



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO

FACULTAD DE QUIMICA

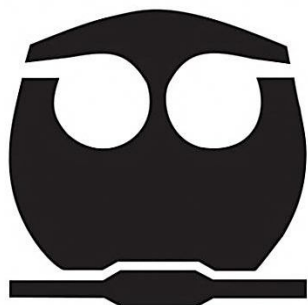
**AUSTEMPERING DE HIERRO NODULAR EN UN
REACTOR DE LECHO FLUIDIZADO**

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO QUÍMICO METALÚRGICO**

P R E S E N T A:

ELYOANY HÉCTOR ZIRAHUÉN ALCOCER LEÓN



MEXICO, D.F.

2013



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

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

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

Jurado asignado:

Presidente: Prof. BERNARDO FABIAN CAMPILLO ILLANES

Vocal: Prof. JOSÉ BERNARDO HERNÁNDEZ MORALES

Secretario: Prof. SERGIO GARCÍA GALAN

Suplente 1: Prof. ARTURO ALEJANDRO SANCHEZ SANTIAGO

Suplente 2: Prof. BALBINA OJEDA RAMÍREZ

Sitio donde se desarrolló el tema:

Departamento de Ingeniería Metalúrgica

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

Asesor del tema:

Dr. José Bernardo Hernández Morales.

Sustentante:

Elyoany Héctor Zirahuén Alcocer León

Contenido

Resumen.....	1
1 Introducción.....	2
1.1 Marco conceptual.....	2
1.2 Justificación.....	5
1.3 Hipótesis.....	6
1.4 Objetivos.....	6
1.5 Metas.....	7
2 Antecedentes.....	8
2.1 Hierros dúctiles.....	8
2.1.1 Hierro dúctil austemperizado.....	9
2.2 Tratamiento térmico de <i>austempering</i>	10
2.3 Medios de enfriamiento.....	12
2.3.1 Lecho fluidizado para tratamientos térmicos.....	12
3 Procedimiento experimental.....	15
3.1 Probetas.....	16
3.2 Dispositivo experimental.....	17
3.3 Enfriamiento con aire forzado.....	18
3.4 Tratamiento térmico.....	20
3.5 Microscopía óptica.....	21
3.6 Dureza.....	22
4 Resultados y discusión.....	23
4.1 Mejoras en el equipo.....	23
4.2 Boquilla de aire forzado.....	24
4.3 Respuesta térmica del lecho fluidizado.....	25
4.4 Reproducibilidad.....	27
4.5 Efecto del número de fluidización.....	28
4.6 <i>Austempering</i> en lecho fluidizado, sin aire forzado.....	29
4.7 Ensayo Jominy.....	31

4.8	<i>Austempering</i> en lecho fluidizado, con aire forzado	32
4.9	Microestructura	35
4.10	Dureza	37
4.11	Caracterización de la extracción de calor.....	38
4.11.1	Rapidez de enfriamiento.....	38
4.11.2	<i>Flux</i> de calor en la superficie.....	40
5	Conclusiones	46
6	Recomendaciones y trabajo a futuro	47
7	Referencias bibliográficas.....	48

Índice de figuras

Figura 2.1 Esquema del proceso de <i>austempering</i> [13].....	11
Figura 2.2 Condición de fluidización como función del tipo de fluido y su velocidad [14]	13
Figura 2.3 Esquema de un cuerpo en contacto con partículas en movimiento dentro de un lecho fluidizado [16].....	14
Figura 3.1 Procedimiento en pruebas de enfriamiento.....	15
Figura 3.2 Probeta para los estudios térmicos y de transformación.	16
Figura 4.1. Enfriamiento con aire forzado a temperatura ambiente de probetas de acero inoxidable desde 900°C, a diferentes tiempos: (a) 0 s, (b) 2 s, (c) 4 s, (d) 6 s, (e) 8 s y (f) 10 s. Para una posición de boquilla: I- horizontal y II- vertical.	25
Figura 4.2 Respuesta térmica del calentamiento en el interior del lecho fluidizado para dos temperaturas del horno alrededor del reactor.....	26
Figura 4.3 Respuesta térmica de probetas de acero inoxidable y de hierro nodular para diferentes temperaturas iniciales y del lecho fluidizado, a un $N_f=1.9$	27
Figura 4.4 Respuesta térmica de probetas de acero inoxidable AISI 304 en pruebas independientes con temperatura inicial de 900 °C y dos temperaturas del lecho fluidizado.....	28
Figura 4.5 Respuesta térmica de probetas de acero inoxidable AISI 304 en lecho fluidizado para 2 distintos números de fluidización.....	29
Figura 4.6 Curvas de enfriamiento en lecho fluidizado con $N_f = 1.9$, desde temperatura de austenización hasta 290 °C	30
Figura 4.7 Respuestas térmicas durante el ensayo Jominy del hierro nodular ASTM A-536. A la derecha se muestran las posiciones a lo largo del eje axial en las que se colocaron los termopares.	31
Figura 4.8 Curvas de enfriamiento del ensayo Jominy con la probeta de hierro nodular en dos posiciones a lo largo de la probeta y curvas de enfriamiento con probetas de los dos materiales ensayados, producidas por aire forzado a diferentes flujos volumétricos de alimentación a la boquilla.....	33
Figura 4.9 Curvas de enfriamiento, en el centro y en la sub-superficie, para la probeta de hierro nodular sujeta a enfriamiento con aire forzado a 190 LPM, seguido de <i>austempering</i> en el lecho fluidizado a 290 °C. El enfriamiento final también se realizó con aire forzado.....	34
Figura 4.10 Microestructura del hierro nodular ASTM A-536 austemperizado en lecho fluidizado a 290 °C y sin flujo de aire forzado, a 200X: a) atacado con picral, b) atacado con nital 2.....	35
Figura 4.11 Microestructura de hierro nodular ASTM A-536 austemperizado en lecho fluidizado a 290 °C con flujo de aire forzado a 190 LPM, atacadas con nital 2%.	36

Figura 4.12 Rapidez de enfriamiento local en función del tiempo, para el *austempering* a 290 °C de ambos materiales, desde temperatura de austenización de 900 °C y sin enfriamiento previo.39

Figura 4.13 Rapidez de enfriamiento local en función de la temperatura local, para el *austempering* a 290 °C de ambos materiales, desde temperatura de austenización de 900 °C y sin enfriamiento previo.40

Figura 4.14. *Flux* de calor estimado en función de la temperatura estimada en la superficie de la probeta, para el *austempering* a 290 °C, desde una temperatura de austenización de 900 °C y sin enfriamiento previo.41

Figura 4.15 *Flux* de calor estimado, en función de la temperatura superficial de la probeta, para el *austempering* en lecho fluidizado a 290 °C con enfriamiento previo con aire forzado a 190 LPM, para los dos materiales estudiados.42

Figura 4.16 Historia de *flux* de calor de la superficie (estimado) durante el tratamiento de *austempering* con una temperatura de austenización de 900 °C, temperatura del lecho fluidizado de 290 °C y enfriamiento previo con aire forzado a 190 LPM, para probetas de ambos materiales. En el círculo se muestra un detalle de la curva.44

Figura 4.17 Curvas de enfriamiento experimentales (símbolos) y estimada (línea) en tres posiciones radiales, durante el tratamiento térmico de *austempering* en lecho fluidizado. El tiempo está referido al inicio de la adquisición de datos.45

Índice de tablas

Tabla 2.1 Especificaciones ASTM A897 para hierros dúctiles autemperizados [12].....	10
Tabla 3.1 Composición química nominal del acero AISI 304 y del hierro nodular ASTM A-536 grado 65-45-12.....	16
Tabla 3.2 Condiciones experimental para el <i>austempering</i> en el lecho fluidizado	21
Tabla 4.1 Resultado de las mejoras de aislamiento en las conexiones del lecho fluidizado.....	24
Tabla 4.2 Dureza (HRC) en la orilla y el centro de la probeta de hierro nodular ASTM A-536 austemperizada con enfriamiento previo mediante aire forzado.....	37

Resumen

El hierro dúctil austemperizado (*ADI*) es una subclase de los hierros colados que fue desarrollado para mejorar las propiedades mecánicas del hierro nodular mediante un tratamiento térmico. El *austempering* 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 isotérmica a esa temperatura. El tratamiento de *austempering* permite obtener una excelente combinación de propiedades mecánicas gracias a la microestructura formada, conocida habitualmente como ausferrita, la cual es una combinación de ferrita bainítica, austenita retenida de alto contenido de carbono y nódulos de grafito.

En el presente trabajo se desarrollaron las condiciones para austemperizar un hierro nodular ASTM A-536 en un sistema diferente al baño de sales, uno igualmente eficiente pero de menor costo y mucho menos contaminante: el lecho fluidizado. Las variables número de fluidización y flujo de aire forzado (éste, en una etapa de enfriamiento previa) fueron modificadas hasta encontrar los valores adecuados para poder realizar un *austempering* exitoso de probetas cilíndricas de hierro nodular ASTM A-536.

Con los paquetes de cómputo **ModelaUNAM** y **Winprobe** (ambos desarrollados en el Departamento de Ingeniería Metalúrgica) se estimaron el *flux* de calor y la temperatura de la superficie para el tratamiento térmico del hierro nodular ASTM A536, con el fin de caracterizar la condición de frontera térmica en este proceso.

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

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 [1].

Un grupo de materiales de amplio uso en la industria son las fundiciones de hierro. Al contrario de una fundición gris, la cual contiene hojuelas de grafito, la fundición nodular tiene una estructura de colada que contiene partículas de grafito en forma de pequeños nódulos esferoidales en una matriz metálica dúctil [2]. Los hierros nodulares son similares en composición química al hierro gris, aunque contienen magnesio y cerio para provocar la precipitación del carbono en forma nodular. Dependiendo de la estructura cristalina existen los siguientes tipos de hierro nodular: ferrítico, perlítico, perlítico-ferrítico, martensítico, austenítico y austemperizado [3]. El hierro nodular austemperizado es un material muy empleado en el sector automotriz ya que presenta algunas ventajas con respecto al acero o el hierro gris, como son: mayor resistencia a la fatiga y mayor resistencia al desgaste, aunque con un costo de fabricación más elevado que el hierro gris [4]. Por su buena tenacidad, el hierro nodular

austemperizado se utiliza para la fabricación de piezas que experimentan ciclos de fatiga o desgaste prolongado, como cigüeñales, monoblocks y engranes. Esto es debido al tipo de microestructura que posee, la cual inhibe el crecimiento y propagación de grietas. En particular, el hierro nodular austemperizado (*ADI*, por sus siglas en inglés) se obtiene por medio de dos etapas de tratamiento térmico consecutivas [5]:

- *Austenitización*.- La etapa de austenitización consiste en calentar la aleación dentro de un rango de temperatura de entre 850 a 950 °C, con la finalidad de formar una microestructura de austenita homogénea. La temperatura elegida para este tratamiento depende de la siguiente etapa del proceso, así como del tipo de estructura final buscada.
- *Austempering*.- Una vez que la aleación se ha transformado en austenita homogénea, se transfiere a un horno de *austempering*, en donde se debe mantener la temperatura en un rango de 250 a 400 °C durante un tiempo determinado. En esta etapa se busca la transformación de la austenita a bainita (ausferrita). De acuerdo con las propiedades requeridas de la aleación, es como se selecciona la temperatura de *austempering*.

Tradicionalmente, el proceso de *austempering* se ha realizado en baños de sales fundidas, que potencialmente son dañinos 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 [6]. A bajas rapideces de flujo de fluido cualquier incremento en la velocidad del fluido 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 [7].

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 [7,8].

El fenómeno de la fluidificación 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" de éstas y una eficiente transferencia de energía, a la vez que evita el sobrecalentamiento de las partículas.

1.2 Justificación

Los hierros nodulares *ADI* tienen gran importancia en el ámbito industrial, ya que son ampliamente utilizados en partes de automóviles por sus buenas propiedades mecánicas. Para producir la microestructura deseada se realiza el tratamiento térmico de austemperización (*austempering*).

Las propiedades relevantes de los hierros *ADI* se obtienen por medio de un tratamiento térmico (con un control riguroso de la temperatura y el tiempo del tratamiento) que tiene como objetivo desarrollar una matriz con una estructura de bainita con ferrita (60%) y austenita retenida (estructura con alto contenido de carbono), que dan como resultado las mejores propiedades para su uso en la industria automovilística [4].

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 realizar 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 *austempering*. Entonces, es relevante averiguar si es posible realizar el proceso de *austempering* 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 *austempering* de un hierro nodular (en particular el grado ASTM A-536) exitosamente, es decir, se evitará la formación de fases de alta temperatura. Si se tiene éxito, podría substituirse al baño de sales por el reactor de lecho fluidizado.

1.4 Objetivos

El objetivo primario es encontrar las condiciones óptimas para poder realizar tratamientos térmicos de *austempering* a probetas cilíndricas de hierro nodular (ASTM A-536), utilizando un reactor de lecho fluidizado de escala laboratorio.

Como objetivo secundario se plantea caracterizar la condición de frontera térmica durante el proceso.

1.5 Metas

- i. Modificar un reactor de lecho fluidizado ya existente para realizar tratamientos térmicos de *austempering*.
- ii. Evaluar la etapa de enfriamiento en el equipo para diversos valores de número de fluidización, utilizando probetas de acero inoxidable austenítico (AISI 304).
- iii. Estimar, el *flux* de calor de la superficie durante el procesamiento de las probetas de acero inoxidable AISI 304.
- iv. Realizar el tratamiento térmico de *austempering* a un hierro nodular ASTM A-536 en un reactor de lecho fluidizado.
- v. Caracterizar la condición de frontera térmica activa, durante el procesamiento de las probetas de hierro nodular ASTM A-536.

