

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN DILATÓMETRO DE ALTA
VELOCIDAD PARA EL ESTUDIO DE TRANSFORMACIONES DE FASE
EN MATERIALES

POR

ALFREDO DE LA GARZA CHÁVEZ

TESIS

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

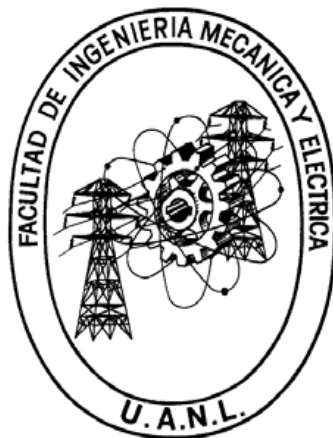
CIUDAD UNIVERSITARIA

ENERO DEL 2011

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO



DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN DILATÓMETRO DE ALTA
VELOCIDAD PARA EL ESTUDIO DE TRANSFORMACIONES DE FASE
EN MATERIALES

POR

ALFREDO DE LA GARZA CHÁVEZ

T E S I S

EN OPCIÓN AL GRADO DE MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA
INGENIERÍA MECÁNICA CON ESPECIALIDAD EN MATERIALES

CIUDAD UNIVERSITARIA

ENERO DEL 2011

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE NUEVO LEÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA Y ELÉCTRICA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSTGRADO

Los miembros del comité de la tesis recomendamos que la tesis “Ensamble de dilatómetro de alta velocidad para el estudio de las transformaciones de fase en metales” realizada por el Ing. Alfredo de la Garza Chávez sea aceptada para su defensa como opción al grado de Maestro en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

El Comité de Tesis

Asesor

Dr. Edgar Omar García Sánchez

Dr. Marco A. L. Hernández Rodríguez

Revisor

Dra. Ana Arizmendi Morquecho

Revisor

Vo. Bo.

Dr. Moisés Hinojosa Rivera

San Nicolás de los Garza, N. L., Enero del 2011

DEDICATORIA

- A mis padres:
 - Alfredo de la Garza Báez
 - María Magdalena Chávez Mora

- A mis hermanos:
 - Fátima Pahola de Garza Chávez
 - Cesar Alejandro de la Garza Chávez

- A mis abuelos:
 - Cruz Chávez Hinojosa[†]
 - San Juana Mora Rodríguez[†]

AGRADECIMIENTOS

A mi familia por haberme apoyado en seguir con los estudios de posgrado.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología por haberme apoyado económicamente durante el periodo de mi maestría.

A mi asesor, el Dr. Edgar García Sánchez, por todo su apoyo, tanto en aspectos estudiantiles, como personales.

A todos mis compañeros por sus comentarios para mejorar este proyecto de maestría.

A los doctores del Programa Doctoral en Ingeniería de Materiales que mostraron su interés en la realización de dicho proyecto.

ÍNDICE

CAPÍTULO 1 INTRODUCCIÓN	10
1.1 HIPÓTESIS	11
1.2 OBJETIVOS	11
CAPÍTULO 2 ANTECEDENTES	12
2.1 Estado sólido	12
2.1.1 Descripción estado sólido	12
2.1.2 Reacciones en sólidos	13
2.2 Propiedades térmicas en los materiales	14
2.2.1 Capacidad calorífica	14
2.2.2 Capacidad calorífica vibracional	14
2.2.3 Dilatación Térmica	16
2.2.4 Conductividad Térmica	18
2.2.5 Teoría de la expansión térmica	20
2.3 Análisis térmicos	22
2.3.1 Definiciones de métodos térmicos y calorimétricos	22
2.3.2 La familia de los métodos térmicos	23
2.3.3 Instrumentación para análisis térmico y calorimetría	23
2.4 Dilatometría	25
2.4.1 Tipos de dilatómetros	25
2.4.1.1 Dilatómetro Push Rod	25
2.4.1.2 Dilatómetro óptico	29
2.5 Transformaciones de Fase en Materiales	30
2.5.1 Efecto de temperatura en transformaciones de fase	31
2.5.2 Diagrama Fe-C	33
2.5.2.1 Efecto de la velocidad de enfriamiento	36

