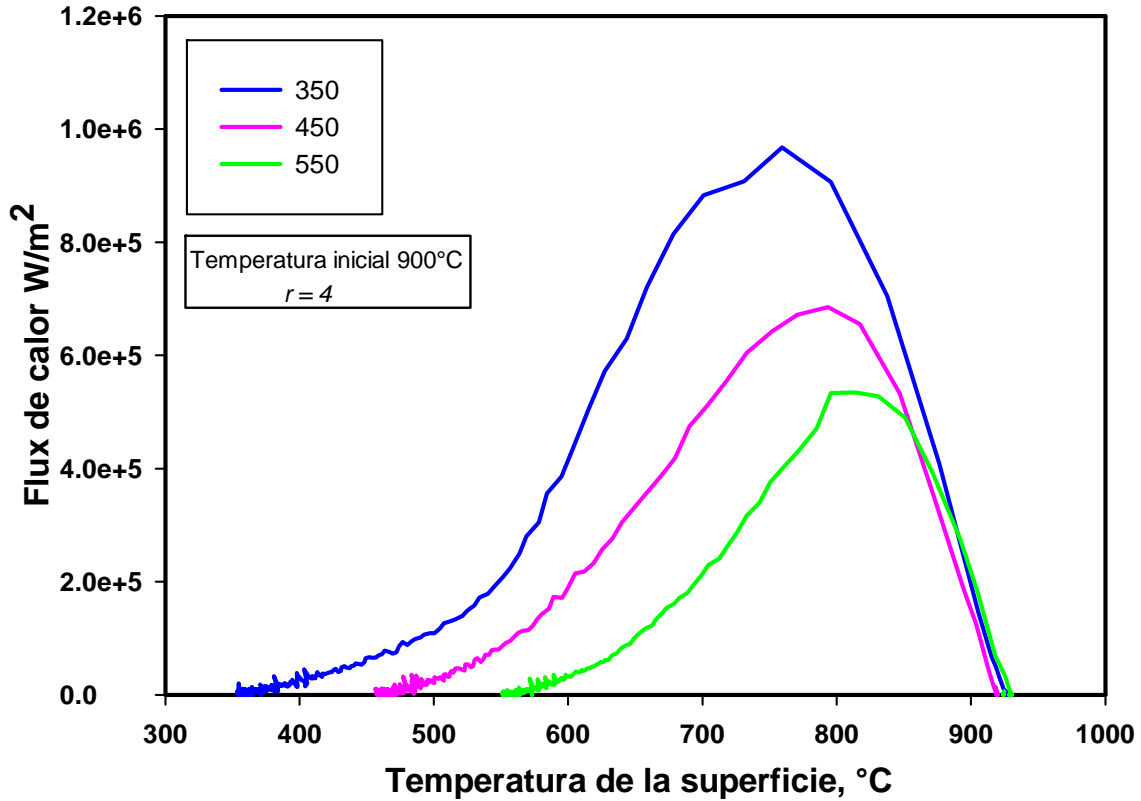


Figura 3.8. Flux de calor vs.  $T_{\text{superficie}}$  para los enfriamiento desde 900°C, hasta 350°C, 450°C y 550°C, con  $r = 4$ .

En la figura 3.9 no se presenta el enfriamiento desde 1000°C hasta 350°C, debido a que no se realizaron correctamente los experimentos correspondientes y, por lo mismo, al trabajar con los datos se obtuvieron valores erróneos.

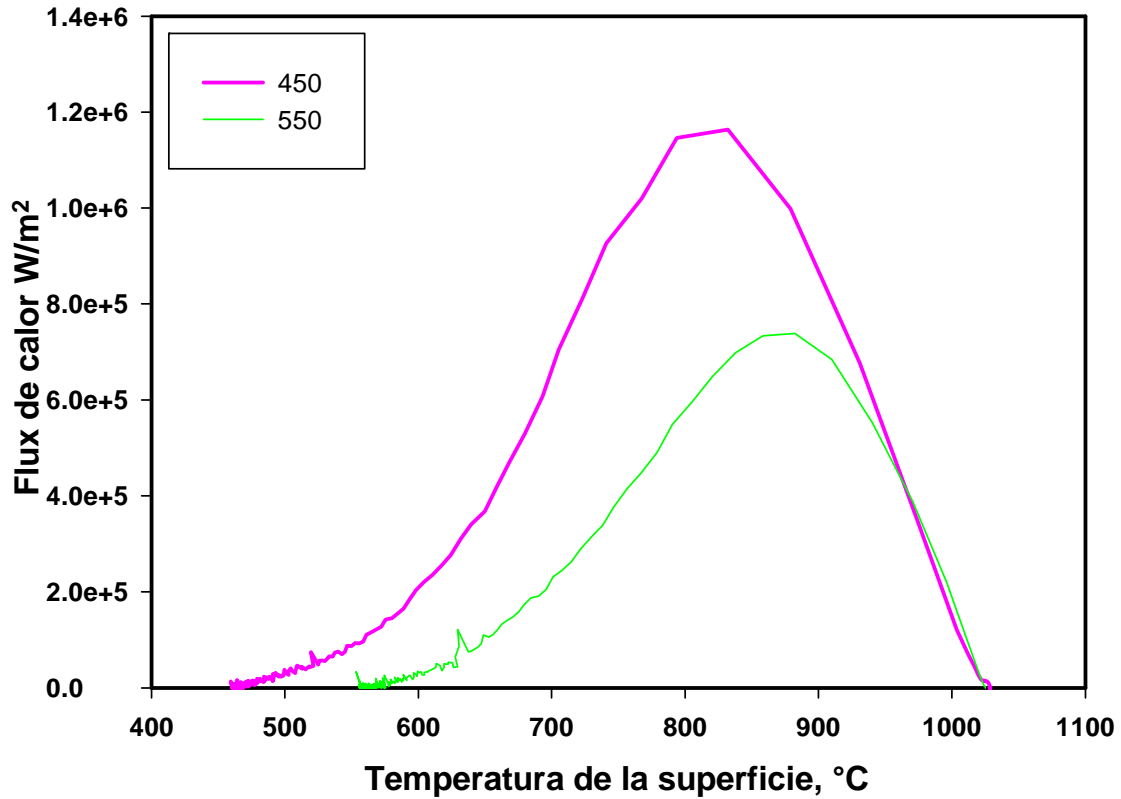


Figura 3.9. Flux de calor vs.  $T_{superficie}$  para los enfriamiento desde 1000°C, hasta 450°C y 550°C, con  $r = 4$ .

En la tabla 3.1 se presentan los valores de flux de calor máximos para cada una de las condiciones de enfriamiento estudiadas. Como puede apreciarse este valor aumenta a medida que disminuye la temperatura del baño de sales y/o aumenta la temperatura inicial.

Tabla 3.1 Valores máximos de flux de calor ( $W/m^2$ ) obtenidos con  $r = 4$ .

$T_{\text{baño de sales}} (^\circ\text{C})$	Temperatura inicial de enfriamiento ( $^\circ\text{C}$ )		
	800	900	1000
350	725695 $W/m^2$	958712 $W/m^2$	-----
450	550925 $W/m^2$	677297 $W/m^2$	1163478 $W/m^2$
550	310113 $W/m^2$	529020 $W/m^2$	738502 $W/m^2$

### 3.7. Verificación del IHCP

Para verificar la estimación de la condición de frontera de transferencia de calor desde la probeta cilíndrica, mediante la solución del problema inverso de conducción de calor (IHCP), se realizaron cálculos para resolver el problema directo de conducción de calor (DHCP) y así poder obtener respuestas térmicas calculadas que luego se compararon con las experimentales.

Para realizar el cálculo del problema directo de conducción de calor (DHCP), se introdujeron los datos de flux obtenidos del programa *WinProbe* para cada experimento en el programa *Quench*[11], para lo cual se generaron archivos con datos de tiempo y flux de calor en  $W/cm^2$  con formato Texto (MS-DOS), ajustando los valores con un solo decimal en la columna de datos de tiempo desde el paquete Excel. Posteriormente se generó un archivo de lectura de datos en el cual se alimentaron los datos siguientes:

## *RESULTADOS Y DISCUSIÓN.*

- 1) nombre del caso
- 2) número de dimensiones
- 3) tipo de solución
- 4) número de nodos
- 5) tiempo inicial del experimento
- 6) tiempo final del experimento
- 7) incremento del tiempo  $\Delta t$
- 8) theta
- 9) temperatura inicial del experimento
- 10) temperatura final
- 11) archivo con propiedades termofísicas del material
- 12) archivo con datos (tiempo, flux de calor)
- 13) nombre del archivo en el cual se guardarán las respuestas térmicas

En los archivos de lectura generados se utilizó: "case1" como nombre del caso, se realizó el cálculo en 1 dimensión, "CN1" como tipo de solución, se consideraron 20 nodos, el incremento en el tiempo se fijó en  $\Delta t = 0.5$  (que es idéntico al valor experimental), el valor de theta (parámetro del método de Crack-Nicolson en el método del elemento finito) fue de 0.5 y las propiedades termofísicas fueron dadas en función de la temperatura. Estos valores fueron constantes en todos los experimentos.

Los datos variables fueron: tiempo inicial y final de los experimentos, temperaturas inicial y final, los nombres de los archivos con los datos (tiempo, flux de calor) y los archivos para guardar las respuestas térmicas para cada uno de los experimentos realizados.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

En la figura 3.10 se muestra la curva obtenida a partir de las respuestas térmicas generadas con el programa *Quench* para un enfriamiento desde 800°C hasta 550°C, junto con la curva obtenida experimentalmente.