2 Antecedentes

En esta sección se abordan aspectos fundamentales acerca del material y del tratamiento térmico utilizados en esta investigación, así como las propiedades, características y variables en este proceso. También se hace referencia a la norma relacionada con el proceso.

2.1 Hierros dúctiles

En años recientes, los fabricantes y usuarios de las fundiciones de hierro dúctil han observado el potencial en el uso de este material, como resultado de las propiedades mecánicas que ofrecen. Desde su introducción comercial en 1948, las fundiciones de hierro dúctil han sido una alternativa en cuanto a costo de fabricación con respecto a las aleaciones con cierta ductilidad, las fundiciones de acero, las piezas forjadas y otro tipo de materiales [2,10].

Los hierros dúctiles se convirtieron en una realidad industrial en 1948 y fueron producto de un tratamiento realizado en la fusión del hierro gris, lo que causó que el grafito que estaba presente en forma de hojuelas se transformara en nódulos [2]. La forma dúctil del grafito reduce el efecto de agrietamiento cuando el material es sometido a cargas cíclicas y, por lo tanto, aumenta la resistencia a la fatiga, debido a que los nodulos actúan como arrestadores de grietas [5].

En lo que respecta a la composición química, los hierros dúctiles son similares al hierro gris, aunque con adiciones de magnesio y cerio para provocar la nodularización del carbono [10].

2.1.1 Hierro dúctil austemperizado

El hierro dúctil austemperizado o *ADI* (*Austempered Ductile Iron*) es una subclase de los hierros dúctiles, constituido por una mezcla de ferrita bainítica y austenita retenida con alto contenido de carbono así como por nódulos de grafito, que se obtiene a partir de un tratamiento isotérmico en el rango de transformación bainítica.

La transformación bainítica, en analogía con la transformación perlítica, origina un microconstituyente formado por placas de ferrita y una fase residual como pueden ser los carburos, la martensita o la austenita. El balance del carbono en la transformación bainítica se vuelve inestable y más complejo debido a que estas fases alcanzan solubilidades muy superiores a las de equilibrio. Por esta razón se debe hacer énfasis que el término de ferrita bainítica no pretende llevar connotaciones de ningún tipo acerca de su contenido de carbono durante el crecimiento de las placas sino se refiere sólo al hecho de distinguir la componente ferrítica de la bainita convencional [11].

Los parámetros del ciclo térmico deben ser tales que permitan el enriquecimiento óptimo de la austenita con carbono durante la formación de la ferrita bainítica para lograr una máxima fracción de austenita retenida. Sin embargo, un tiempo de austemperización demasiado largo contribuye a la descomposición de la austenita residual enriquecida en ferrita y carburos de hierro. Esto conduce a la necesidad de diseñar y controlar con precisión el tratamiento térmico de *austempering* para que permita obtener eficientemente estas fases dado que la presencia de fases residuales como la martensita o los carburos perjudican directamente las propiedades mecánicas del *ADI* [4].

Las propiedades relevantes de los hierros dúctiles austemperizados se obtienen por medio de un tratamiento térmico (con un control riguroso de la temperatura y el tiempo del tratamiento) y tiene como objetivo desarrollar una matriz con una estructura de bainita con ferrita (60%) y austenita retenida (estructura con alto

contenido de carbono). Esta estructura es comúnmente referida como “ausferrita”. En la Tabla 2.1 se muestran las propiedades mecánicas típicas de los *ADI* según su grado, de acuerdo a la norma ASTM A897 [12].

Tabla 2.1 Especificaciones ASTM A897 para hierros dúctiles autemperizados [12]

Grado	Esfuerzo máximo MPa	Esfuerzo a la cedencia MPa	ϵ %	Dureza HB	Resistencia al impacto J
125-80-10	862	552	10	269-321	102
150-100-7	1034	690	10	302-363	81
175-125-4	1207	862	4	341-444	61
200-155-1	1379	1069	1	388-477	34
230-185	1586	1276	-	444-555	-

2.2 Tratamiento térmico de *austempering*

Los tratamientos térmicos son operaciones que involucran etapas de calentamiento y enfriamiento controladas, para obtener microestructuras específicas. De esta manera se logran obtener las propiedades mecánicas más convenientes para su uso.

El hierro dúctil puede obtener la estructura ausferrítica por medio de la adición de aleantes como Ni, Mo y Cu durante la fusión del material así como con la aplicación de un tratamiento térmico. El tratamiento térmico para obtener el hierro dúctil austemperizado se denomina austemperizado (*austempering* en inglés) y se lleva a cabo en dos etapas: austenización y *austempering*. La Figura 2.1 muestra un esquema del proceso.

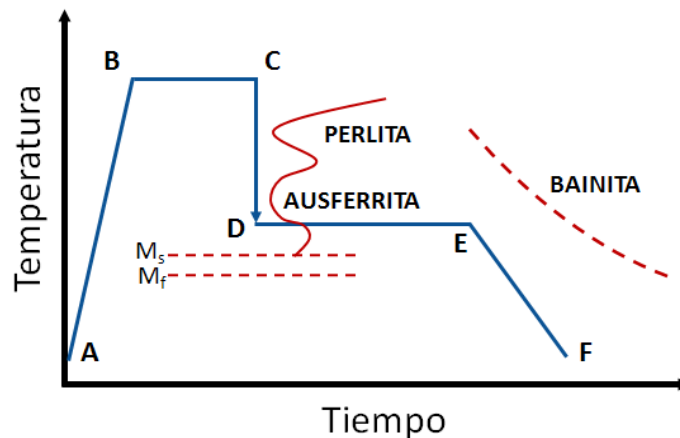


Figura 2.1 Esquema del proceso de *austempering* [13]

En la figura se aprecian los siguientes pasos:

1. Calentamiento (A-B) hasta una temperatura en el rango de austenización, normalmente entre 850 y 950 °C.
2. Austenización, para la cuál el tiempo de permanencia (tiempo de austenización) está directamente relacionado con el tipo de aleación y del área transversal que tenga la pieza a tratar; puede ser desde unos pocos minutos hasta varias horas (B-C).
3. Enfriamiento rápido hasta la temperatura de austemperizado (C-D).
4. Tratamiento isotérmico a la temperatura de *austempering*, este se realiza comúnmente en un baño que se mantiene a una temperatura constante, usualmente entre 260 y 400 °C, lo que permite la transformación isotérmica (D-E). A su vez, esta transformación se lleva a cabo en dos sub-etapas:
 - Etapa 1. Transformación parcial de la austenita [$\gamma \rightarrow \alpha + \gamma$]
 - Etapa 2. Descomposición de la austenita metaestable [$\gamma \rightarrow \alpha + \text{carburos}$]

5. Enfriamiento hasta temperatura ambiente, de manera general este paso se lleva a cabo en aire (E-F).

2.3 Medios de enfriamiento

Una estructura austemperizada de austenita y ferrita provee una resistencia y ductilidad óptimas. La matriz austemperizada es responsable por una mejora significativa en la relación resistencia a la tensión – ductilidad. Durante la producción de estas propiedades se pone especial atención al tamaño de la sección del material y al tiempo de exposición a la temperatura durante el austenizado y austemperizado. Los medios de enfriamiento para el *austempering* incluyen [4]:

- Aceite de temple caliente (sólo $\leq 240^{\circ}\text{C}$).
- Baños de sales.
- **Lechos fluidizados.**
- Baño de plomo (para aplicaciones tipo herramienta).

Las propiedades obtenidas después del *austempering* varían dependiendo de la temperatura y el tiempo de tratamiento.

2.3.1 Lecho fluidizado para tratamientos térmicos

El procedimiento de tratamiento térmico en lechos o camas fluidizadas, es una técnica que se estableció y perfeccionó en Australia [14,15].

El sistema de lecho fluidizado está basado en el principio de usar las excelentes características de los sólidos fluidizables como la alúmina (Al_2O_3). El contenedor está inicialmente lleno de alúmina de grano fino; entonces se sopla aire comprimido, ligeramente arriba de la presión atmosférica, al contenedor vía un plato poroso localizado en el fondo del reactor. El flujo uniforme producido,

causa que las partículas del medio logren un estado de suspensión y movimiento (lecho fluidizado).

Físicamente, el medio de partículas movilizadas por acción del flujo (lecho fluidizado), se comporta como un líquido. En el contenedor se desarrollan condiciones de temperatura uniforme y condiciones uniformes de transferencia de calor a lo largo del contenedor.

Una cama fluidizada por gas es considerada como una fase densa fluidizada ya que exhibe un límite superior claramente definido, es decir, se puede apreciar la frontera entre la superficie del lecho y el ambiente, al igual que el agua o cualquier fluido contenido. Sin embargo, con un flujo de gas suficientemente alto, la velocidad terminal de los sólidos es excedida con lo que la superficie superior de la cama desaparece, y los sólidos son acarreados fuera de la cama por el flujo de gas.

Esta etapa constituye la fase dispersa o diluida del lecho fluidizado que resulta en el transporte neumático de los sólidos que lo conforman. En la Figura 2.2 se muestran los tipos generales de fluidización en el reactor como función del tipo de fluido inyectado y su velocidad.

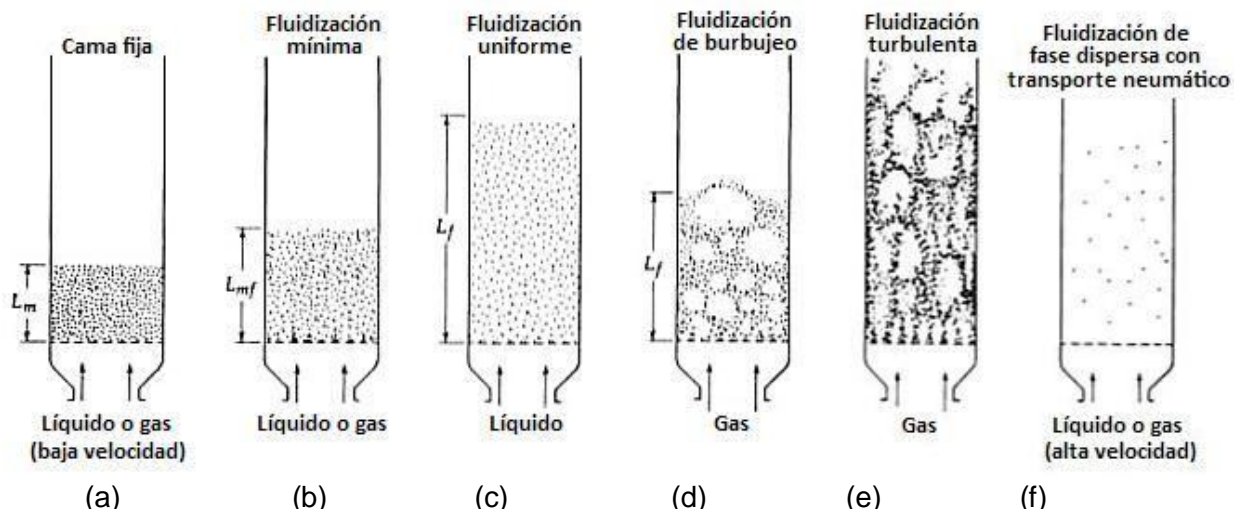


Figura 2.2 Condición de fluidización como función del tipo de fluido y su velocidad [14]

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 Reynolson [14] y más recientemente Totten y col. [13]. Esto, gracias al movimiento turbulento generado por la rápida circulación de las partículas y la enorme área interfacial gas – sólido.

Debido a la mezcla completa y a la gran área de contacto entre el gas y las partículas, un lecho totalmente fluidizado tiene pequeñas variaciones de temperatura, y el gas sale a una temperatura que está cercana a la del lecho.

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 2.3.

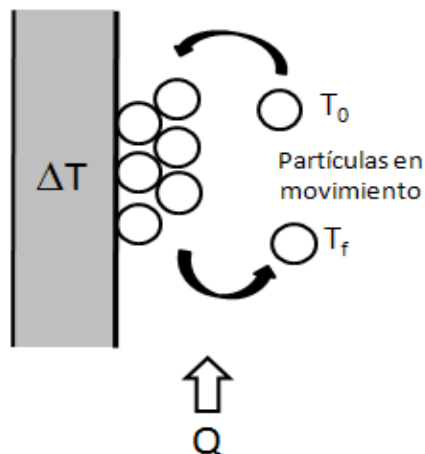


Figura 2.3 Esquema de un cuerpo en contacto con partículas en movimiento dentro de un lecho fluidizado [16]

3 Procedimiento experimental

En este capítulo se describe el procedimiento experimental aplicado para lograr el *austempering* de hierro nodular ASTM A-536 en un reactor de lecho fluidizado a escala laboratorio.

La Figura 3.1, muestra el esquema del procedimiento experimental para la determinación de la condición en el lecho fluidizado con la que pueda lograrse el tratamiento térmico de *austempering* a partir de pruebas de enfriamiento con piezas cilíndricas inicialmente de acero inoxidable austenítico AISI 304 y, finalmente, de hierro dúctil ASTM A-536.