2.5.3	Cambios volumétricos relacionados con la transf. de fase	37
CAPÍTULO 3 EXPERIMENTACIÓN		50
3.1	Diseño	52
3.1.1	Componentes en el diseño del dilatómetro	53
3.1.1.1	Perfiles y componentes de aluminio	53
3.1.1.2	Horno y modo de operación	55
3.1.1.3	Partes de aluminio y acrílico maquinadas	58
3.1.1.4	LVDT (Linear Variable Differential Transformer) y su escala	60
3.1.1.5	Amplificador en línea	63
3.1.1.6	Fuente de alimentación (CD)	65
3.1.1.7	Alúmina	66
3.1.1.8	Micrómetro	68
3.1.1.9	Tarjeta de adquisición de datos	69
3.1.1.10	Sistemas de enfriamiento	70
3.1.2	Diseño Final	71
CAPÍTULO 4 RESULTADOS Y DISCUSIÓN		75
4.1	Resultados dilatómetro comercial	75
4.1.1	Especificaciones de las pruebas dilatómetro comercial	76
4.1.2	Curvas de dilatometría dilatómetro comercial	77
4.1.3	Método de líneas en resultados dilatómetro comercial	80
4.2	Resultados DIL UANL 10.1	82
4.2.1	Especificaciones de las pruebas DIL UANL 10.1	82
4.2.2	Curvas de dilatometría y método de líneas para el DIL UANL 10.1 del acero al silicio y acero al silicio 30% deformación	84
4.2.2.1	Análisis acero al silicio y acero al silicio 30% de deformación	90
4.2.3	Resultados DIL UANL 10.1 acero martensítico	94
4.2.3.1	Análisis acero martensítico	99
4.3	Resumen de resultados en ambos dilatómetros	100

CAPÍTULO 5 CONCLUSIONES -----	101
<u>RECOMENDACIONES</u>	<u>102</u>
<u>REFERENCIAS</u>	<u>103</u>
<u>LISTA DE FIGURAS</u>	<u>105</u>
<u>LISTA DE TABLAS</u>	<u>110</u>
<u>APÉNDICE A</u>	<u>111</u>
<u>RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO</u>	<u>122</u>

RESUMEN

La dilatometría es una técnica en la cual se pueden estudiar las transformaciones de fase en materiales en función de la temperatura, con esta técnica, se cuantifican las variaciones en su longitud durante diferentes ciclos de calentamiento o enfriamiento, los resultados se pueden asociar con transformaciones de fase en diversos materiales.

La primera parte de la tesis consistió en realizar el diseño y ensamble de los componentes que conforman un dilatómetro tipo “push rod” (barra de empuje) configuración horizontal (DIL UANL 10.1), realizando el diseño a través de un software CAD (Solid Works). El dilatómetro fue construido es de alta velocidad, permitiendo realizar estudios en materiales y a velocidades de alrededor de $7^{\circ}\text{C}/\text{s}$.

Para validar el desempeño del DIL UANL 10.1 se estudiaron ciertos materiales en los cuales es conocido por la literatura que ocurren cambios de volumen debido a sus transformaciones de fase. Los materiales seleccionados fueron acero al silicio, acero al silicio con 30% de deformación (para observar el efecto de la deformación en las transformaciones de fase) y acero martensítico.

Los resultados obtenidos con el dilatómetro DIL UANL 10.1, fueron posteriormente validados con aquellos que otorga un dilatómetro comercial (marca Netzsch modelo DIL 402PC), para los mismos materiales.

Actualmente la Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica no cuenta con este equipo, por lo tanto puede ser considerado como una aportación importante para el estudio de propiedades térmicas en materiales.