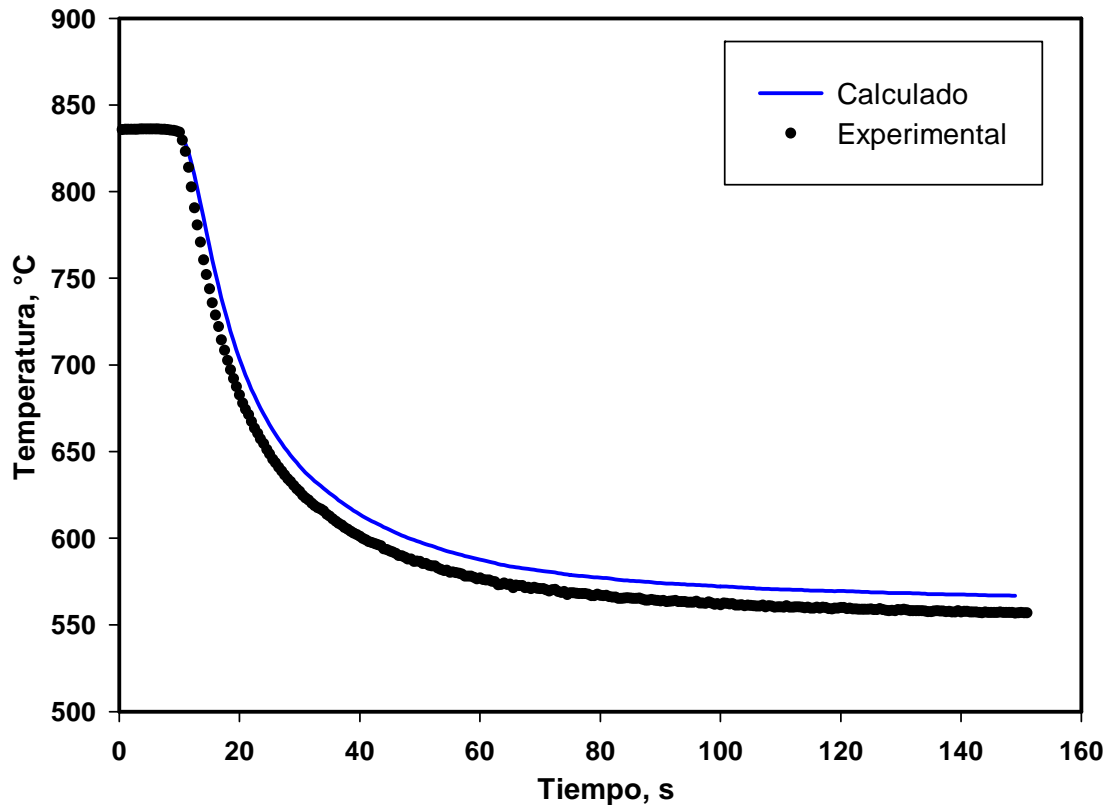


Figura 3.10. Curva de enfriamiento obtenida con *Quench* para un experimento desde 800°C hasta 550°C: experimental (puntos) y calculada (línea).

En la figura 3.10 se observa una diferencia en la curva de enfriamiento calculada con el programa *Quench* en comparación con la curva de enfriamiento experimental. Se encontró que esto se debe a que durante la experimentación se tuvieron errores en el registro de

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

las respuestas térmicas debido a que el horno del baño de sales fundidas genera ruido eléctrico y, por lo tanto, distorsión en las lecturas en el momento en que el *switch* del controlador del horno abre y cierra, automáticamente, para mantener la temperatura constante.

Para corroborar que efectivamente el *switch* del horno del baño de sales fundidas crea este efecto se realizó un experimento de prueba adquiriendo la historia térmica desde el calentamiento de la probeta en el horno eléctrico a 900°C hasta el enfriamiento en el baño de sales fundidas a 400°C, se registraron las temperaturas cada 0.1 segundos con 2 termopares, uno en la probeta y el segundo en el baño de sales fundidas, la figura 3.11 muestra la curva de enfriamiento para esta prueba y la temperatura del baño de sales durante la prueba. Se observa al inicio de la curva una gran distorsión en la señal de ambos termopares, esto ocurrió debido a que en el momento de la prueba se presentó una falla en la energía eléctrica en una de las conexiones del laboratorio en la cual no estaban conectados los hornos de la prueba, pero aún así se registró la distorsión

Debido a que esta falla se presentó en el calentamiento de la probeta se continuó con la lectura de datos durante el enfriamiento, la distorsión que genera el *switch* del horno del baño de sales se puede observar en las flechas que indica la figura 3.11, lo cual generó ruido en ambos termopares afectando a la lectura de datos experimentales.



## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

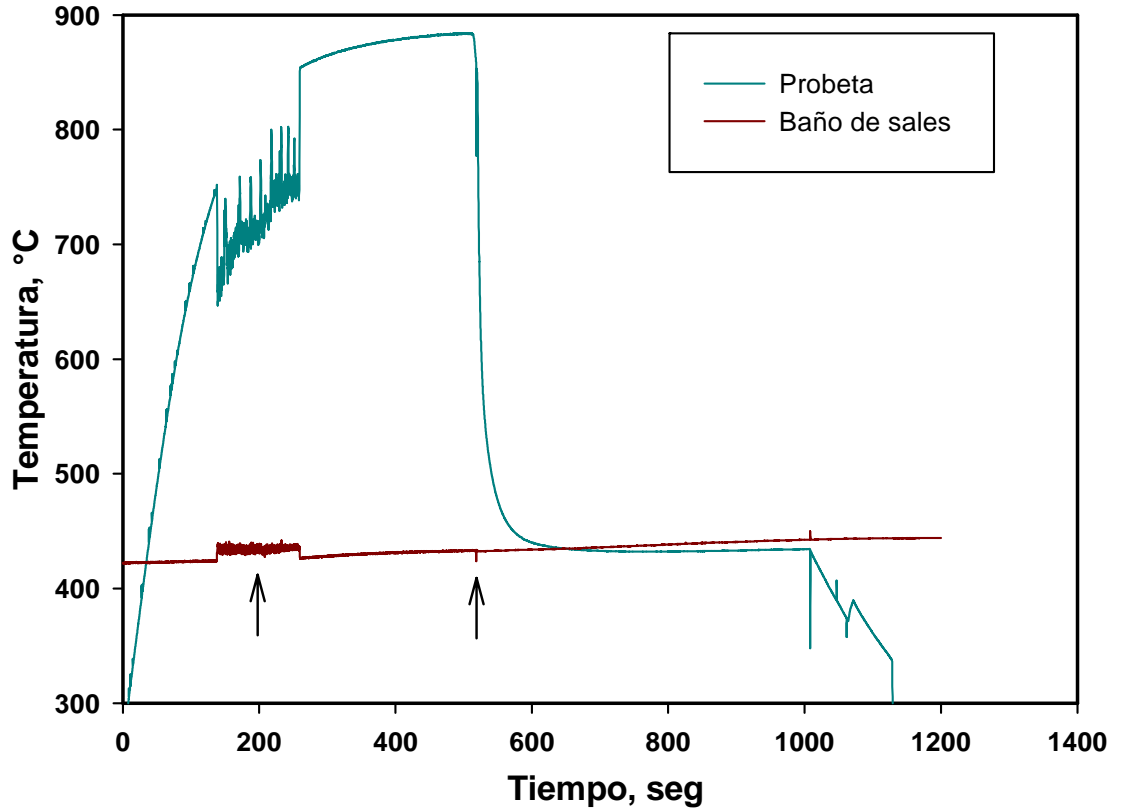


Figura 3.11. Curva de enfriamiento para un experimento de prueba, mostrando la distorsión que causa en las mediciones el abrir y cerrar el *switch* del horno del baño de sales fundidas.

Para eliminar esta diferencia en las temperaturas y afinar la curva de flux se realizó un ajuste en los resultados de *WinProbe* utilizando la ecuación 3.1, con la cual se minimizaron los errores experimentales a partir de la magnitud del error RMS y del parámetro delta para afinar el valor del flux. La corrección se realizó a partir del dato  $q^*_{\max}$  estimado por la solución del problema inverso de conducción de calor, el cual es el valor del flux de calor en el punto máximo de las curvas

$$q^*(t) = q(t) \left( \frac{1}{1 - \left( \frac{\delta \cdot RMS(t)}{100} \right)} \right) \quad (3.1)$$

Donde:

- $q^*(t)$  es la función de densidad de flujo de calor o flux de calor corregida.
- $q(t)$  es la función estimada por la solución del problema inverso de conducción de calor.
- $\delta$  es un valor no constante. Su magnitud se estableció para cada caso realizando diversos cálculos del problema directo de conducción de calor (prueba y error). A partir de la historia de temperatura calculada en la posición del termopar para el problema directo se coteja con la estimada por la solución de problema inverso. Cuando la diferencia de estas historias térmicas dato a dato tienden a cero se ha encontrado el valor de  $\delta$ .
- $RMS(t)$  es una función que describe la historia de datos calculada en la solución del problema inverso de conducción de calor.

La función  $RMS(t)$  representa la raíz cuadrada del promedio del cuadrado de las desviaciones de temperatura tomando como

referencia la temperatura medida al interior de la probeta. Para un solo termopar, que es el caso, RMS(t) se define como:

$$RMS(t) = \left( \frac{\sum_{n=1}^M (Y(t) - T(t))^2}{M} \right)^{1/2} \quad (3.2)$$

Donde:

- Y(t) es la temperatura medida al interior de la probeta.
- T(t) es la temperatura estimada en la misma ubicación.
- M es el número de cálculo en cuestión

La diferencia entre estas temperaturas (Y(t) - T(t)) es llamada residual y representa una desviación sobre la temperatura medida Y(t). La variable n tiene como máximo:

$$n_{\max} = NTIM - (r + 1) \quad (3.3)$$

Donde:

- NTIM es el número total de cálculos.