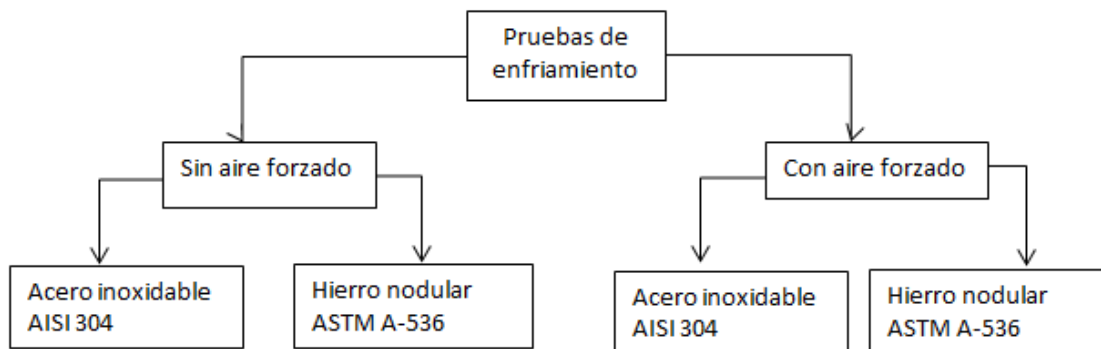


Figura 3.1 Procedimiento en pruebas de enfriamiento

La experimentación de esta investigación se puede dividir en dos partes:

- *Austempering* únicamente con el reactor de lecho fluidizado
- *Austempering* con enfriamiento de aire forzado, previo a la inmersión al lecho fluidizado.

En ambos casos, se utilizó inicialmente acero inoxidable AISI 304, para conocer la respuesta térmica de esas probetas y tomarla como base para el tratamiento de las probetas de hierro nodular.

3.1 Probetas

Se maquinaron probetas cilíndricas de 12.7 mm (1/2 pulgada) de diámetro por 50.8 mm (2 pulgadas) de altura, de hierro dúctil, ASTM A-536 grado 65-45-12 y de acero inoxidable austenítico, AISI 304. Las composiciones químicas de los materiales se muestran en la Tabla 3.1.

Tabla 3.1 Composición química nominal del acero AISI 304 y del hierro nodular ASTM A-536 grado 65-45-12

Material	% C	% Si	% Mn	% P	% Mg	% S	%Cr	%Ni
AISI 304	0.04	0.43	1.5	0.035	-	0.021	18.25	8.09
ASTM A-536	3.7	3.0	0.18	0.069	0.045	0.011	-	-

Las probetas tienen dos barrenos para colocar termopares (Figura 3.2) tipo K, de 1.58 mm (1/16 de in) y 60 cm de longitud. Los termopares son introducidos hasta la mitad de la altura de la probeta y están conectados a un equipo de adquisición de datos.

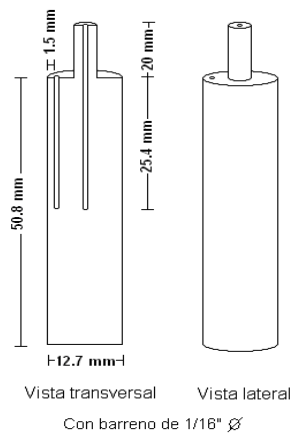


Figura 3.2 Probeta para los estudios térmicos y de transformación.

3.2 Dispositivo experimental

El trabajo experimental se desarrolló en el equipo de laboratorio que se muestra en la Figura 3.3. El equipo consiste de: una línea de alimentación de aire (1), dos rotámetros 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), un horno de resistencia eléctrica tipo libro para calentar la probeta (6) y la probeta (7). Posteriormente se agregó un dispositivo para enfriar rápidamente a la probeta mediante un chorro de aire proveniente de una tobera (8), alimentada con aire proveniente de un compresor de 235 L de capacidad y 3 HP de potencia, de marca EVANS (9).

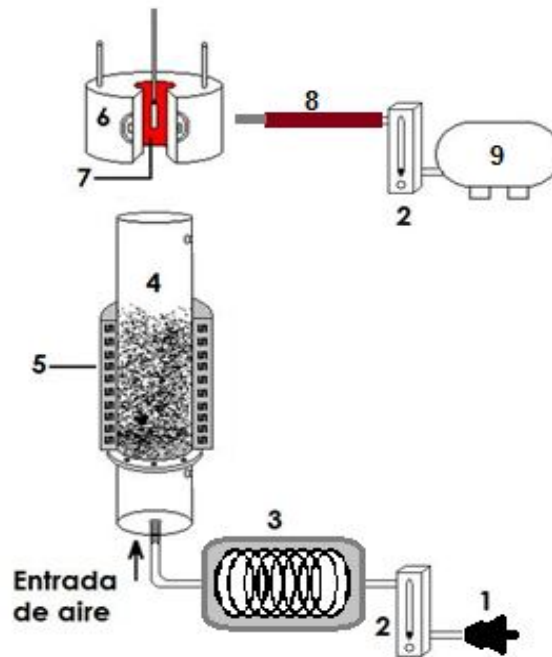


Figura 3.3 Equipo experimental para el proceso de austempering.

La probeta, instrumentada con dos termopares, se fija a una lanza de acero inoxidable para que pueda ser trasladada desde la posición de calentamiento hasta el centro del lecho fluidizado. El aire fue calentado antes de pasar por el lecho fluidizado; para ello se le hizo pasar por cinco metros de una tubería de cobre en forma de espiral, la cual a su vez se encontraba dentro de un horno de piso que se mantenía a 330 °C.

Dentro del lecho se encontraba una cama de alúmina con granulometría de malla 60. La altura del lecho (antes de pasar el aire) era de 19 cm, que son aproximadamente 4 kg. A su vez el lecho se calentaba mediante un horno de resistencia eléctrica que envolvía la columna de fluidización, manteniéndose el horno a una temperatura de 340 °C. Sin embargo se pierde mucha energía térmica, por lo que la temperatura de operación del lecho fluidizado era de 290 °C.

El reactor consiste de una columna de fluidización de 13 cm de diámetro y 70 cm de altura, unida por medio de bridas a una caja de viento cilíndrica de 13 cm de diámetro y 14 cm de altura, la cual cuenta con un orificio en el centro de su base por el que se hace pasar aire. Para distribuir adecuadamente el flujo de aire en el reactor se empleó un tapón poroso construido de arena Shell sinterizada con una granulometría controlada (malla 60), colocado en la base del reactor.

3.3 Enfriamiento con aire forzado

El distribuidor de gas en un lecho fluidizado debe estar diseñado para lograr una fluidización uniforme y estable en toda la columna de fluidización, mantener el régimen de fluidización durante largos periodos, deberá soportar el peso de la carga sin problemas, y deberá tener una elevada capacidad de extraer energía térmica [7]. Para lograr lo anterior se estudió el diseño del dispositivo de lecho fluidizado, variando el sistema de enfriamiento con un jet de aire forzado.

Siendo la cantidad de aire y posición que la boquilla de enfriamiento las variables estudiadas en este proyecto.

Para aumentar la rapidez de enfriamiento y así evitar una transformación intermedia entre la temperatura de austenización y la de austemperizado, las probetas se impactaron con aire forzado, mediante una lanza cuya boquilla de salida tiene una forma rectangular, como se muestra en la Figura 3.4. Esta boquilla provoca una ráfaga de aire en forma de abanico estrecho.

La boquilla de salida de la lanza se encontraba a una distancia de 10 cm de la probeta.



Figura 3.4 Representación esquemática del perfil de distribución de aire producido por la boquilla tipo abanico [17].

3.4 Tratamiento térmico

Para el proceso de *austempering* se utilizó la siguiente metodología:

Se calentaron las probetas hasta la temperatura de austenización mediante un horno de resistencia eléctrica tipo libro, móvil (para evitar mover la probeta de su lugar). 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 aproximadamente 10 min con el fin de homogenizar la temperatura dentro de la probeta, mientras que para las probetas de hierro nodular, el tiempo era de 20 minutos. 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 ausferrita.

Una vez que la probeta alcanzaba la temperatura deseada, se iniciaba la adquisición de datos a una frecuencia de adquisición de 1 dato por segundo. En este paso, la experimentación se divide en dos partes:

Austempering simple con el reactor de lecho fluidizado.- Consistió en retirar el horno tipo libro, para inmediatamente sumergir la probeta en el lecho cuya temperatura era de 290 °C.

Austempering con aire forzado previo a la inmersión al lecho.- A diferencia del *austempering* simple, justo después de austenizar y antes de introducir al lecho fluidizado, la probeta fue impactada por un flujo de aire forzado hasta llegar a una temperatura de 300 °C; inmediatamente, la probeta era sumergida en el lecho fluidizado a una temperatura de 290°C.

El tiempo de permanencia en el lecho fluidizado en ambos casos fue, para las probetas de acero inoxidable de aproximadamente 3 minutos (pues su única función era caracterizar el medio de enfriamiento), mientras que para las de hierro dúctil el tiempo fue de 12 minutos (para asegurar que la fracción

transformada fuera relativamente alta). Las condiciones experimentales para los experimentos finales se muestran en la Tabla 3.2.

Tabla 3.2 Condiciones experimental para el *austempering* en el lecho fluidizado

Material	AISI 304	ASTM A-536
Temperatura de austenización	900 °C	900 °C
Tiempo de austenización	10 minutos	20 minutos
Temperatura del lecho fluidizado	290 °C	290 °C
Tiempo de <i>austempering</i>	3 minutos	12 minutos
Número de fluidización	1.9 (36 LPM)	1.9 (36 LPM)
Flujo de aire forzado previo a la inmersión al lecho.	190 LPM	190 LPM

3.5 Microscopía óptica

Después del austemperizado las probetas de hierro nodular fueron preparadas para un análisis metalográfico. La probeta se cortó transversalmente a la mitad de su altura total. La superficie fue desbastada convencionalmente con lijas de SiC y pulidas con alúmina de 1.0 μm . Después del desbaste y pulido, fue atacada químicamente con Nital al 2% y observada en un microscopio óptico, Olympus PMG3, utilizándose el software *Image-Pro Plus* para analizar y adquirir imágenes de las microestructuras observadas.

3.6 Dureza

Para la medición de durezas, se realizó un corte transversal en la probeta a la mitad de su altura total, seguido del mismo procedimiento empleado para el análisis metalográfico. Las durezas fueron medidas mediante un durómetro Macromet Hardness Tester en la escala Rockwell C. Las mediciones fueron realizadas en la dirección radial.

4 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 dos tipos de materiales estudiados: ASTM A536 y AISI 304. También se presentan las metalografías y durezas medidas después del tratamiento térmico. Finalmente, se reporta la caracterización de la frontera térmica activa.

4.1 Mejoras en el equipo

Se adecuó y mejoró el equipo de lecho fluidizado con el que se contaba. Debido a que la conexión de aire entre el horno de piso y el reactor está hecha de cobre, se perdía mucha energía térmica en el recorrido del aire precalentado, teniendo que programar al horno de piso a una temperatura de 420°C para que el aire llegara al lecho a una temperatura cercana a los 270°C. Por ello dicha conexión fue disminuida en su longitud lo más posible, para que de esta manera el trayecto fuera más corto y el enfriamiento menor. Por otro lado, anteriormente, la conexión se aislaba con una cubierta de lana mineral para disminuir el enfriamiento en este tramo, lo que no era suficiente debido a la alta cantidad de energía que se transporta por este medio; por ello se aumentó la capa de lana mineral y además se recubrió ese tramo con tubo de PVC que aumentó la resistencia al flujo de energía térmica hacia el ambiente. Los resultados de estas modificaciones se muestran en la Tabla 4.1.

Tabla 4.1 Resultado de las mejoras de aislamiento en las conexiones del lecho fluidizado

	Temperatura de horno de piso (°C)	Temperatura en el interior del reactor de lecho fluidizado (°C)
Lecho al inicio del proyecto	420	270
Lecho mejorado	330	260

4.2 Boquilla de aire forzado

Como se mencionó en el Capítulo 3, se utilizó una boquilla de tipo abanico para la salida de aire forzado, y así poder pre-enfriar las probetas antes de ser introducidas al lecho fluidizado. Sin embargo la posición de la boquilla afecta el enfriamiento de las probetas. Tal y como se observa en la Figura 4.1, la primer posición ensayada (horizontal) provoca que el flujo de aire impacte solo en la zona central, por lo que el enfriamiento no es homogéneo en toda la pieza. La Figura 4.1 I-(f) presenta zonas opacas (baja temperatura) en la parte inferior de la probeta y zonas rojas (alta temperatura) en la parte superior de la probeta; este fenómeno afectaría de manera desfavorable la microestructura requerida y por ende las propiedades mecánicas.

La posición vertical de la lanza causa un impacto directo del abanico de aire en toda el área superficial de la probeta mejorando su rendimiento. La Figura 4.1 II, muestra que el impacto es homogéneo, sin embargo la probeta comienza su enfriamiento desde el centro para finalizar hasta sus extremos. A pesar de ello, su rapidez de enfriamiento fue mayor debido a que esta posición proporcionó un perfil de distribución que permitió un reparto superficial más homogéneo, pues la superficie de la pieza coincidía mejor con el abanico de aire de tal manera que se encontraban más superpuestos geoméricamente, en comparación con la posición anterior.