CAPÍTULO 1

INTRODUCCIÓN

La dilatometría es un método efectivo para el estudio de las transformaciones de fase en los materiales, mediante mediciones de la expansión térmica o bien la expansión relativa con respecto a una temperatura de referencia o longitud inicial y el coeficiente de expansión térmica, son los parámetros con los cuales podemos observar las transiciones de fase. [1]

La aplicabilidad de la dilatometría en la investigación de transformaciones de fase, se debe al cambio del volumen específico que éstas pueden presentar cuando el material sufre un cambio de fase, la estructura cristalina cambia, y en principio esto es acompañado de un cambio en el volumen del material. Por ejemplo al enfriarse una muestra de hierro puro, desde temperaturas por encima de la temperatura A_3 , región austenítica, con una estructura cristalina cúbica centrada en las caras (FCC), se transformará en ferrita, con una estructura menos compacta, la estructura cúbica centrada en el cuerpo (BCC). Esta transformación de fase causará una expansión de volumen alrededor del 1.6%. [2]

En el caso del hierro, el acero es una aleación. La aleación da lugar a regiones multi-fásicas en el diagrama de fases. Cuando un material se transforma en regiones multi-fásicas dos procesos ocurren. La transformación en la estructura cristalina se lleva a cabo, y además ocurre una redistribución de los elementos aleantes.

La dependencia del contenido de carbono en los parámetros cristalinos tiene implicaciones importantes para el efecto de volumen de una transformación. La primera es que el efecto del volumen total de la transformación depende del contenido de carbono de la aleación. La segunda es que el efecto del volumen de la formación de ferrita desde la austenita difiere de manera significativa del efecto del volumen de la formación de perlita. La tercera es que el efecto del volumen de la transformación de austenita a ferrita depende de la concentración de carbono de la austenita. La cuarta es que este efecto del volumen tiene contribuciones de la diferencia en el volumen específico entre la austenita y la ferrita, y el incremento del volumen específico de la austenita debido al enriquecimiento de carbono. [2]

1.1 HIPÓTESIS

Es posible y factible diseñar y construir un dilatómetro de alta velocidad que permita obtener resultados confiables de transformaciones de fases, así como también estimar otras propiedades físicas en diferentes materiales.

1.2 OBJETIVOS

- Diseñar y construir un dilatómetro tipo “push rod” horizontal para el estudio de transformaciones de fase.
- Obtener un instrumento de medición con una confiabilidad de resultados comparable con uno comercial, además de tener algunas ventajas, como por ejemplo atmósferas controladas, tasas de calentamiento y enfriamiento de alta velocidad, entre otras.
- Estudiar las transformaciones de fases en diferentes materiales mediante la técnica de dilatometría.

CAPÍTULO 2

ANTECEDENTES

2.1 Estado sólido

2.1.1 Descripción estado sólido [3]

La principal característica del estado sólido, es el arreglo relativamente ordenado de los átomos, moléculas o iones. Justo como el concepto de “gas ideal”, útil en describir el comportamiento de los gases reales, el concepto de “sólido perfecto” o “cristal perfecto”, es útil como el punto de referencia para los sólidos reales. Un perfecto sólido cristalino, tiene un arreglo completamente ordenado de sus componentes, mientras que los sólidos reales tienen imperfecciones de muchos tipos.

Cuando el orden presente es marginalmente mayor que en los líquidos, pero considerablemente menor que en un cristal perfecto, la sustancia es a veces denominada como “sólidos no cristalinos”.

Los vidrios son un ejemplo de “sólidos no cristalinos”, ya que ellos no se funden a una temperatura muy definida, pero lo hacen en un intervalo de temperatura. Esta transición del estado rígido vidrioso, a una forma más flexible es conocido como la “transición vítrea”, y el intervalo de temperatura sobre la cual estos cambios ocurren es conocida como “temperatura de transición vítrea”, la cual es de significativa importancia en la práctica.

Los sólidos cristalinos pueden ser clasificados por las fuerzas de unión entre sus componentes dentro del cristal, los cuales pueden ser moleculares, covalentes, iónicos o cristales metálicos. Los metales (y aleaciones), son usualmente representados como arreglos compactos cerrados con esferas de tamaño similar. Cada átomo tiene un alto número de coordinación, los electrones de valencia de cada uno de los átomos tienen la libertad de migrar en un campo aplicado, de tal manera que los metales son buenos conductores de electricidad.