Una vez que se realizó esta corrección en todos los conjuntos de datos obtenidos se realizó la solución del problema directo de conducción de calor con el programa comercial **Abaqus/CAE**.

## *RESULTADOS Y DISCUSIÓN.*

Para el cálculo se desarrolló un modelo axisimétrico considerando una sección de la probeta cilíndrica sobre su longitud (flujo de calor 1D en dirección radial) y la línea central de simetría. Las dimensiones utilizadas en Abaqus/CAE fueron:

- Radio = 0.00635 m
- Longitud = 0.0005 m

Se utilizaron elementos cuadrilaterales del tipo DCCAX4 para la malla del modelo, la cual se muestra en la figura 3.12. Se utilizaron 320 elementos distribuidos de la siguiente manera:

- 80 elementos a lo largo del radio
  - 60 elementos en la región centro – posición del termopar
  - 20 elementos en la región posición del termopar – superficie
- 4 elementos sobre la longitud del modelo

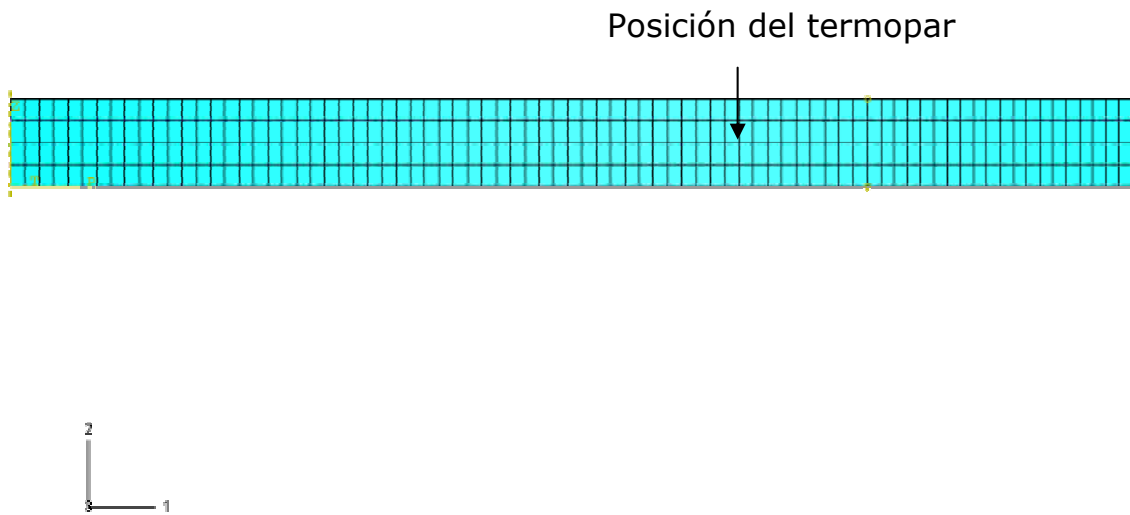


Figura 3.12 Modelo mallado para la solución del problema directo de conducción de calor generado en el paquete comercial *Abaqus/CAE*.

En la figura 3.13 se muestra la historia térmica que se obtuvo con el ajuste junto con la historia térmica experimental. Una vez que se realizaron los ajustes para todos los enfriamientos se continuó trabajando con los datos ajustados para no arrastrar errores en el resto del desarrollo de este trabajo.

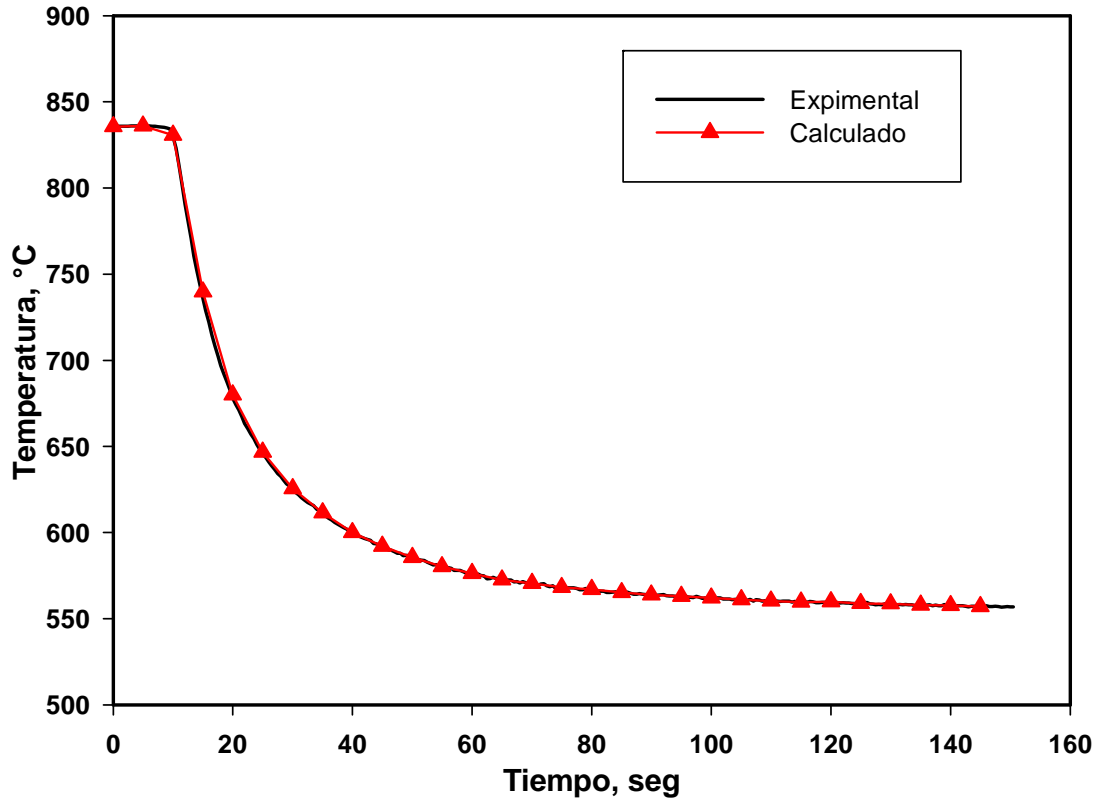


Figura 3.13. Curva de enfriamiento para un experimento desde 800°C hasta 550°C: experimental (línea) y calculada con Abaqus (puntos).

### 3.8. Regresión no lineal

Una vez que se obtuvieron las curvas de flux de calor como función de la temperatura de la superficie (figuras 3.6 a la 3.9), se realizó una regresión no lineal con el paquete **SigmaPlot v.10.0**, buscando representar a esas curvas mediante funciones matemáticas.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Debido a que los rangos de temperatura son distintos entre los 3 experimentos que corresponden a una misma temperatura inicial, se realizó una adimensionalización en la temperatura de superficie para ajustar las curvas en un rango de 0 a 1. Para esto se utilizó la expresión siguiente:

$$T_s^* = \frac{T_s^0 - T_s^f}{T_s^i - T_s^f} \quad (3.4)$$

Donde:

- $T_s^*$  = Temperatura en la superficie (adimensional)
- $T_s^0$  = Temperatura en la superficie actual
- $T_s^f$  = Temperatura en la superficie al final del enfriamiento
- $T_s^i$  = Temperatura en la superficie al inicio del enfriamiento

En la figura 3.14 se muestra una serie de curvas con la temperatura de superficie adimensional para los enfriamientos desde 900°C a 350°C, 450°C y 550°C. Se puede observar que las 3 curvas comienzan en 1 y terminan en 0 y que las curvas pertenecen a una familia de curvas.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Se obtuvo el mismo tipo de resultado para los enfriamientos desde 800°C y 1000°C al adimensionalizar la temperatura de la superficie.

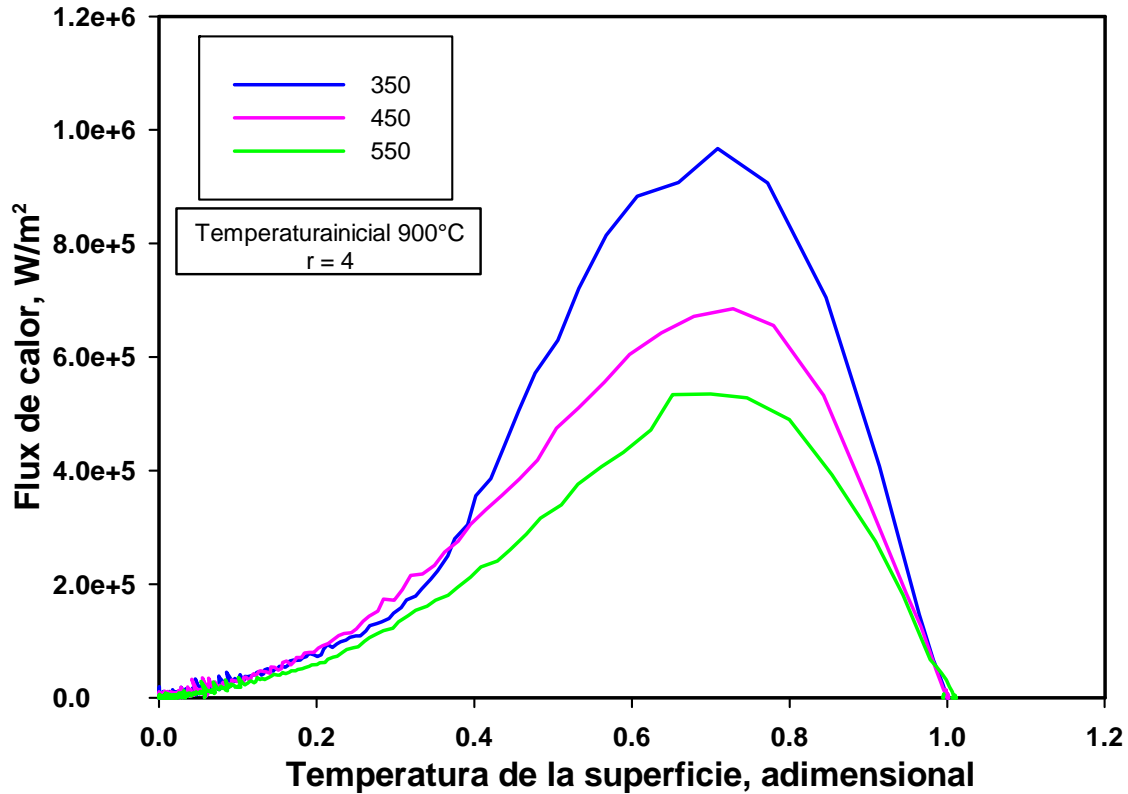


Figura 3.14. Flux de calor vs.  $T_{\text{superficie}}$  adimensional para los enfriamiento desde 900°C hasta 350°C, 450°C y 550°C, con  $r = 4$ .