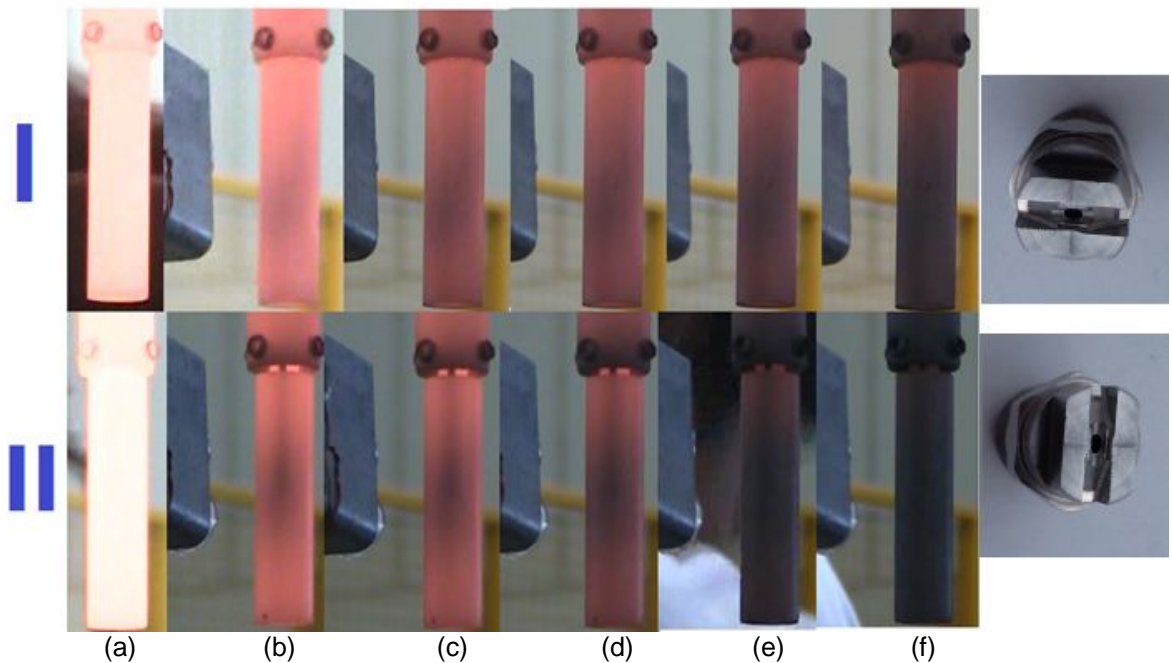


Figura 4.1. Enfriamiento con aire forzado a temperatura ambiente de probetas de acero inoxidable desde 900°C, a diferentes tiempos: (a) 0 s, (b) 2 s, (c) 4 s, (d) 6 s, (e) 8 s y (f) 10 s. Para una posición de boquilla: I- horizontal y II- vertical.

4.3 Respuesta térmica del lecho fluidizado

El tiempo en el que el lecho fluidizado estabiliza su temperatura es muy importante, debido a que la realización continua de pruebas en este sistema requiere de una planificación cuidadosa. La Figura 4.2 muestra las curvas de calentamiento del lecho fluidizado para dos temperaturas del horno; con esta información se puede establecer un tiempo mínimo desde que se encienden los hornos hasta antes de poder realizar un prueba de *austempering*. Tal y como se espera, temperaturas elevadas en el reactor de lecho fluidizado requieren tiempos largos de calentamiento.

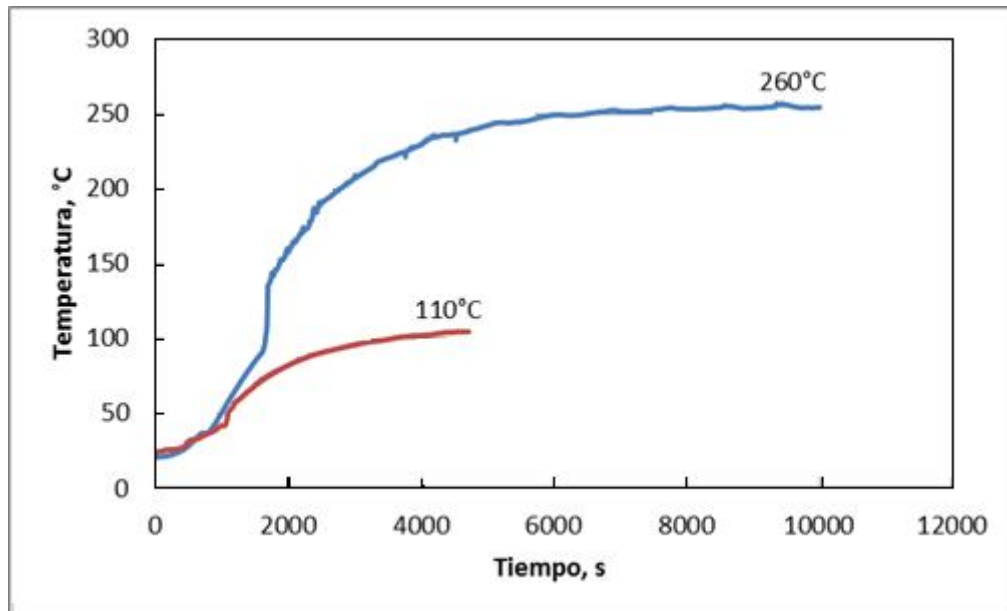


Figura 4.2 Respuesta térmica del calentamiento en el interior del lecho fluidizado para dos temperaturas del horno alrededor del reactor.

Así mismo, el lecho fluidizado requiere no solo llegar rápidamente a la temperatura de trabajo si no que, además, se necesita que la temperatura se mantenga constante por un largo periodo, pues el *austempering* de piezas industriales conlleva tiempos superiores de hasta una hora. La Figura 4.3 muestra el enfriamiento en el lecho fluidizado de probetas de acero inoxidable AISI 304 para diferentes combinaciones de temperatura inicial y temperatura del lecho fluidizado, junto con un ejemplo de la respuesta del hierro nodular desde la temperatura de austenización, todas ellas sin flujo previo de aire forzado. Se observa que se llegó a una temperatura estable con respecto al tiempo, la cual correspondía a la temperatura del lecho. En el caso de la probeta de hierro nodular, se observa claramente una recalcancia (alrededor de los 670 °C) que responde a una transformación de alta temperatura, que es indeseable en este sistema.

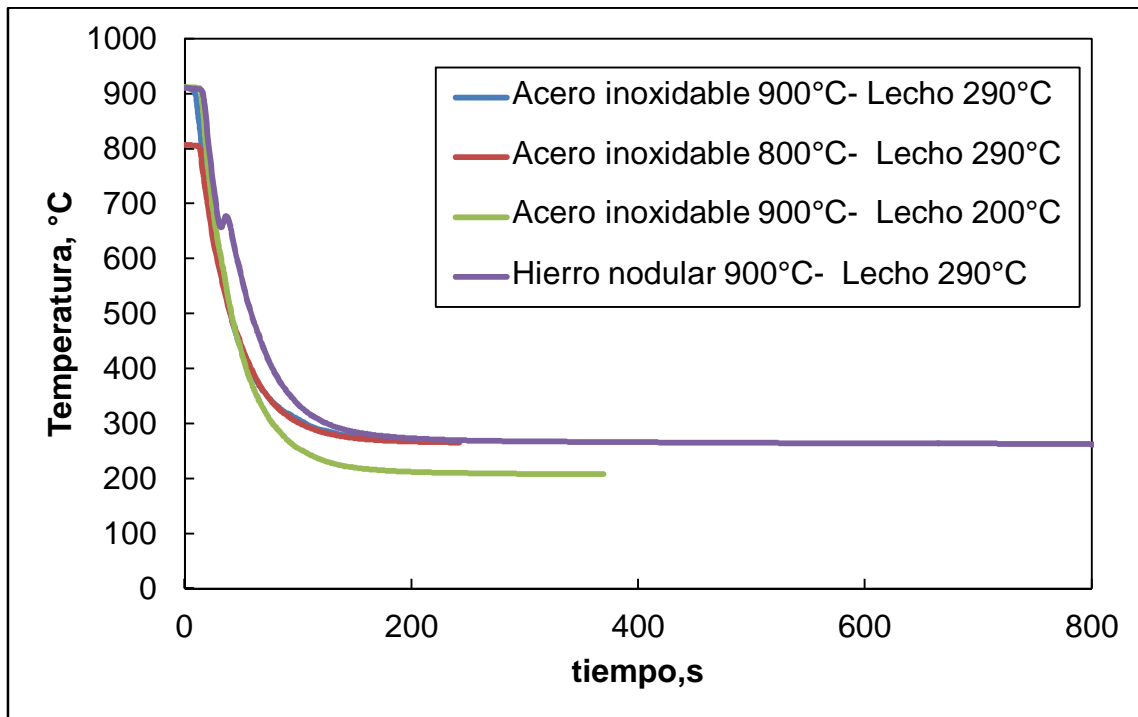


Figura 4.3 Respuesta térmica de probetas de acero inoxidable y de hierro nodular para diferentes temperaturas iniciales y del lecho fluidizado, a un $N_f=1.9$.

4.4 Reproducibilidad

Todas las pruebas fueron realizadas por duplicado para confirmar su reproducibilidad. Así, en la Figura 4.4 se muestran las curvas de enfriamiento de dos diferentes condiciones experimentales (dos temperaturas del lecho fluidizado: 200 y 290 °C) obtenidas en experimentos por duplicado. Se observa que no hay variaciones en los resultados para ninguna de las condiciones, lo que indica que el sistema de lecho fluidizado no tiene un cambio en su comportamiento térmico al modificar las variables experimentales, 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 resultan muy similares, lo que es causado porque el reactor tiene una alta capacidad de extracción de calor a altas temperaturas haciendo que no se vea una diferencia significativa, si no hasta llegar a temperaturas cercanas a la del lecho fluidizado.

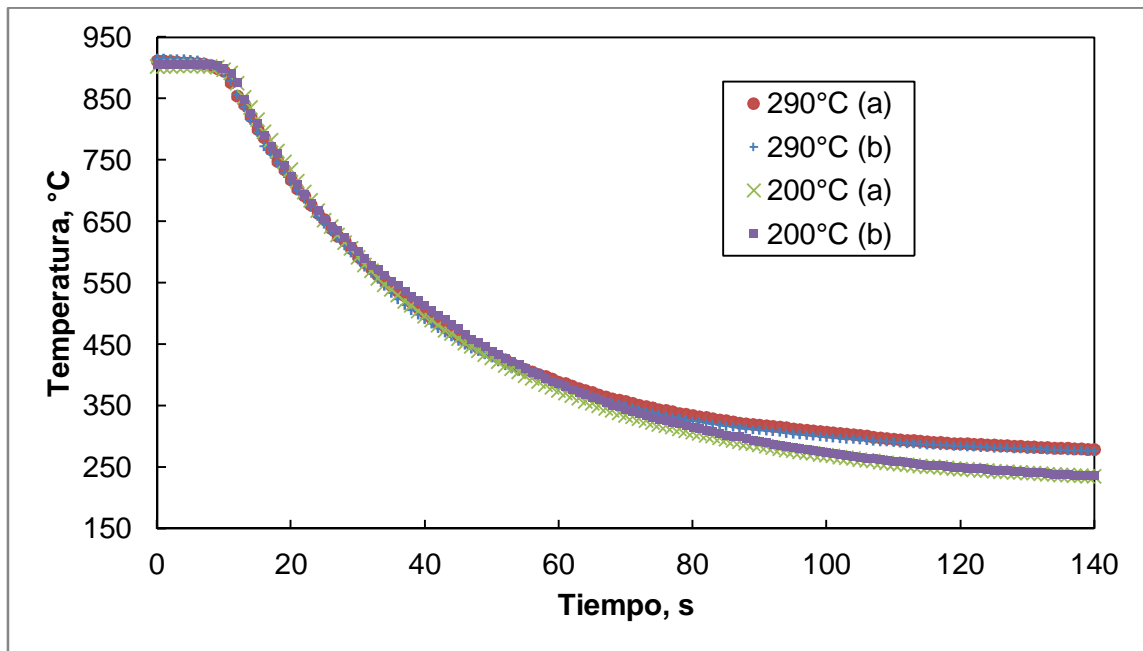


Figura 4.4 Respuesta térmica de probetas de acero inoxidable AISI 304 en pruebas independientes con temperatura inicial de 900 °C y dos temperaturas del lecho fluidizado.

4.5 Efecto del número de fluidización

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 4.5 se grafican las respuestas térmicas de probetas de acero inoxidable AISI 304 enfriadas desde 900 °C en lechos fluidizados con número de fluidización de 2 y 3. 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 debió a la agitación que produjo el gas, por ello es que a mayor N_f , mayor fue la rapidez de enfriamiento.

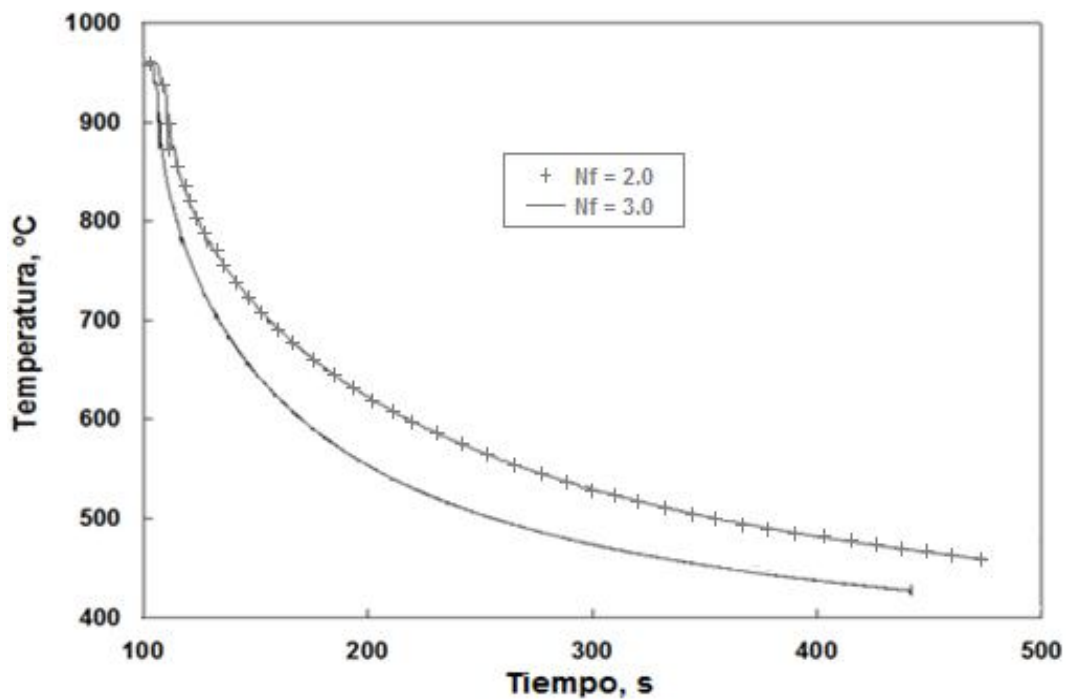


Figura 4.5 Respuesta térmica de probetas de acero inoxidable AISI 304 en lecho fluidizado para 2 distintos números de fluidización.