2.1.2 Reacciones en sólidos [3]

Cuando una sustancia pura sólida es calentada en una atmósfera inerte o controlada, lo que resulta es un aumento en el movimiento molecular, atómico o iónico que puede llevar cambios en la estructura cristalina, sinterización, fusión o sublimación. Algunas sustancias pueden ser descompuestas formando fragmentos moleculares nuevos, algunos o de los cuales pueden ser volátiles a temperaturas alcanzadas.

En un sólido perfecto a 0°K las unidades constituyentes, que pueden ser átomos, moléculas o iones forman un completo y perfecto arreglo tri-dimensional. Este arreglo estructural es el resultado de la interacción de las fuerzas de enlace entre las unidades. A temperaturas altas, la energía térmica resulta en incrementos de vibración y rotación de los componentes, estos movimientos, aunque aleatorios, están limitados en ampliarse y cada componente se mantiene en las proximidades de su sitio original.

Cuando se calienta un sólido, las amplitudes de las vibraciones de los componentes de la celda unitaria se incrementan y eventualmente se alcanzará una temperatura donde uno (o más) de los siguientes cambios ocurrirán:

Transición de fase: un nuevo arreglo de los componentes puede ser más estable que el original.

Fusión: cuando suficiente energía se convierte en disponible, las fuerzas de atracción entre componentes son insuficientes para mantener una estructura ordenada del sólido y el sistema se relaja a los arreglos más desordenados, un líquido.

2.2 Propiedades térmicas en los materiales

2.2.1 Capacidad calorífica [4]

Cuando se calienta un material sólido, éste experimenta un aumento de temperatura, indicando con ello que absorbe energía. La capacidad calorífica es una propiedad que indica la capacidad de un material de absorber calor de su entorno, representa la cantidad de energía necesaria para aumentar la temperatura en una unidad, y puede expresarse como en la Ec.1:

$$C = \frac{dQ}{dT} \quad \text{Ec. 1 [4]}$$

Donde dQ es la energía necesaria para producir un cambio dT en la temperatura. A veces se utiliza el calor específico, éste representa la capacidad calorífica por unidad de masa.

2.2.2 Capacidad calorífica vibracional

En la mayoría de los sólidos el modo principal con que se absorbe la energía térmica es mediante el aumento de energía vibracional de los átomos. Los átomos en los sólidos están vibrando constantemente a frecuencias muy altas y a amplitudes relativamente pequeñas. [4]

La energía térmica vibracional de un material consiste en una serie de ondas elásticas, que tienen un intervalo de distribuciones y frecuencias. Solamente ciertos valores de energía están permitidos y un cuanto de energía vibracional se denomina fonón (ocasionalmente las propias ondas vibracionales también se denominan *fonones*.) [4]

A raíz de la expansión térmica, los fonones, (Figura 1) aparecen en el seno del material como oscilaciones que se desplazan por éste como si fueran cuasi partículas. Los fonones dan origen a otros fenómenos macroscópicos, por ejemplo, la disminución de la conductividad eléctrica en los metales típicos, por la actividad de los fonones se puede mencionar lo siguiente: [5]

- Entre mayor sea el número de fonones presentes en el material, disminuye la conductividad eléctrica.
- La interacción entre fonones y electrones, disminuye la conductividad eléctrica.
- Entre mayor sea la longitud de un fonón, mayor es la dilatación que se presentará en el material.

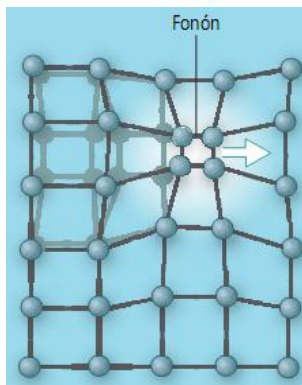


Figura 1 Representación del efecto de un fonón [5]

Así que las vibraciones en la red cristalina son descritas por fonones, de forma análoga a la luz, de tal forma que se definen como un conjunto de fotones. [5]