De entre las funciones disponibles en el paquete **SigmaPlot v.10.0** se determinó que la ecuación que mejor se ajustaba a la forma de las curvas de la figura 3.14 era la ecuación de Weibull con 4 parámetros, la cual tiene la forma siguiente:



## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

$$q = a * \left( \frac{c-1}{c} \right)^{\left( \frac{1-c}{c} \right)} * \left( abs \left( \frac{T_s^* - x_0}{b} + \left( \frac{c-1}{c} \right)^{\frac{1}{c}} \right)^{c-1} \right) * \exp \left( - abs \left( \frac{T_s^* - x_0}{b} + \left( \frac{c-1}{c} \right)^{\frac{1}{c}} \right)^c + \frac{c-1}{c} \right) \quad (3.5)$$

Donde las variables dependiente e independiente son, respectivamente:

- $\hat{q}$  = Flux de calor
- $T_s^*$  = Temperatura de la superficie (adimensionalizada)

Mientras que  $a$ ,  $b$ ,  $c$  y  $x_0$  son los parámetros de la ecuación de Weibull, que representan:

- $a$  = es el valor máximo de la curva
- $b$  = es el rango de valores en  $T_s^*$
- $c$  = pendiente después del valor de  $X_0$
- $x_0$  = Posición del máximo (en el eje de  $T_s^*$ )

La figura 3.15 muestra, esquemáticamente, los valores de los 4 parámetros de la ecuación de Weibull para un caso típico. [12]

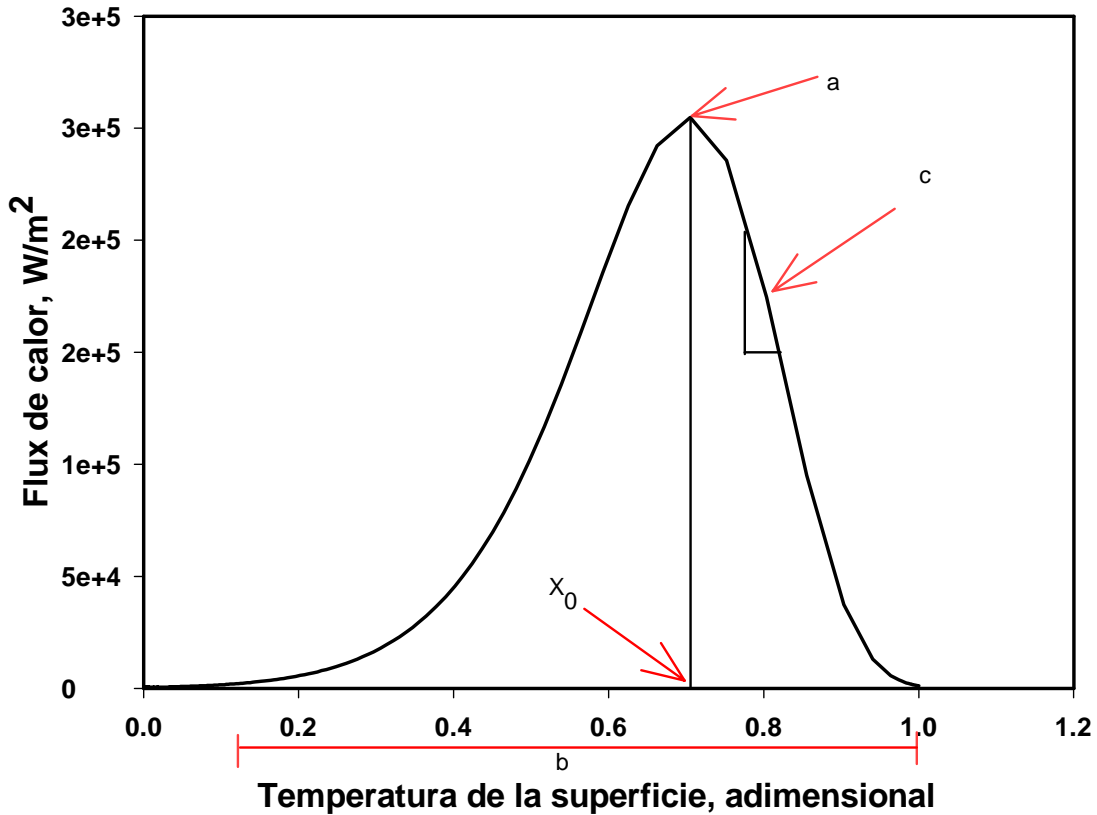


Figura 3.15. Representación esquemática de los parámetros de la ecuación de Weibull.

A continuación se muestran los resultados de las regresiones con la función de Weibull. La figura 3.16 muestra las curvas experimentales para los 3 enfriamientos desde 800°C, junto con las curvas generadas a partir de las regresiones realizadas en Sigma Plot v.10.0. En esta figura se puede observar que las curvas de la regresión con la función de Weibull se parecen al comportamiento que tienen las curvas experimentales; la diferencia en los puntos máximos para cada caso no es significativa y se muestra en las tablas 3.2, 3.3 y 3.4.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

De la figura 3.16 se aprecia que las curvas generadas por la regresión de Weibull no están en el intervalo de 0 a 1 (como es el caso de las curvas obtenidas con *WinProbe*); esto se debe a que uno de los parámetros "b" en la ecuación de Weibull no se ajusta a este intervalo, el valor de este parámetro se relaciona con el intervalo de valores en el eje de la temperatura de superficie adimensional y si se ajusta a este intervalo se pierde el comportamiento similar a las curvas obtenidas por *WinProbe*, por este motivo se respetaron los valores obtenidos de este parámetro.

Tabla 3.2 Diferencia en los valores máximos de flux de calor para los enfriamientos a partir de 800°C obtenidos con  $r = 4$ .

Enfriamientos desde 800°C			
Temperatura del baño (°C)	Flux <i>WinProbe</i> (W/m <sup>2</sup> )	Flux Weibull (W/m <sup>2</sup> )	Diferencia (W/m <sup>2</sup> )
350	725695	781324	55629
450	550925	569634	18709
550	310113	333368	23254

Tabla 3.3 Diferencia en los valores máximos de flux de calor para los enfriamientos a partir de 900°C obtenidos con  $r = 4$ .

Enfriamientos desde 900°C			
Temperatura del baño (°C)	Flux <i>WinProbe</i> (W/m <sup>2</sup> )	Flux Weibull (W/m <sup>2</sup> )	Diferencia (W/m <sup>2</sup> )
350	958712	1046597	87885
450	677297	728477	51181
550	529020	577009	47989

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Tabla 3.4 Diferencia en los valores máximos de flux de calor para los enfriamientos a partir de 1000°C obtenidos con  $r = 4$ .

Enfriamientos desde 900°C			
Temperatura del baño (°C)	Flux <i>WinProbe</i> (W/m <sup>2</sup> )	Flux Weibull (W/m <sup>2</sup> )	Diferencia (W/m <sup>2</sup> )
450	1135787	1232097	96310
550	719153	778522	59369