4.6 Austempering en lecho fluidizado, sin aire forzado

La Figura 4.6 muestra las curvas obtenidas al austemperizar (desde 900 °C hasta 290 °C) probetas de hierro nodular ASTM A-536 y de acero inoxidable AISI-304, en un lecho fluidizado con $N_f = 1.9$, el cual corresponde (a esa temperatura del lecho fluidizado) a 38 LPM de aire forzado. Las curvas

observadas son muy diferentes en cuanto a que el hierro nodular presentó una recalescencia cerca de los 650°C, la cual indica que existe una transformación de fase (indeseable) de alta temperatura. Esta transformación exotérmica ocurre en el *austempering* cuando el reactor no tiene la capacidad de absorber la energía térmica a la rapidez requerida, por lo que el proceso de *austempering* no se logró satisfactoriamente. Uno de los objetivos del lecho fluidizado era enfriar el hierro nodular a una cierta rapidez con la cual se evite tocar la nariz de la curva TTT. Por ello fue necesario incluir un dispositivo de mayor enfriamiento previo a la inmersión al lecho fluidizado.

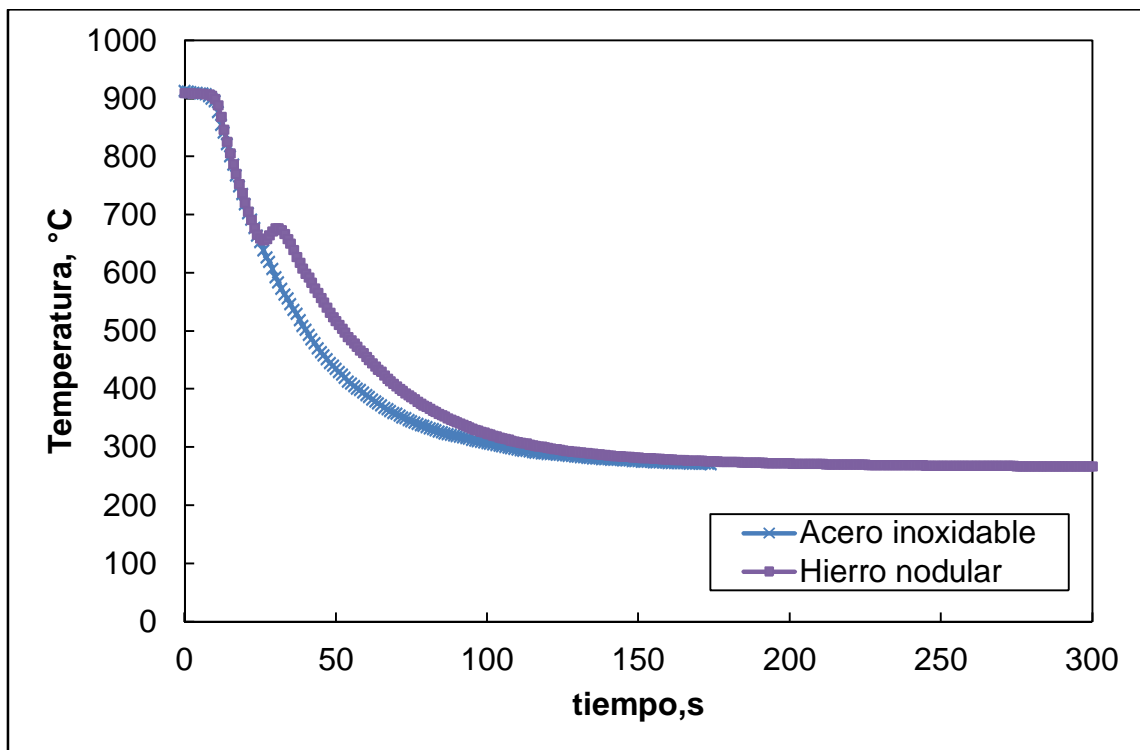


Figura 4.6 Curvas de enfriamiento en lecho fluidizado con $N_f = 1.9$, desde temperatura de austenización hasta 290 °C

4.7 Ensayo Jominy

Se realizó un ensayo Jominy con el hierro nodular ASTM A-536, con el fin de conocer la rapidez de enfriamiento precisa para evitar la transformación perlítica. Para ello, se instrumentó una probeta Jominy con 8 termopares tipo K de 1/16 " de diámetro, insertados en barrenos perpendiculares al eje axial de la probeta. Las curvas de enfriamiento para diferentes posiciones a lo largo de la probeta Jominy se grafican en la Figura 4.7. Las curvas fueron nombradas en referencia a su distancia de la base templada y en términos de 1/16", es decir, J1 está a 1/16" de la base, mientras que J61 está a 61/16" de la base. Es posible observar que existe una transformación a bajas rapidezces de enfriamiento, que ocurre entre los 650 y 750°C (lo cual coincide con el resultado mostrado en la Figura 4.6). Si se quiere evitar esta transformación de fase, es necesario enfriar el material a rapidezces iguales o mayores a la curva J5, la cual representa el límite para evitar la nariz de la curva TTT.

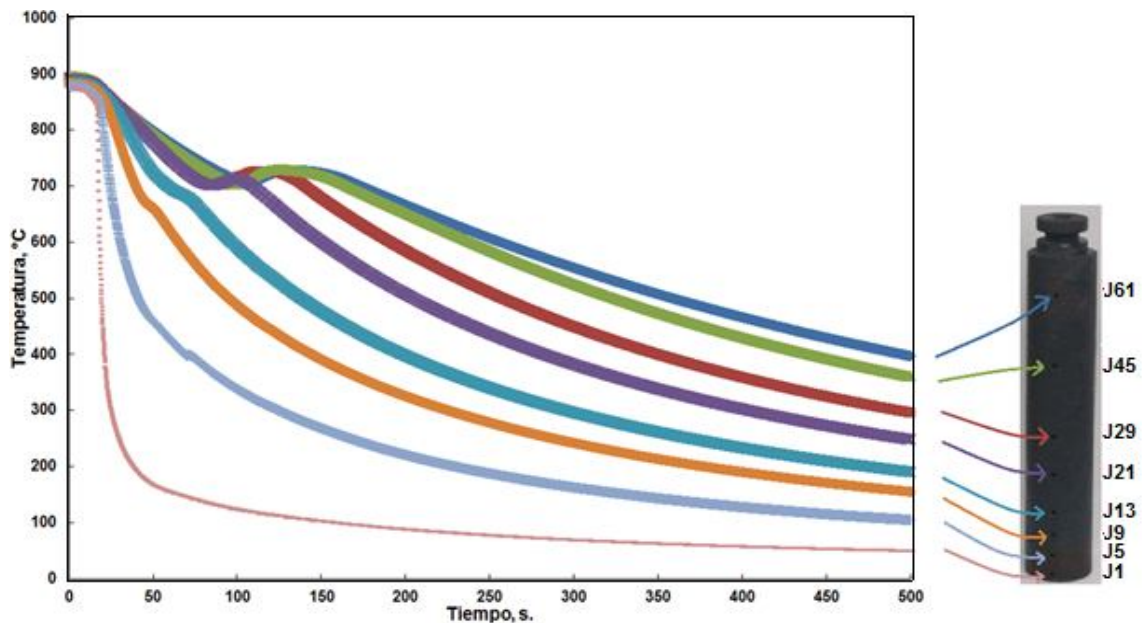


Figura 4.7 Respuestas térmicas durante el ensayo Jominy del hierro nodular ASTM A-536. A la derecha se muestran las posiciones a lo largo del eje axial en las que se colocaron los termopares.

4.8 Austempering en lecho fluidizado, con aire forzado

Con base en la información obtenida del ensayo Jominy, se graficaron las respuestas térmicas límite para la transformación de alta temperatura, que corresponden a las curvas “J9” (primera curva que muestra transformación) y “J5” (última curva en no mostrar transformación) para compararse con las curvas de enfriamiento producidas con aire forzado (a diferentes flujos volumétricos de aire alimentado a la boquilla), para probetas de acero inoxidable y de hierro nodular (ver Figura 4.8).

Se puede observar que las probetas de acero inoxidable AISI 304 enfriadas con un flujo de aire de 95 LPM no se enfrían a la rapidez necesaria como para asegurar que no ocurra ninguna transformación antes de alcanzar la temperatura de *austempering*; esto se corroboró al enfriar bajo las mismas condiciones una probeta de hierro nodular, obteniéndose una curva de enfriamiento cuya recalescencia a alta temperatura es evidencia de transformación de fase indeseable. Al aumentar el flujo de aire forzado hasta 190 LPM para enfriar una probeta de acero inoxidable AISI 304 desde 900 °C, se obtuvo un enfriamiento prácticamente igual al que, de acuerdo con el ensayo Jominy, asegura evitar la transformación de alta temperatura.

En la Figura 4.8 se observa que el aire forzado asegura que la nariz de transformación (zonas cercanas a la curva “J9”) no sea cruzada antes de alcanzar la temperatura del medio de *austempering*.

Por otro lado, las pruebas de *austempering* sin aire forzado muestran una rapidez de enfriamiento menor; esto provoca que el hierro inicie su transformación antes de alcanzar la temperatura del medio de *austempering*. Con base en lo anterior, es posible afirmar que se logra el control del tratamiento térmico por medio de la acción del aire forzado antes de la inmersión al lecho fluidizado. Además, al considerar que la difusividad térmica del hierro dúctil es ligeramente mayor que la del acero inoxidable, se ve que se

tendrá una rapidez de enfriamiento todavía mayor. Con estas mejoras, el dispositivo experimental quedó listo para realizar la prueba final de *austempering* con hierro dúctil ASTM A-536.

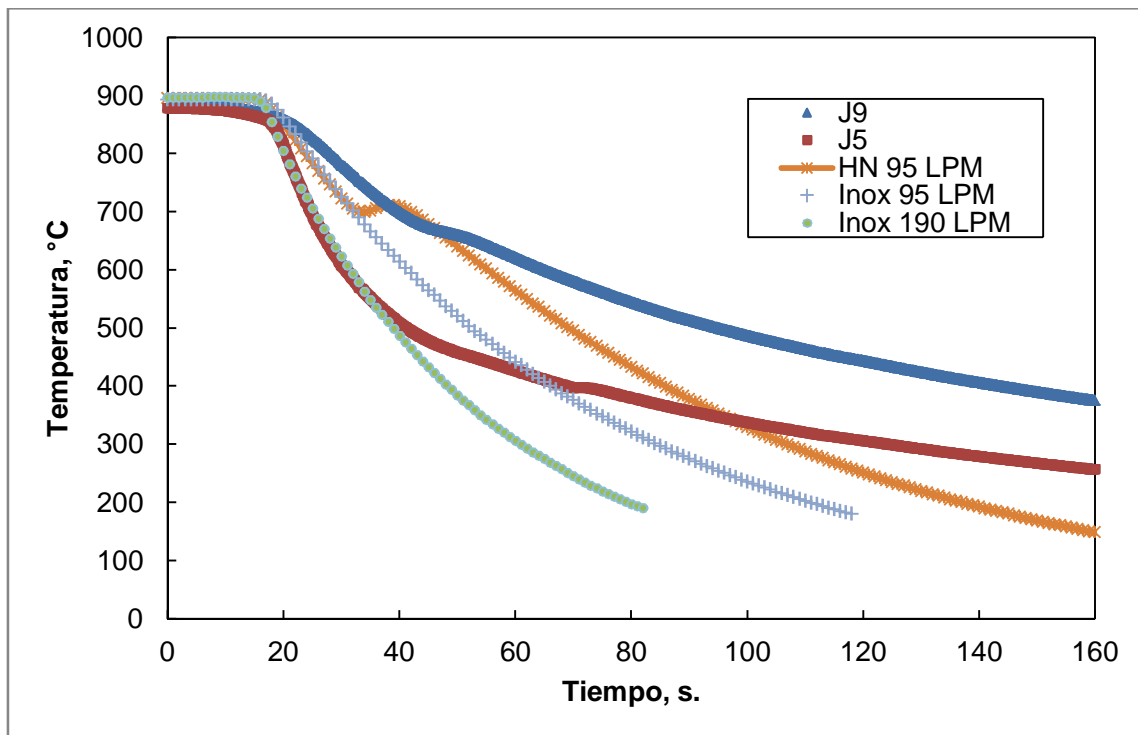


Figura 4.8 Curvas de enfriamiento del ensayo Jominy con la probeta de hierro nodular en dos posiciones a lo largo de la probeta y curvas de enfriamiento con probetas de los dos materiales ensayados, producidas por aire forzado a diferentes flujos volumétricos de alimentación a la boquilla.

Finalmente, con las condiciones óptimas para un enfriamiento rápido previo a la etapa de transformación isotérmica, se austemperizó una probeta de hierro nodular ASTM A-536 con un flujo de aire forzado de 190 LPM aplicado en el rango de temperatura que va desde la temperatura de austenización (900 °C) hasta 300 °C; inmediatamente después, la pieza fue introducida en el lecho fluidizado a 290 °C. La Figura 4.9 muestra la curva de enfriamiento del ciclo de tratamiento térmico completo, la cual muestra que no hay una transformación intermedia entre las temperaturas de austenización y de *austempering*. El tiempo de permanencia en el lecho fue de 12 minutos, para asegurar una

significativa transformación ausferrítica; finalmente la probeta se extrajo del lecho y fue enfriada con aire forzado a 190 LPM hasta temperatura ambiente.