2.2.3 Dilatación Térmica

La mayoría de los materiales sólidos se expanden cuando son calentados y se contraen cuando son enfriados. El cambio de longitud con la temperatura para un material sólido puede expresarse de la siguiente manera, (Ec.2) [4]

$$\frac{l_f - l_o}{l_o} = \alpha_l (T_f - T_o) \quad \text{Ec.2 [4]}$$

Donde l_o y l_f representan las longitudes iniciales y finales al cambiar la temperatura desde T_o a T_f respectivamente. El parámetro α_l se denomina coeficiente lineal de dilatación térmica. [4]

La intensificación del movimiento de las moléculas en los materiales, hace que requieran de más espacio, lo que se refleja microscópicamente como dilatación o aumento de volumen. [6]

La *dilatación térmica* es el incremento de volumen de la mayoría de los cuerpos como consecuencia de un incremento de energía cinética de las moléculas que lo constituyen. [6]

En el caso de los sólidos, las moléculas vibran con mayor intensidad y se alejan cada vez más de su punto central o eje y como consecuencia de esto, ocupan un mayor espacio con el consiguiente aumento de volumen. La dilatación experimentada por alambres en el sentido de su longitud, se le llama *dilatación lineal*; la dilatación que se produce en las láminas o grandes superficies se conoce como *dilatación superficial*, mientras que la que se produce en los gases y los líquidos, se denomina *dilatación cúbica o volumétrica*. [6]

El *coeficiente de dilatación* se define como “el incremento que experimenta un cuerpo o sustancia en la unidad de longitud, superficie o volumen, cuando su temperatura varía un grado de temperatura. [6]

El coeficiente de dilatación lineal, (Figura 2), se refiere únicamente al estado sólido, y como su valor es muy pequeño se recomienda que para determinarlo, los cuerpos tengan forma de alambre o varilla y el uso de dilatómetros que sean sensibles a las variaciones que experimente el cuerpo en su longitud. [6]

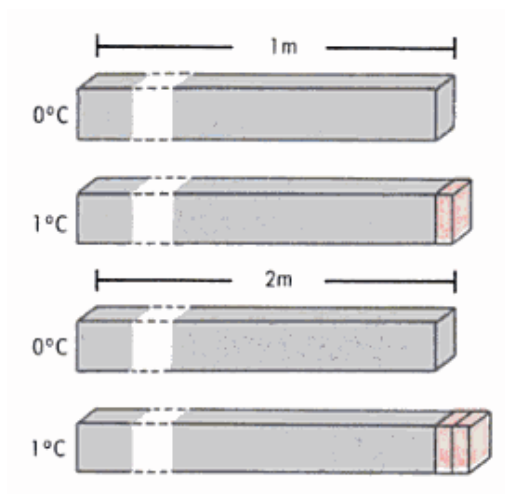


Figura 2 Representación esquemática del coeficiente dilatación lineal [6]

Los materiales tienen un coeficiente de dilatación lineal específico (α), algunos valores de α se presentan en la Tabla 1 [7]

Tabla 1 Coeficientes de expansión lineal [7]

Sustancia	$^{\circ}\text{C}^{-1}$	Sustancia	$^{\circ}\text{C}^{-1}$
Plomo	29×10^{-6}	Aluminio	23×10^{-6}
Hielo	52×10^{-6}	Bronce	19×10^{-6}
Cuarzo	$0,6 \times 10^{-6}$	Cobre	17×10^{-6}
Hule duro	80×10^{-6}	Hierro	12×10^{-6}
Acero	12×10^{-6}	Latón	19×10^{-6}
Mercurio	182×10^{-6}	Vidrio (común)	9×10^{-6}
Oro	14×10^{-6}	Vidrio (pirex)	3.3×10^{-6}

2.2.4 Conductividad Térmica

La *conductividad térmica* indica la tasa a la cual el calor fluye dentro y a través del material. Los materiales con enlace metálico (metales) generalmente tienen una elevada conductividad térmica, en tanto que los materiales con enlace iónico o covalente (cerámicos o plásticos) tienen baja conductividad. [8]