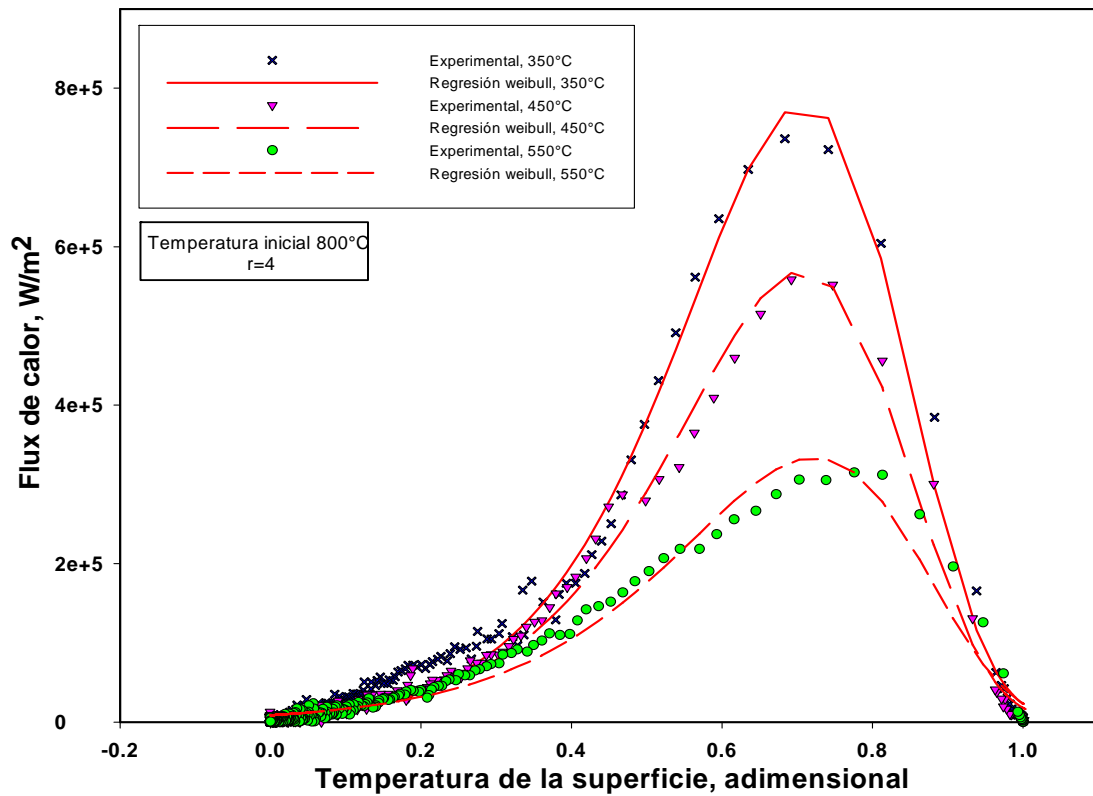


Figura 3.16. Flux de calor vs.  $T_{\text{superficie}}$  adimensional para los enfriamientos desde 800°C hasta 350°C, 450°C y 550°C, con  $r = 4$ : experimental (puntos), regresión con la ecuación de Weibull (líneas).

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

En las figuras 3.17 y 3.18 se muestran las curvas experimentales correspondientes a los enfriamientos hasta 350°C, 450°C y 550°C, desde la temperatura inicial de 900°C y las curvas experimentales correspondientes a los enfriamientos hasta 350°C y 450°C desde la temperatura inicial de 1000°C, respectivamente, junto con las curvas que resultaron de la regresión no lineal con la ecuación de Weibull con 4 parámetros.

De nueva cuenta, se puede observar que las curvas de las regresiones se asemejan a las curvas obtenidas experimentalmente.

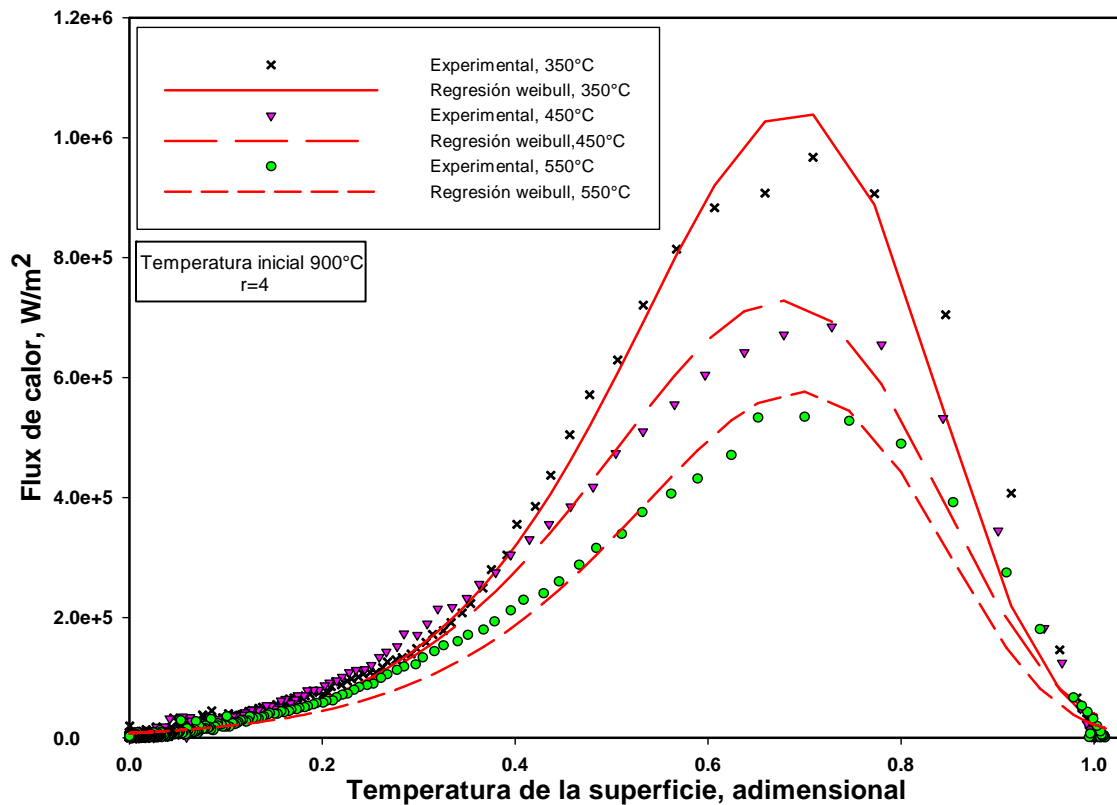


Figura 3.17. Flux de calor vs.  $T_{\text{superficie}}$  adimensional para los enfriamientos desde 900°C hasta 350°C, 450°C y 550°C, con  $r = 4$ : experimental (puntos), regresión con la ecuación de Weibull (líneas).

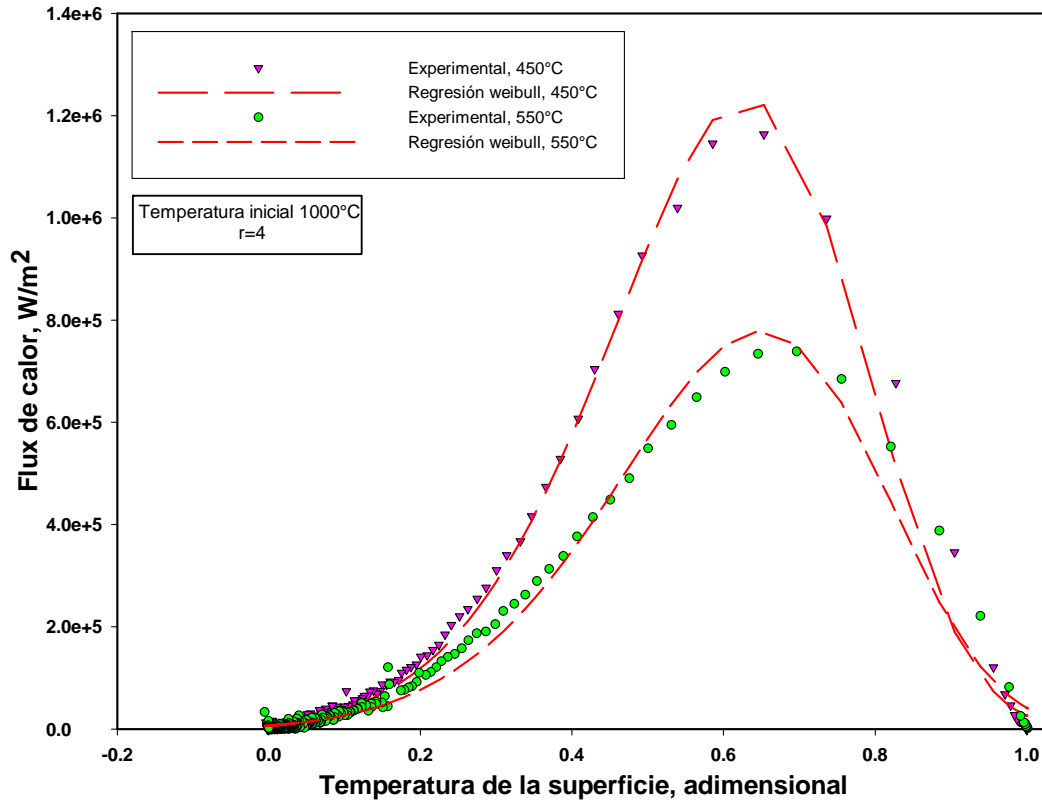


Figura 3.18. Flux de calor vs.  $T_{\text{superficie}}$  adimensional para los enfriamientos desde 1000°C hasta 350°C, 450°C y 550°C, con  $r = 4$ : experimental (puntos), regresión con la ecuación de Weibull (líneas).

Dado que la función de Weibull reproduce razonablemente bien a todas las curvas de flux de calor, como función de la temperatura de superficie (adimensional), se determinó que las curvas experimentales pertenecen a una familia. Como siguiente paso, entonces, se buscó expresar la variación de cada uno de los parámetros de la ecuación de Weibull como función de las variables de operación. En particular, las curvas de regresión (y sus parámetros) se agruparon por temperatura inicial. Los resultados se muestran en las tablas 3.5, 3.6 y 3.7.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Los valores de cada uno de los parámetros en las tablas 3.5, 3.6 y 3.7 se graficaron como función de la temperatura del baño de sales fundidas en su forma adimensional. Dado que solo se tienen 3 puntos por cada caso, únicamente se podían aplicar una regresión lineal o bien una cuadrática.