Se puede observar que al introducir la probeta al lecho fluidizado, la curva de la sub-superficie baja abruptamente hasta temperaturas un poco menores a los 290 °C y luego sube para estabilizarse térmicamente, mientras que para el centro la curva de enfriamiento nunca muestra temperaturas por debajo de los 290 °C. Este comportamiento se debe a dos razones: la primera es el cambio en el medio de enfriamiento, teniéndose una mucho menor capacidad de extracción de calor en el lecho fluidizado que en el aire forzado, y la segunda es la resistencia al transporte de energía térmica por el mecanismo de conducción, lo que suaviza la respuesta térmica en el centro de la probeta.

Esta curva es un indicador de que fue posible austemperizar el hierro nodular bajo las condiciones propuestas; sin embargo, para corroborarlo se realizó una metalografía y ensayos de dureza.

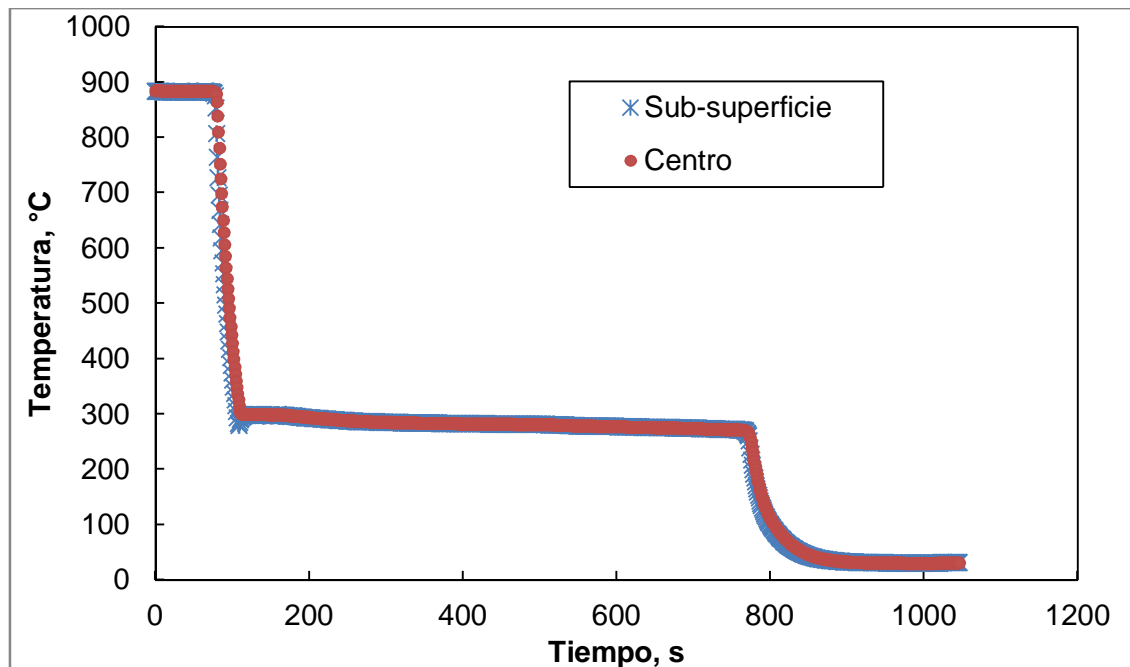


Figura 4.9 Curvas de enfriamiento, en el centro y en la sub-superficie, para la probeta de hierro nodular sujeta a enfriamiento con aire forzado a 190 LPM, seguido de *austempering* en el lecho fluidizado a 290 °C. El enfriamiento final también se realizó con aire forzado.

4.9 Microestructura

Se realizó una metalografía a la probeta de hierro nodular austemperizada a 290 °C en el lecho fluidizado y sin flujo de aire forzado. Tal y como se esperaba a partir de la curva de enfriamiento medida, esta pieza transformó de austenita a perlita durante el enfriamiento. La Figura 4.10 (a) muestra la presencia de perlita (zonas oscuras) alrededor de los nódulos de grafito; al ser atacada con nital 2 (Figura 4.10 b), se pueden observar moderadas cantidades de ausferrita (agujas). Esta microestructura indica que el tratamiento térmico no fue realizado exitosamente, por lo cual las propiedades mecánicas no serán las esperadas. Por otro lado, la ya mencionada presencia de ausferrita muestra que aunque hubo una transformación intermedia en el proceso, el austemperizado se pudo efectuar en zonas que no terminaron la transformación perlítica; sin embargo, estas zonas lejanas a los nódulos contienen menor concentración de carbono, por lo cual la formación de ausferrita es relativamente pequeña, observándose finalmente una escasa concentración de esta fase.

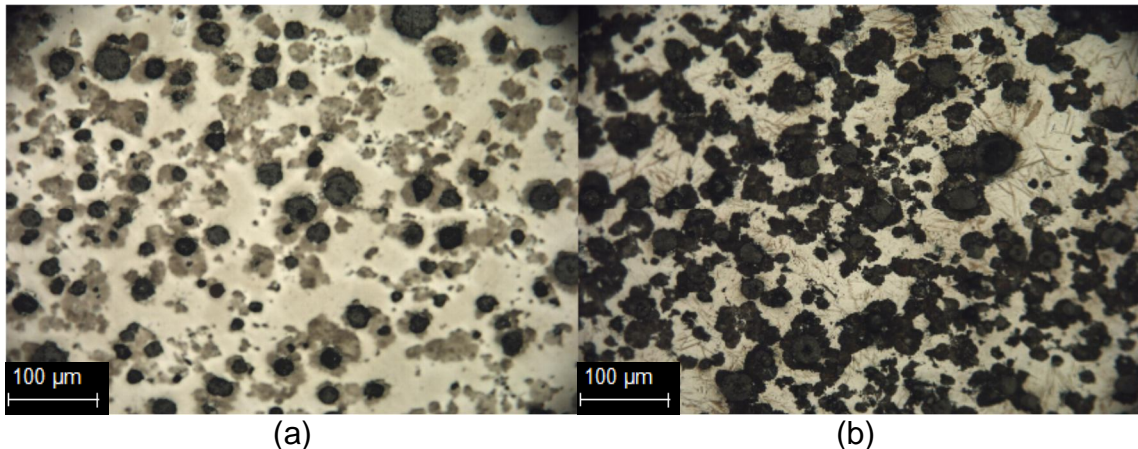


Figura 4.10 Microestructura del hierro nodular ASTM A-536 austemperizado en lecho fluidizado a 290 °C y sin flujo de aire forzado, a 200X: a) atacado con picral, b) atacado con nital 2.

La Figura 4.11 muestra las metalografías obtenidas para la prueba de *austempering* del hierro dúctil realizadas a una temperatura de austenización de 900 °C, flujo de aire forzado de 190 LPM y temperatura de *austempering* de 290 °C. En estas metalografías se puede ver la presencia de la ausferrita. En las metalografías se observan texturas constituidas por zonas blancas que corresponden a la austenita retenida, zonas oscuras que corresponden a las placas de ferrita bainítica y nódulos de grafito. El tiempo de *austempering* influye sobre la formación de las placas de ferrita bainítica [9]; sin embargo se restringió este tiempo a únicamente 12 minutos, lo cual resultó en una matriz con alta concentración de ausferrita. También se observa que la ferrita bainítica tiende a crecer en los alrededores de los nódulos de grafito. Ello se debe a que las zonas cercanas a los nódulos representan sitios de mayor concentración de carbono, por lo que al austemperizar la pieza, la austenita aledaña a los nódulos estaba más enriquecida de carbono y pudo formar la ausferrita.

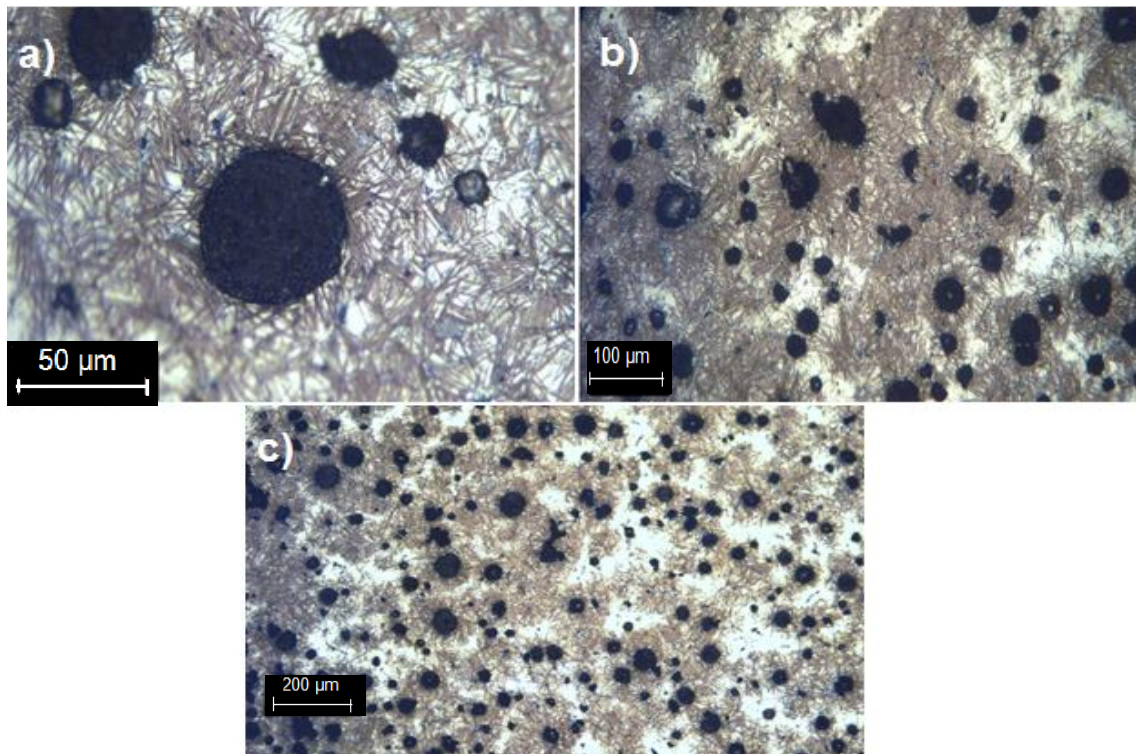


Figura 4.11 Microestructura de hierro nodular ASTM A-536 austemperizado en lecho fluidizado a 290 °C con flujo de aire forzado a 190 LPM, atacadas con nital 2%.

4.10 Dureza

La dureza fue medida a lo largo de la dirección radial en la probeta de hierro nodular ASTM A-536, después de ser austemperizada. Como lo indica la Tabla 4.2, las durezas obtenidas son prácticamente las mismas en la orilla de la probeta que en su centro geométrico, lo cual indica que la microestructura es homogénea en la pieza. Igualmente, la desviación estándar para ambas zonas es relativamente baja, lo que confirma la afirmación anterior.

A tiempos de *austempering* cortos, como los experimentales en esta investigación, se observó una elevada dureza del ADI debido a que se formó una cierta cantidad de martensita, la cual contribuye al incremento de la dureza. La presencia de esta fase a tiempos cortos no se puede corroborar con las micrografías tomadas con el microscopio óptico, para ello es necesario el uso de microscopios electrónicos u otras técnicas de caracterización microestructural.

Tabla 4.2 Dureza (HRC) en la orilla y el centro de la probeta de hierro nodular ASTM A-536 austemperizada con enfriamiento previo mediante aire forzado.

Posición	Dureza promedio (HRC)	Desviación estándar (HRC)
Orilla	48.8	0.7
Centro	49.4	1.3

Al comparar este resultado con la norma ASTM A897, se puede apreciar que el hierro ADI obtenido entra en la clasificación número 5 ó grado 1600/230, la cual es la más alta en propiedades mecánicas y, por tanto, puede utilizarse para la fabricación de piezas como maquinaria de camiones pesados, engranajes y equipo agrícola y de construcción.

4.11 Caracterización de la extracción de calor

A continuación se presenta el tratamiento de datos obtenidos experimentalmente, que consiste en el uso de los paquetes de cómputo **ModelaUNAM** y **Winprobe** [18-20], los cuales, mediante la técnica de solución de problema inverso de conducción de calor (*IHCP* por sus siglas en inglés) [18-20], dan como resultado la estimación del *flux* de calor y de la temperatura, ambos en la superficie de la probeta, durante el tratamiento térmico.

4.11.1 Rapidez de enfriamiento

La rapidez de enfriamiento local se calcula como la derivada numérica (utilizando una diferencia finita hacia delante de dos puntos) de la curva de enfriamiento registrada experimentalmente en un punto específico de la probeta. La historia de rapidez de enfriamiento (curva rapidez de enfriamiento como función del tiempo) local para el tratamiento de *austempering* en lecho fluidizado a 290 °C y sin enfriamiento previo se muestra en la Figura 4.12 para ambos tipos de acero. La gráfica corrobora la presencia de una transformación de alta temperatura en el proceso de *austempering* en lecho fluidizado, sin enfriamiento previo. La historia de rapidez de enfriamiento es una curva monotónica 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 hierro nodular presenta un cambio brusco en un tiempo cercano a los 60 segundos. Este cambio indica que la rapidez con la que paulatinamente 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.