Cuando el calor ha sido generado por la deformación plástica o fricción, éste debe ser conducido hacia afuera a una velocidad lo suficientemente elevada para evitar una elevación severa de la temperatura. Una baja conductividad térmica también puede dar como resultado gradientes térmicos elevados y de esta manera, causar deformaciones no homogéneas en los procesos de trabajado de los metales. [8]

Adicionalmente, la *conductividad térmica* es una propiedad sensible a la microestructura. La conductividad se relaciona con el calor (Q) que se transfiere

cada segundo a través de un plano dado del área (A) cuando existe un gradiente de temperatura ($\Delta T/\Delta x$), mostrada en la Ec.3[9]

$$\frac{Q}{A} = K \frac{\Delta T}{\Delta x} \quad \text{Ec.3 [9]}$$

Cuando se calienta un extremo de la barra, fluye hacia el otro extremo frío de la misma, un flujo térmico (Q/A), a una velocidad determinada por el gradiente de temperatura producido como se puede observar en la Figura 3 [9]

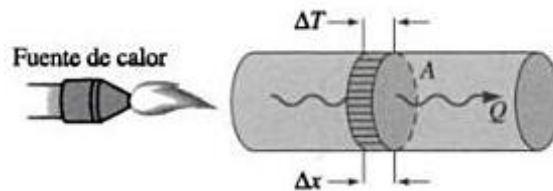


Figura 3 Representación esquemática de la conductividad térmica [9]

La energía térmica se transfiere mediante dos mecanismos importantes: transferencia de electrones libres y vibraciones de la red cristalina (fonones). Los electrones de valencia aumentan su energía, se trasladan hacia áreas más frías del material y transfieren su energía a otros átomos. La cantidad de energía transferida depende del número de electrones excitados y de su movilidad; éstos a su vez dependen del tipo de material, de las imperfecciones de la red cristalina y de la temperatura. [9]

El efecto que tiene la temperatura sobre la conductividad térmica de algunos materiales se muestra en la Figura 4 [9]

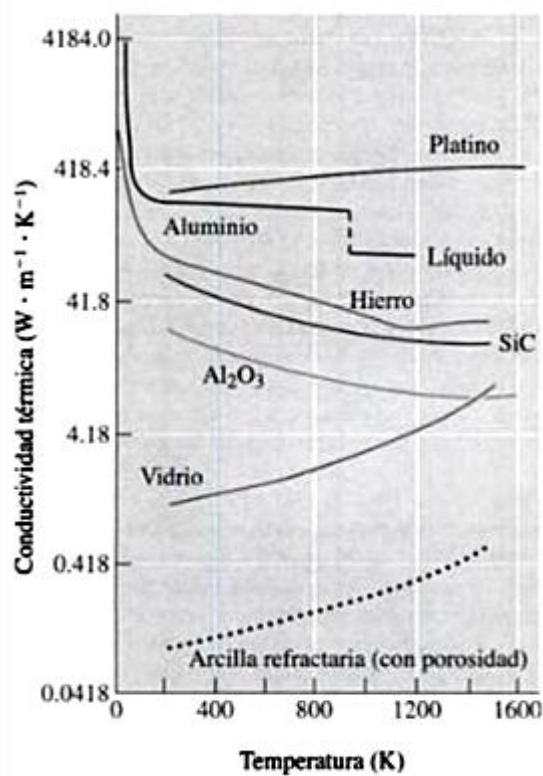


Figura 4 Efecto de la temperatura sobre la conductividad térmica [9]

2.2.5 Teoría de la expansión térmica [10]

La expansión térmica es comúnmente explicada por las fuerzas atractivas y repulsivas entre los átomos en un sólido. Las funciones de energías potenciales (fuerza aplicada a través de una distancia) por atracción interatómica, repulsión, se puede observar en la Figura 5. Las bases de las funciones de energía potenciales representan la mínima energía contenida dentro del átomo, y su posición indica la separación del equilibrio atómico desde otros átomos, cuando los átomos están “estáticos”, por ejemplo, a $0^{\circ}K$. Como la temperatura aumenta, la energía del sólido aumenta y los átomos vibran distancias largas y cortas de su posición principal.