Tabla 3.5 Parámetros de la ecuación de Weibull para enfriamientos desde 800°C

<b>Enfriamientos desde 800° C con <math>r = 4</math></b>					
$T_b$ °C	$a$ , W/m <sup>2</sup>	$b$ , adimensional	$c$ , (W/m <sup>2</sup> ) / adimensional	$x_0$ , adimensional	$R^2$ .
350	781324	1.86	13.06	0.71	0.98
450	569634	2.33	15.91	0.71	0.98
550	333368	7.37	45.73	0.72	0.97

Tabla 3.6 Parámetros de la ecuación de Weibull para enfriamientos desde 900°C

<b>Enfriamientos desde 900° C con <math>r = 4</math></b>					
$T_b$ °C	$a$ , W/m <sup>2</sup>	$b$ , adimensional	$c$ , (W/m <sup>2</sup> ) / adimensional	$x_0$ , adimensional	$R^2$ .
350	1046597	1.47	9.93	0.69	0.99
450	728477	1.29	8.02	0.68	0.98
550	577009	1.88	12.26	0.69	0.98

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Tabla 3.7 Parámetros de la ecuación de Weibull para enfriamientos desde 1000°C

Enfriamientos desde 1000°C con $r = 4$					
$T_b$ °C	$a$ , W/m <sup>2</sup>	$b$ , adimensional	$c$ , (W/m <sup>2</sup> ) / adimensional	$x_0$ , adimensional	$R^2$ .
450	1232097	0.96	6.07	0.63	0.99
550	778522	0.99	6.00	0.65	0.98

En la figura 3.19 se muestra el comportamiento del parámetro  $a$  en función de la temperatura del baño de sales fundidas, para el enfriamiento desde 800 °C. Puede observarse que el valor de este parámetro aumenta a medida que disminuye la temperatura del baño de sales fundidas, lo que se debe a que representa el valor del máximo de la curva densidad de flujo de calor como función de la temperatura de la superficie (adimensional), ver figura 3.16. Seguido a esto se realizó una regresión lineal y se obtuvo la expresión siguiente:

$$a_{800\text{ }^\circ\text{C}} = 1569342.90 - 2239.77 * T_b \quad (3.6)$$

Para los enfriamientos a 900°C se obtuvo:

$$a_{900\text{ }^\circ\text{C}} = 1840601.91 - 2347.94 * T_b \quad (3.7)$$



## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Mientras que para los enfriamientos a 1000°C se encontró que:

$$a_{1000\text{ }^{\circ}\text{C}} = 3273183.42 - 4535.74 * T_b \quad (3.8)$$

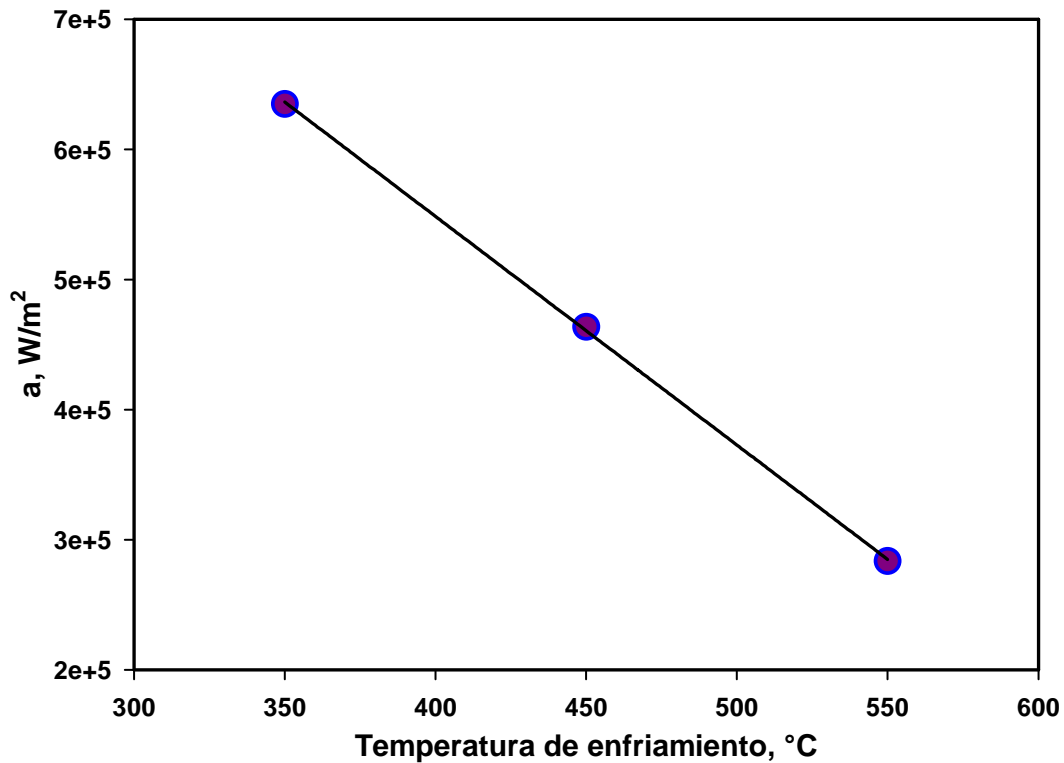


Figura 3.19. Parámetro "a" (valor máximo de la curva de flux de calor) como función de la temperatura del baño de sales fundidas para una temperatura inicial de 800°C. La línea representa una regresión obtenida a partir de los valores mostrados.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

En la figura 3.20 se muestra el comportamiento del parámetro  $b$  en función de la temperatura del baño de sales fundidas, para los experimentos con temperatura inicial de 800 °C. Recuérdese que los valores para la temperatura de superficie se adimensionalizaron en un rango de 0 a 1, por lo que se espera que este parámetro sea constante e igual a 1. Lo que se observa es que los mejores ajustes se obtienen con valores de  $b$  distintos a 1.

Posteriormente se realizó una regresión cuadrática y se obtuvo la expresión siguiente:

$$b_{800\text{ }^{\circ}\text{C}} = 36.10 - 0.1776 * T_b + 0.0002T_b^2 \quad (3.9)$$

Para los enfriamientos a 900°C se obtuvo:

$$b_{900\text{ }^{\circ}\text{C}} = 8.0438 - 0.0320 * T_b + 3.7890E - 005T_b^2 \quad (3.10)$$

Por otro lado, para los enfriamientos a 1000°C se tiene:

$$b_{1000\text{ }^{\circ}\text{C}} = 8.0438 + 0.0006 * T_b - 2.3787E - 007T_b^2 \quad (3.11)$$

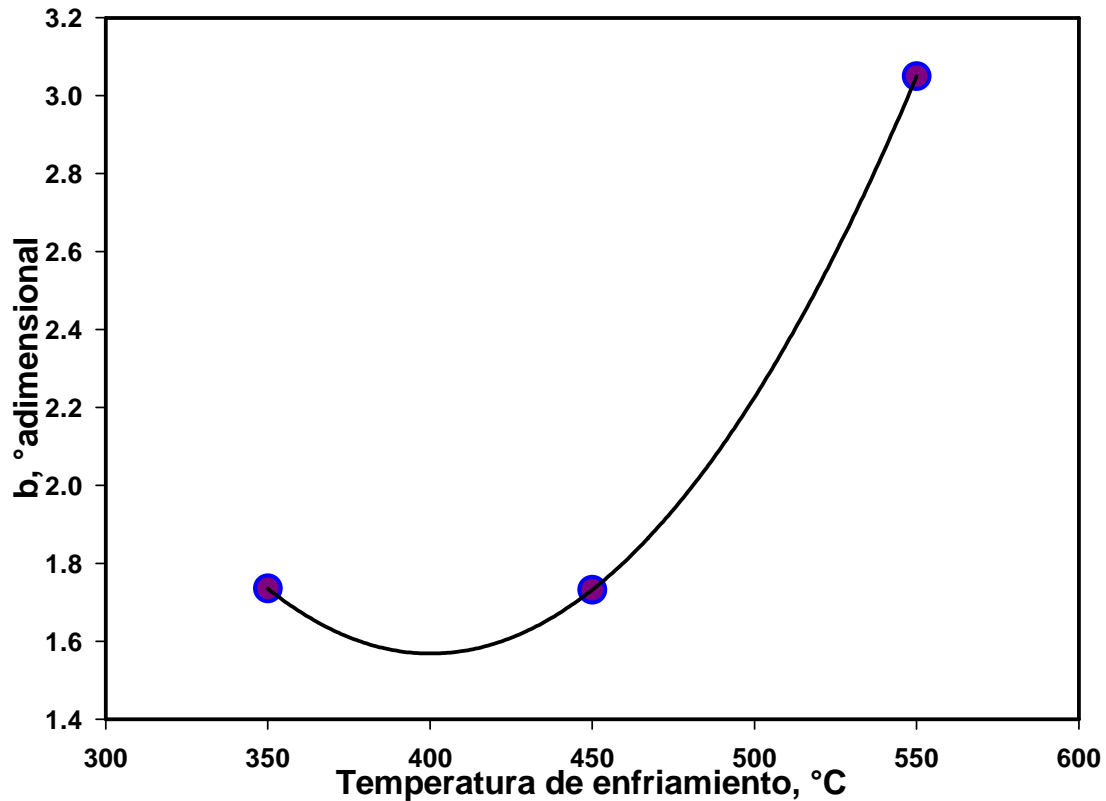


Figura 3.20. Parámetro "b" (rango de valores en el eje de la temperatura de superficie en la curva) como función de la temperatura del baño de sales fundidas para una temperatura inicial de 800°C. La línea representa una regresión obtenida a partir de los valores mostrados.

La curva de la regresión con la función de Weibull obtenida dejando a  $b$  como un parámetro a ajustar se aleja de la curva experimental para valores de temperatura adimensional cercanos a 1 (ver, por ejemplo, figura 3.21). Por otra parte, en esa figura se muestra que al forzar el valor del parámetro  $b$  a 1, la amplitud de la curva se reduce alejándose el comportamiento con respecto a la curva obtenida con *WinProbe*.