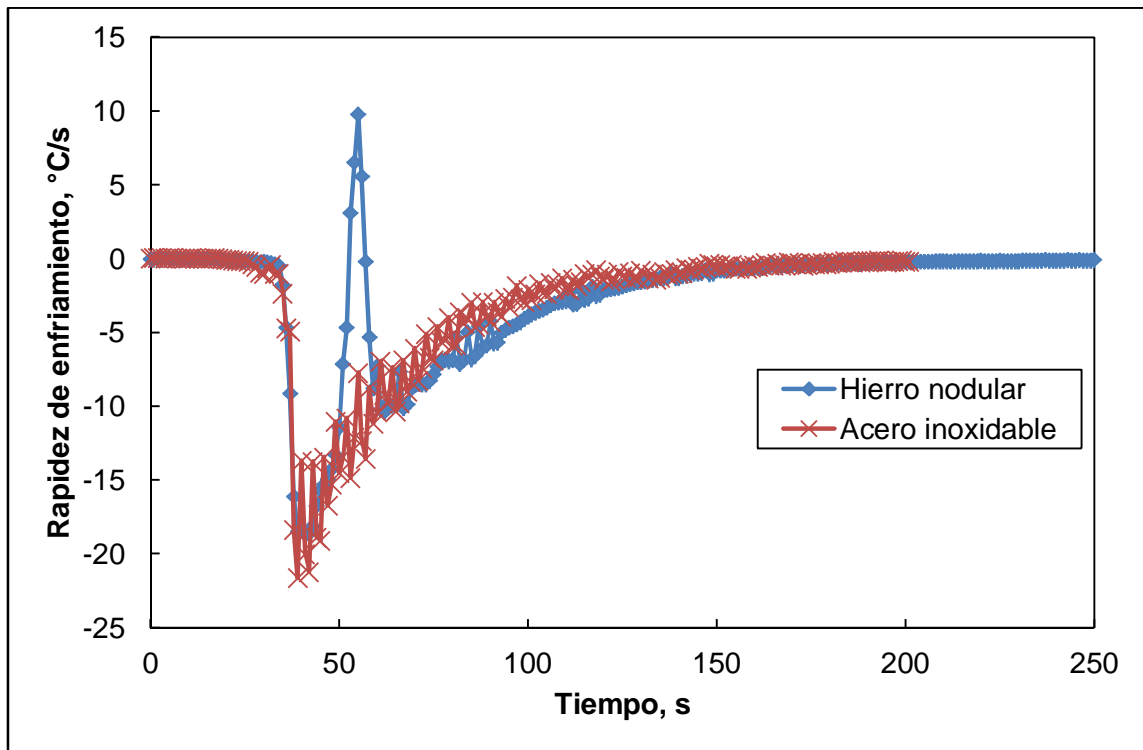


Figura 4.12 Rapidez de enfriamiento local en función del tiempo, para el *austempering* a 290 °C de ambos materiales, desde temperatura de austenización de 900 °C y sin enfriamiento previo.

Como se mencionó anteriormente, para evitar la transformación de fase a alta temperatura ocurrida bajo las condiciones de lecho fluidizado a 290 °C, se tuvo que implementar además un dispositivo de aire forzado después del austenizado y previo a la inmersión al lecho. El aire forzado agilizaría el enfriamiento por convección, aumentando así la rapidez de enfriamiento, lo que conduciría a evitar la nariz de la curva de transformación.

La Figura 4.13 muestra la rapidez de enfriamiento local para probetas de acero inoxidable AISI 304 y de hierro nodular ASTM A-536, en función de la temperatura local. Estas curvas muestran que el acero inoxidable presenta una rapidez de enfriamiento muy semejante a la del hierro nodular, con la ventaja de no transformar alotrópicamente, por lo que para poder implementar otro dispositivo de enfriamiento previo al lecho fluidizado, el acero inoxidable serviría como buen indicador para medir la rapidez de enfriamiento necesaria para evitar esta transformación. De nueva cuenta, la curva para el hierro nodular

ASTM A-536 muestra una desviación en el enfriamiento, atribuible a la transformación de fase exotérmica a alta temperatura. La línea punteada indica el punto de inicio de la transformación a alta temperatura.

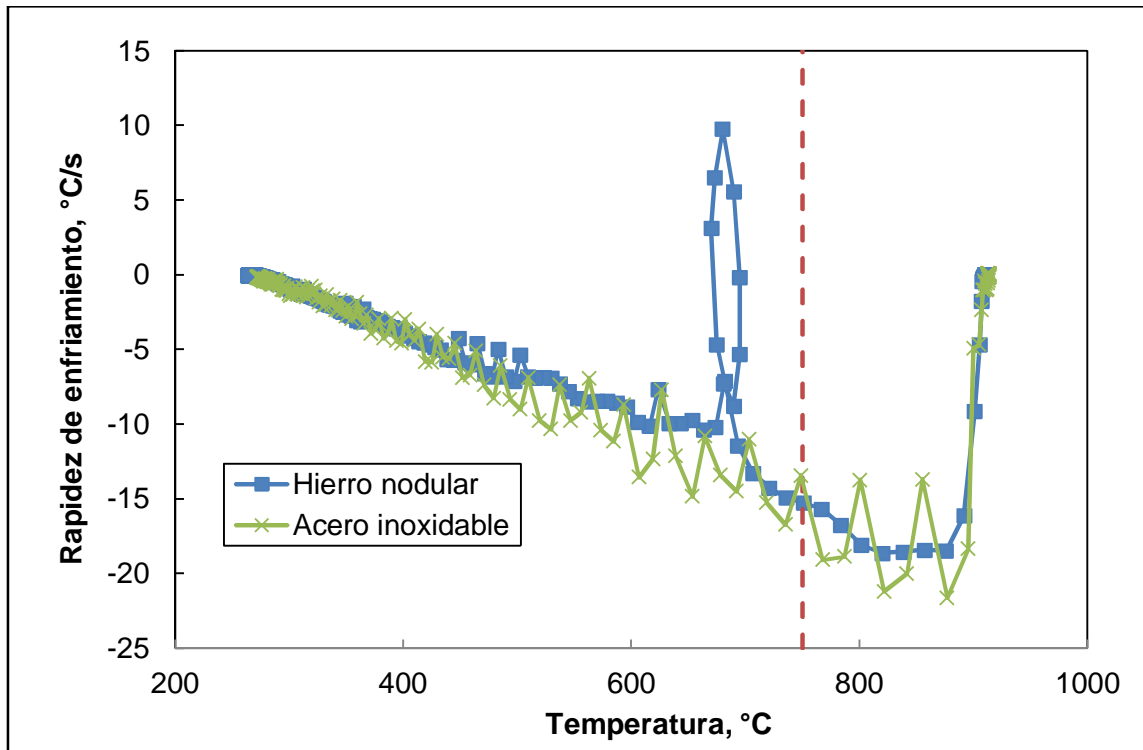


Figura 4.13 Rapidez de enfriamiento local en función de la temperatura local, para el *austempering* a 290 °C de ambos materiales, desde temperatura de austenización de 900 °C y sin enfriamiento previo.

4.11.2 Flux de calor en la superficie

Los datos experimentales se trataron con los paquetes computacionales **ModelaUNAM** y **Winprobe** [18-20] (ambos desarrollados en el Departamento de Ingeniería Metalúrgica) para estimar el *flux* de calor en la superficie de la probeta y la temperatura de ese punto. Al graficar el *flux* de calor estimado en función de la temperatura también estimada, tal y como se observa en la Figura 4.14, es posible visualizar que el *flux* de calor extraído de la probeta para un

acero inoxidable es muy parecido al del hierro nodular; sin embargo, ya que el hierro sufrió una transformación exotérmica, el flux obtenido no corresponde realmente al proceso de extracción de energía. Por lo anterior, no es posible caracterizar las condiciones de frontera para la extracción de calor de hierro nodular en el lecho fluidizado, pues es necesario realizar un *austempering* adecuado, es decir sin transformación de fase intermedia en el enfriamiento.

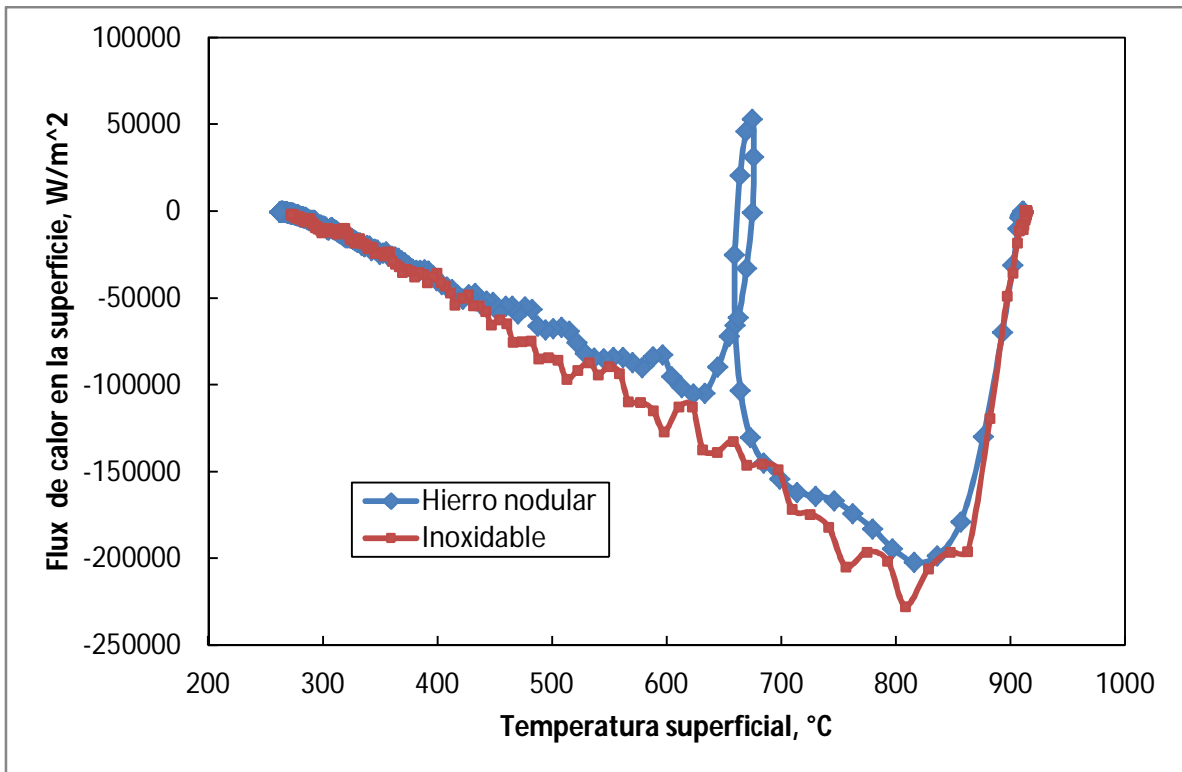


Figura 4.14. Flux de calor estimado en función de la temperatura estimada en la superficie de la probeta, para el *austempering* a 290 °C, desde una temperatura de austenización de 900 °C y sin enfriamiento previo.

La Figura 4.15 muestra las curvas de *flux* de calor en función de la temperatura para la superficie, durante el austemperizado de las probetas de hierro nodular ASTM A-536 e inoxidable AISI 304, bajo las condiciones de aire forzado a 190 LPM y lecho fluidizado a 290°C. Se puede observar que el *flux* de calor en ambos casos llega hasta un valor máximo cerca de los 750 °C y luego va disminuyendo conforme la fuerza motriz (que en este caso es la diferencia entre la temperatura de la superficie de la probeta y la del medio) decrece. De nueva

cuenta, se aprecia un marcado decremento en la extracción de calor correspondiente al momento en el que se corta el enfriamiento con aire forzado y se sumerge la probeta en el lecho fluidizado. Por último, la probeta de hierro nodular se enfrió desde 290 °C hasta temperatura ambiente con aire forzado después del tiempo de permanencia en el lecho fluidizado (12 minutos), para finalizar así el tratamiento térmico, lo cual no fue necesario realizar en la probeta de acero inoxidable AISI 304; por ello es que la curva de este último no presenta datos de temperatura por debajo de los 290°C. Nótese que en ambas curvas se nota un “bucle” debido a que la inercia térmica durante el enfriamiento en el aire llevó a un ligero subenfriamiento de la probeta.

Por otro lado, también es posible observar que durante el enfriamiento para ambas probetas las curvas están casi traslapadas, 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 hierro nodular, con el consecuente ahorro de material.

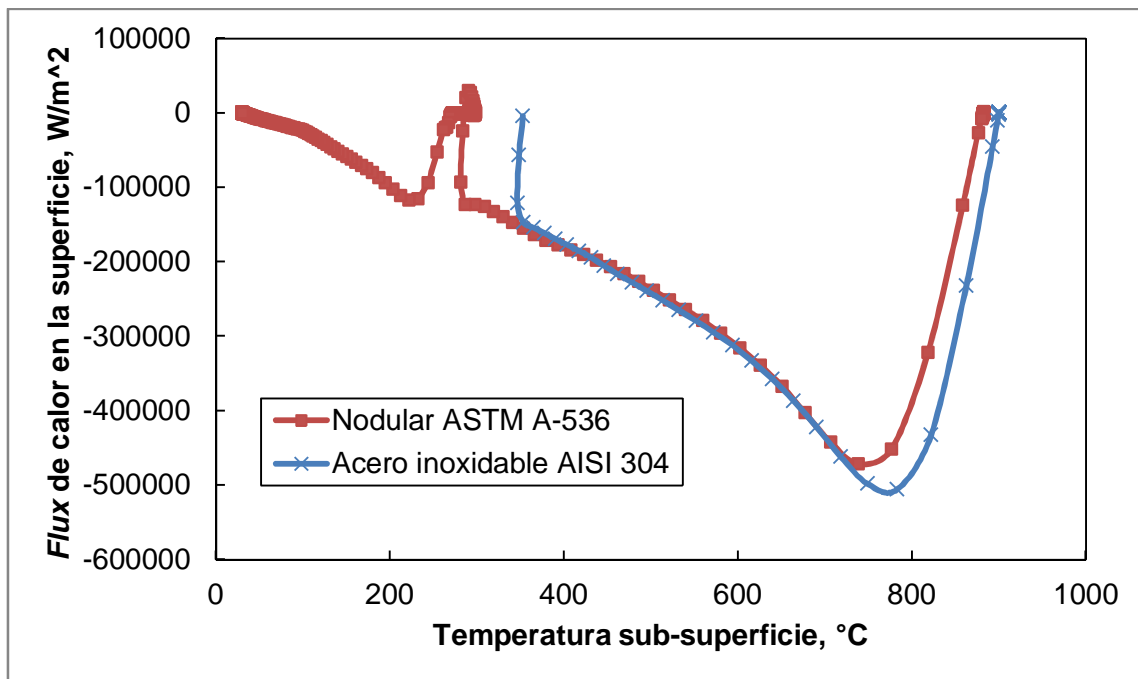


Figura 4.15 Flux de calor estimado, en función de la temperatura superficial de la probeta, para el *austempering* en lecho fluidizado a 290 °C con enfriamiento previo con aire forzado a 190 LPM, para los dos materiales estudiados.

También es posible graficar a la historia del *flux* de calor de la superficie (curva de *flux* de calor como función del tiempo), tal como se muestra en la Figura 4.16, para la prueba final. En la figura se observa que el *flux* de calor aumenta hasta llegar al máximo y luego disminuye hasta casi cero en pocos segundos: desde que comienza el aire forzado a enfriar la probeta desde la temperatura de austenización (900 °C) hasta 300 °C justo antes de introducirla al lecho fluidizado solo pasan cerca de 25 segundos mostrando que este sistema bajo las condiciones de aire forzado a 190 LPM, tiene una severidad lo suficientemente alta como para evitar la curva de transformación de este material, la cual cabe mencionar que ocurre a pocos segundos de inicio del tratamiento.

Por otro lado, al ampliar la zona de enfriamiento en los primeros instantes del proceso es posible observar claramente el efecto del cambio en el medio de enfriamiento, que se muestra como un cambio en la pendiente de la curva (indicado por una flecha en el detalle de la gráfica). Dado que la inercia térmica durante la etapa de enfriamiento con aire forzado lleva a la temperatura de la superficie de la probeta a un valor ligeramente por debajo de la temperatura del lecho fluidizado, al sumergir la probeta en éste el lecho le transfiere calor hasta que la temperatura de la superficie de la probeta iguala a la del lecho fluidizado; a partir de este momento el *flux* de calor neto es cero. Finalmente, se registra una nueva extracción de energía para la probeta de hierro nodular cerca de los 800 segundos, la cual corresponde al enfriamiento con aire forzado hasta temperatura ambiente.

Con esta curva se puede confirmar tanto la adecuada historia de extracción de energía por parte del dispositivo para el tratamiento térmico requerido como, también, la estabilidad térmica (con el tiempo) requerida durante largos periodos en el proceso de *austempering* de hierro nodular ASTM A-536.

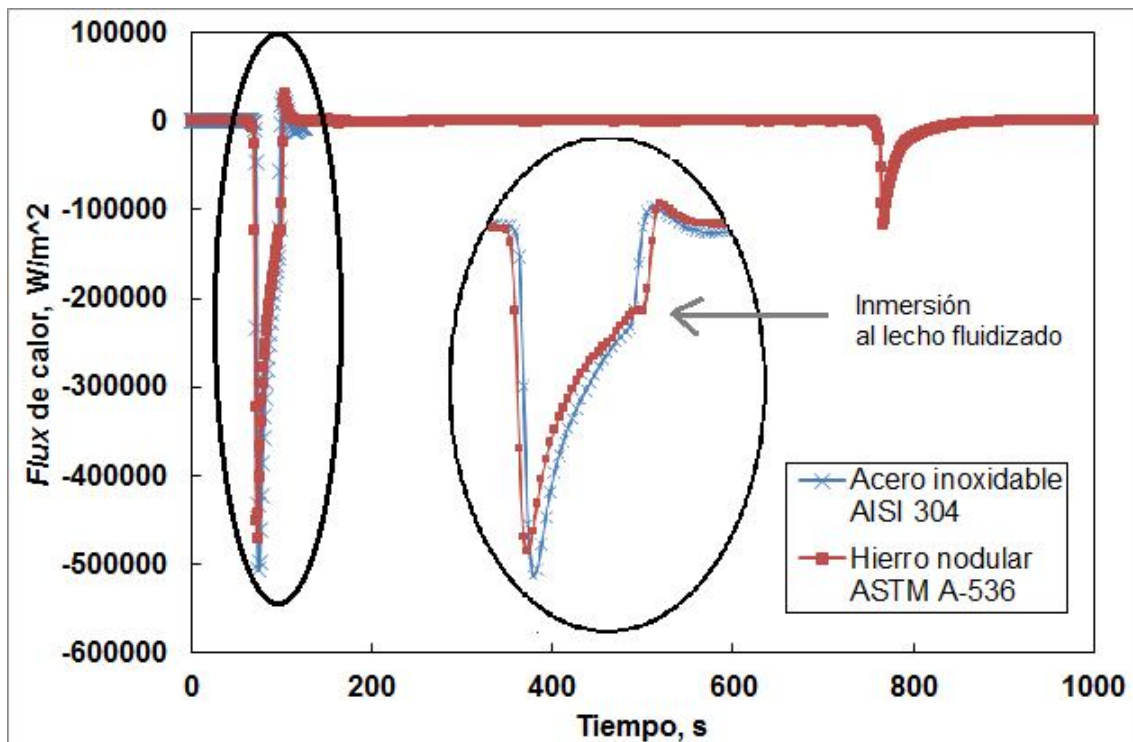


Figura 4.16 Historia de *flux* de calor de la superficie (estimado) durante el tratamiento de *austempering* con una temperatura de austenización de 900 °C, temperatura del lecho fluidizado de 290 °C y enfriamiento previo con aire forzado a 190 LPM, para probetas de ambos materiales. En el círculo se muestra un detalle de la curva.

La respuesta térmica de la superficie (estimada) se comparó con los valores experimentales para la sub-superficie y el centro durante el experimento con enfriamiento previo con aire forzado (ver Figura 4.17). 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.

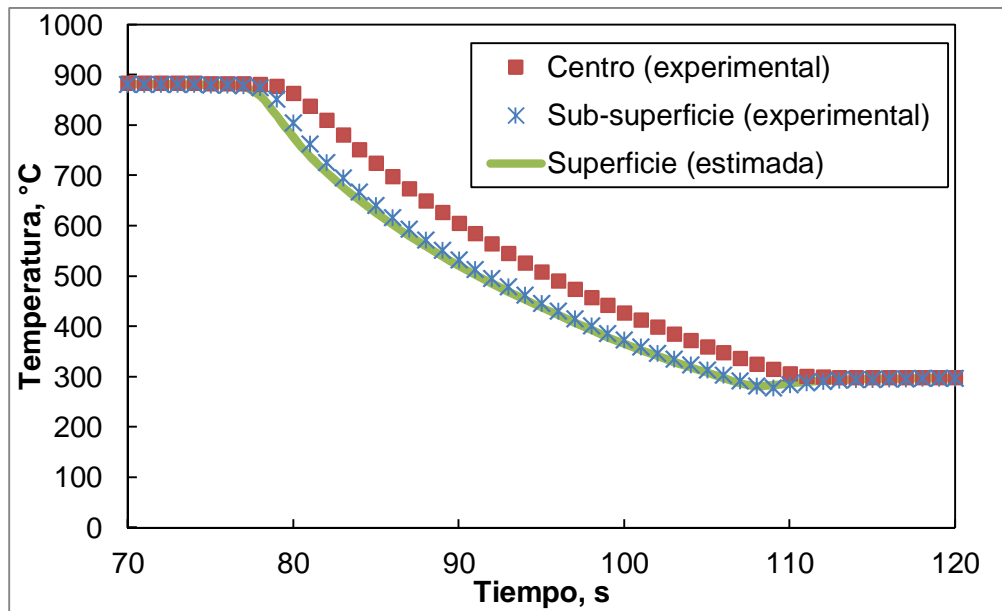


Figura 4.17 Curvas de enfriamiento experimentales (símbolos) y estimada (línea) en tres posiciones radiales, durante el tratamiento térmico de *austempering* en lecho fluidizado. El tiempo está referido al inicio de la adquisición de datos.

5 Conclusiones

- ✓ Las mejoras realizadas en el aislamiento de las conexiones del aire en el lecho fluidizado permitieron ahorrar tanto energía térmica como tiempo para el calentamiento del reactor.
- ✓ El estudio de la respuesta térmica del lecho fluidizado al calentamiento de éste, permitió conocer los tiempos mínimos para el calentamiento del reactor antes de realizar un *austempering* en él, lo que coadyuvó a planificar las actividades experimentales.
- ✓ Las temperaturas alcanzadas en el *austempering* pueden mantenerse por tiempos relativamente largos, lo que permitirá austemperizar por completo piezas de hierro nodular en el lecho fluidizado.
- ✓ El aumento del número de fluidización reduce el tiempo para alcanzar la temperatura de *austempering*, pero la historia de extracción de calor no es la requerida para prevenir la transformación de fase de alta temperatura.
- ✓ El hierro nodular ASTM A-536 no pudo austemperizarse bajo las condiciones manejadas del lecho fluidizado simple, por lo que tuvo que implementarse un dispositivo de enfriamiento con aire forzado a temperatura ambiente, el cual proporcionó mayor fuerza motriz durante el enfriamiento, logrando así austemperizar exitosamente el hierro nodular. De esta manera se ha mostrado que la hipótesis de trabajo es verdadera.
- ✓ Se obtuvo un hierro nodular austemperizado grado 1600/230 (grado 5), bajo la norma ASTM A897 para hierros *ADI*, bajo las condiciones de lecho fluidizado a 290 °C, en un tiempo de 12 minutos de permanencia, con un número de fluidización de 1.9, un flujo de aire forzado a 190 LPM y una temperatura de austenización de 900 °C por 20 minutos.
- ✓ 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 modelo del hierro nodular ASTM A-536.

6 Recomendaciones y trabajo a futuro

Una vez que se ha mostrado la factibilidad de realizar el tratamiento térmico de *austempering* de hierro nodular ASTM A-356 y haber obtenido datos de la etapa de enfriamiento, se trabajará en un futuro con la condición de frontera en este proceso y con ello desarrollar un modelo matemático con base en 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 del campo térmico y microestructural que se obtiene de una pieza de hierro dúctil durante el tratamiento térmico de *austempering* en un reactor de lecho fluidizado.

7 Referencias bibliográficas

- [1] G. Krauss. Steel: Heat Treatment and Processing Principles. American Society for Metals, 1989.
- [2] ASM Handbook. Metallographer's Guide: Practices and Procedures for Irons and Steels. Vol. 1, American Society for Metals, 2002.
- [3] Ch. F. Walton. Gray and Ductile Iron Castings Handbook. Gray and Ductile Iron Founders' Society Inc, 1971.
- [4] Rio Tinto. Iron & Titanium Inc. Ductile Iron Data for Design Engineers. 1st ed. Montreal: QIT—Fer et Titane Inc, Sorel and Richards Bay Minerals, 1990.
- [5] P. Molera Solá. Tratamientos térmicos de los metales. Editorial Productiva, España 1991.
- [6] 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.
- [7] R. W. Reynolson. "Heat Treatment in Fluidized Bed Furnaces", ASTM International, 1995, United States of America, pp. 3 – 10, 33 – 54 and 85 – 110.
- [8] 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.
- [9] O. Vázquez, J. A. Barrera Godínez, B. Hernández Morales, E. López Martínez y H. Vergara Hernández. Simulación numérica de la evolución térmica y microestructural del hierro dúctil durante el austemperizado; 5ª Reunión Latinoamericana de Usuarios de Abaqus, Córdoba, Argentina 2007.
- [10] J. R. Davis. Cast irons, ASM International. Handbook Committee – 1996. PP 56.
- [11] K.L. Hayrynen. The Production of Austempered Ductile Iron (ADI), World Conference on ADI, September 26-27, 2002, Louisville, Kentucky, USA.
- [12] ASTM International. A 897/ A897M-03. Standard specification for austempered ductile iron casting.
- [13] G. E. Totten, C. e. Bates & N. A. Clinton. "Handbook of Quenchants and Quenching Technology", ASM International, Metals Park, Ohio, 1993.

- [14] R. W. Reynolson. "Heat Treatment in Fluidized Bed Furnaces", ASTM International, 1995, United States of America, pp. 3 – 10, 33 – 54 and 85 – 110.
- [15] M. Rhodes. Fluidization of Particles by Fluids; Tesis, Department of Chemical Engineering Monash University, Melbourne, Australia, Abril 2001, <http://www.erpt.org/012Q/rhod-00.htm>
- [16] D. Kunii y O. Levenspiel. Fluidization Engineering, Robert E. Krieger Publishing Co., Melbourne, Fla., 1977.
- [17] <http://www.terralia.com/revista3/pagina14.htm>, consultada en mayo de 2013.
- [18] J.V. Beck, B.Litkouhi y C.R. St. Clair Jr. "Efficient Solution of the Nonlinear Inverse Heat Conduction Problem". Numerical Heat Transfer, 5, 1982, pp. 275 – 286.
- [19] L. Meekisho, B. Hernández-Morales, J.S. Téllez-Martínez y X. Chen. "Computer-aided cooling curve analysis using WinProbe". Int. J. Materials and Product Technology. (2005), Vol. 24, Nos. 1-4, pp.155-169.
- [20] <http://depa.pquim.unam.mx/modelaunam/>, consultada en mayo de 2013.