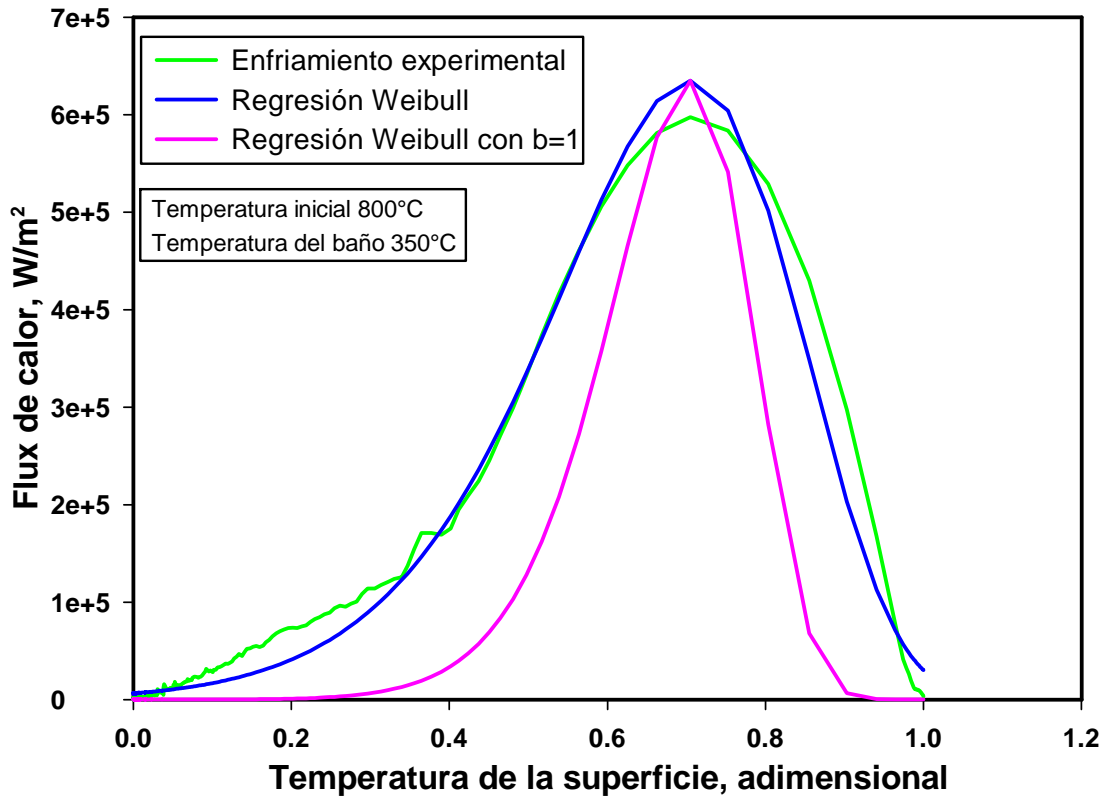


Figura 3.21. Flux de calor como función de la temperatura de la superficie (adimensionalizada): a) experimental, b) regresión de Weibull tal como se describe en el texto y c) regresión de Weibull fijando el valor de  $b$  igual a 1.0, para el enfriamiento desde 800 °C en un baño de sales fundidas a 350°C.

En la figura 3.22 se puede observar el comportamiento del parámetro  $c$  en función de la temperatura del baño de sales fundidas, para las tres temperaturas que se tienen en cada enfriamiento. Este comportamiento es debido a la pendiente que tiene cada una de las curvas después de el valor de  $X_0$  es distinta, entre más inclinada sea la forma del lado derecho de la curva menor será el valor para este parámetro.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

De la regresión lineal que se realizó se obtuvo la siguiente expresión:

$$c_{800\text{ }^{\circ}\text{C}} = 215.46 - 1.0502 * T_b + 0.0013T_b^2 \quad (3.12)$$

Para los enfriamientos a 900°C se obtuvo:

$$c_{900\text{ }^{\circ}\text{C}} = 65.02 - 0.2650 * T_b + 0.0003T_b^2 \quad (3.13)$$

Para los enfriamientos a 1000°C se obtuvo:

$$c_{1000\text{ }^{\circ}\text{C}} = 5.2457 + 0.0039 * T_b - 4.62E - 006T_b^2 \quad (3.14)$$

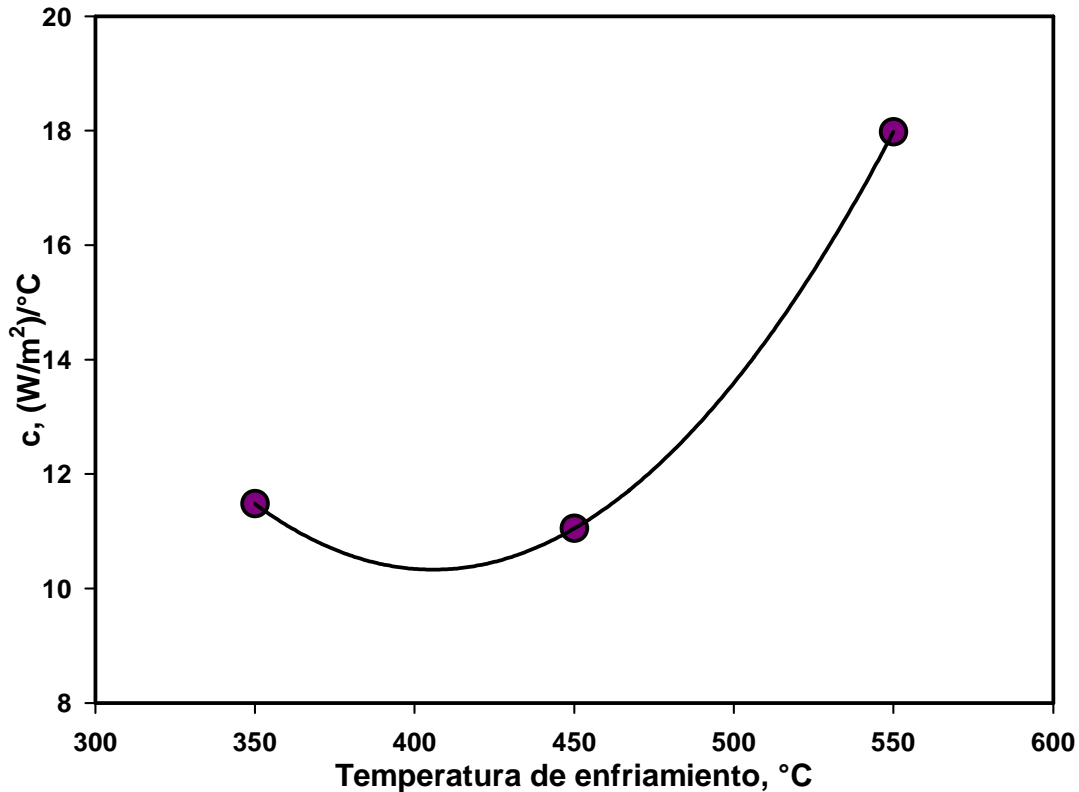


Figura 3.22. Parámetro "c" (pendiente a partir de  $X_0$ ) como función de la temperatura del baño de sales fundidas para los enfriamientos desde 800 °C. La curva representa una regresión obtenida a partir de los valores mostrados.

En la figura 3.23 se puede observar el comportamiento del parámetro " $x_0$ " en función de la temperatura del baño de sales fundidas para los enfriamientos desde una temperatura inicial de 800°C. Como puede apreciarse, este parámetro se mantiene casi constante, lo cual indica que no se presenta mucha variación en la posición del punto máximo de la curva, es decir, el valor de flux de calor máximo ocurre casi siempre a la misma temperatura de superficie. Los valores se presentan en la tabla 3.8:

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Tabla 3.8 Valores obtenidos del parámetro  $X_0$ .

T inicial (°C)	$X_0$ (°C)
800	0.85
900	0.98
1000	0.49

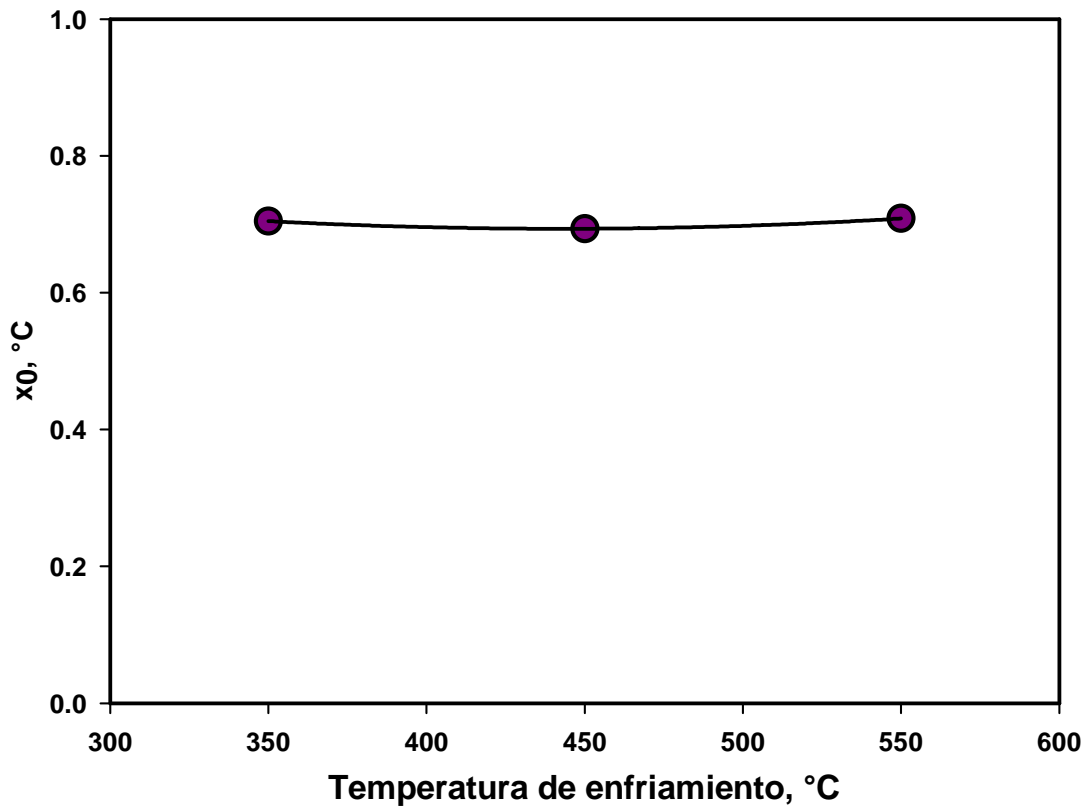


Figura 3.23. Parámetro " $x_0$ " (posición del punto máximo) como función de la temperatura del baño de sales fundidas para los enfriamientos desde 800 °C. La línea representa una regresión obtenida a partir de los valores mostrados.

### 3.9. Validación de la metodología

Proponiendo como parámetros de operación una temperatura inicial de la probeta de 900°C y un baño de sales fundidas mantenido a 400°C se aplicaron las ecuaciones de regresión para los parámetros de la ecuación de Weibull obtenida para los enfriamientos desde 900°C, resultando en los valores que se muestran en la Tabla 3.4.

Tabla 3.9 Valores de los parámetros para un enfriamiento desde 900 hasta 400°C, calculados a partir de las ecuaciones de regresión.

<b>Valores de los parámetros obtenidos para el experimento adicional</b>				
$T_b$ °C	a, W/m <sup>2</sup> .	b, adimensional	c, (W/m <sup>2</sup> .) / adimensional	$x_0$ , adimensional
400	901425.91	1.0	7.02	0.665

El valor del parámetro b fue de 1.3°C pero debido a que este parámetro describe la amplitud de la curva en el eje de las temperaturas se ajustó a 1.0 para ser consistentes con los demás experimentos presentados en este trabajo.

Con los valores de la tabla 3.4 se construyó la curva de la ecuación de Weibull para un rango de temperatura de superficie adimensional de 0 a 1. La curva resultante se muestra, junto con dos curvas determinadas experimentalmente, en la figura 3.24. Se puede observar que la predicción realizada a las condiciones de operación de la tabla 3.4 se encuentra en medio de las curvas obtenidas anteriormente, lo que valida la metodología empleada.



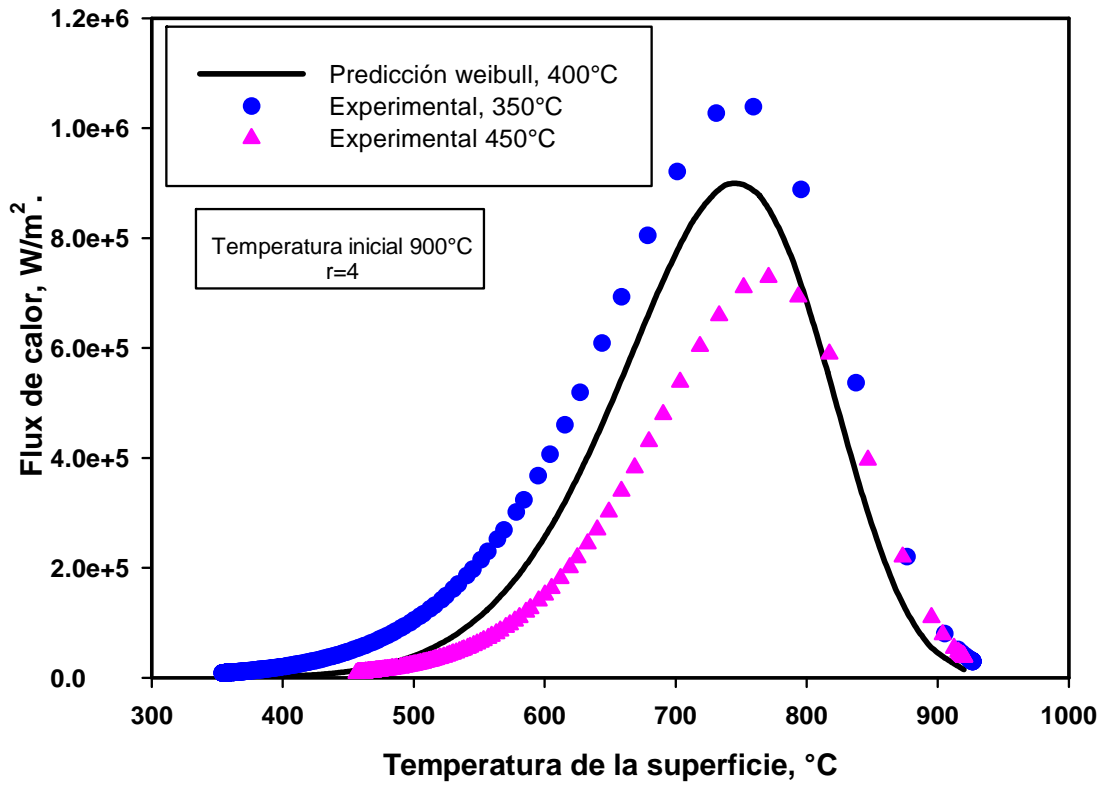


Figura 3.24. Flux de calor vs.  $T_{\text{superficie}}$  para enfriamiento desde 900°C hasta 350°C, 400°C y 450°C, con  $r = 4$ : a) experimental (puntos), b) predicha a partir de las ecuaciones de regresión de los parámetros de la ecuación de Weibull (línea).

## Capítulo 4. Conclusiones

- Manteniendo la temperatura inicial constante y variando las temperaturas del baño de sales, la rapidez de enfriamiento máxima es mayor cuando se tiene una menor temperatura en el baño de sales.
- El valor óptimo para resolver el IHCP a través del programa **Winprobe**, es cuando  $r = 4$  para todos los experimentos de este trabajo.
- Se deben aislar las conexiones eléctricas de una manera adecuada para evitar la interacción eléctrica entre el horno eléctrico y el horno del baño de sales para evitar errores en las mediciones.
- Los errores obtenidos al resolver el IHCP cuando hay ruido eléctrico en las mediciones se pueden corregir utilizando los residuales que genera el programa **Winprobe**.
- El comportamiento del enfriamiento en baño de sales fundidas (para temperatura inicial constante) pertenece a una familia de curvas que pueden describirse aproximadamente con la ecuación de Weibull de cuatro parámetros.

## *CONCLUSIONES.*

- Con los parámetros de la ecuación de Weibull se pueden construir regresiones que permiten calcular parámetros para estimar curvas de flux de calor para temperaturas de enfriamiento distintas a las experimentales, lo cual puede ser muy útil para simular temples.

## **Bibliografía**

- 1.-Ch. R. Brooks, "Principles of the Heat Treatment of Plain Carbon and Low Alloy Steels". ASM International, Materials Park OH 1996
- 2.-G.E. Totten, C.E. Bates y N.A. Clinton. "Handbook of Quenchants and Quenching Technology". ASM International, Metals Park, OH, 1993.
- 3.-Anónimo, "Code of practice the safe use of molten salt baths". Publicado por el Departament of Labour. Wellington, New Zealand. 1985.
- 4.-Li, Xian-Fen; Yu, Jin; Liu, Lan-Jun; Liu, Hai-Ming; Zu, Fang-Qiu, "Effect of two-step austempering process on microstructure and properties of austempered ductile iron". Transactions of Materials and Heat Treatment. Vol. 29, no. 2, pp. 82-85. 25. Apr. 2008.
- 5.- Li, Zhuang; Wu, Di. "Materials: Austempering of hot rolled transformation-induced plasticity steels". Journal of University of Science and Technology Beijing (English Edition). Vol. 15, no. 2, pp. 143-149. Apr. 2008.

## *BIBLIOGRAFÍA.*

- 6.-Li, Gui-jiang; Peng, Qian; Wang, Jun; Li, Cong; Wang, Ying; Gao, Jian; Chen, Shu-yuan; Shen, Bao-luo. "Surface microstructure of 316L austenitic stainless steel by the salt bath nitrocarburizing and post-oxidation process known as QPQ". Surface and Coatings Technology. Vol. 202, no. 13, pp. 2865-2870. 25. Mar.2008.
- 7.-M. A. Castro. "Problema inverso en la conducción de calor en aceros". Publicado por el Laboratorio de mecánica computacional. Departamento de Física. Facultad de Ingeniería. Universidad de Buenos Aires.
- 8.-J.V. Beck, J. Litkouhi y C. R. St Clair Jr. "Efficient solution of the nonlinear inverse heat conduction problem" Numerical heat transfer, Vol. 5, (1982).
- 9.-L. Meekisho, B.Hernández-Morales, J.S.Tellez-Martinez y X.Chen. "Computed-aided cooling curve analysis using Winprobe" Int. J. Materials and Technology. Vol. 24, Nos. 1-4, pp.155-169 (2005).
- 10.- D.R. Poirier, y G.H. Geiger, "Transport Phenomena in Materials Processing, The Minerals, Metals & Materials Society" Warrendale. PA, USA. 1994.
- 11.- A.M. Dueñas Pérez. "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, 2007.
- 12.- V. Pagonis, S. M. Mian y G. Kitis. "Fit of first order thermoluminescence glow peaks using the weibull distribution function". Nuclear Technology , Vol. 93, No. 1, (2001).