Los dos valores de la curva de energía combinada (repulsión y atracción) a una energía dada representan las distancias de la extensión más lejana y mayor aproximación de los átomos vibrando.

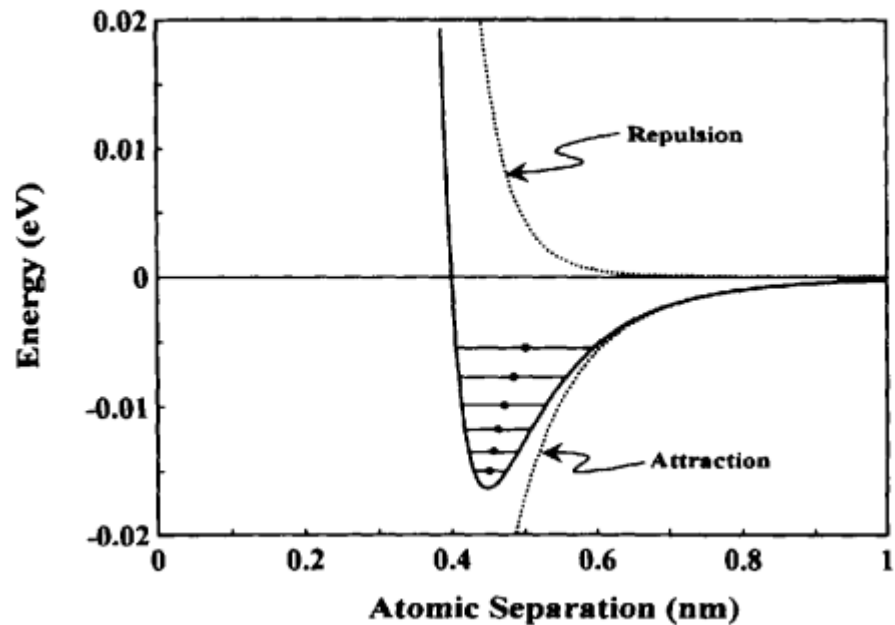


Figura 5 Teoría de la expansión térmica [10]

Si la fuerza de repulsión entre átomos cambia más rápidamente que la fuerza de atracción, el potencial resultante no es simétrico. En consecuencia, para una determinada energía (por ejemplo, temperatura), los átomos se alejan más rápidamente de lo que se pueden juntar, lo que significa que aumenta la distancia atómica, como se muestran los puntos en la Figura 5, por lo tanto, los materiales se expanden al incrementar la temperatura.

Por lo tanto el aumento de volumen de un material incrementando la temperatura es el resultado de vibraciones que ocurren en los átomos. Consecuentemente, los cambios en los coeficientes de expansión térmica son generalmente paralelos en la capacidad calorífica.

2.3 Análisis térmicos

2.3.1 Definiciones de métodos térmicos y calorimétricos [10]

Calorimetría es la medición de los cambios de calor, los cuales ocurren durante un proceso. El experimento calorimétrico se realiza en condiciones particulares controladas, por ejemplo, ya sea a volumen constante en una bomba calorimétrica o a temperatura constante en un calorímetro isotérmico. La calorimetría abarca una gran variedad de técnicas, incluyendo flujo, reacción y absorción.

Los métodos calorimétricos pueden ser clasificados por el principio de medición (compensación de calor o acumulación de calor), por el método de operación (estático, fluido o barrido), o por el principio de construcción (celda individual o doble).

El *análisis térmico* es un grupo de técnicas en la cual una (o más) propiedades de un material son estudiadas, mientras está sujeto a un ciclo de temperatura. El programa puede tomar varias formas:

- a) La muestra (material) puede ser sujeta a una velocidad de calor constante (o enfriamiento) $dT/dt = \beta$, por ejemplo $10^\circ \text{K min}^{-1}$.
- b) La pieza se puede mantener isotérmicamente. ($\beta=0$).
- c) Se pueden realizar pruebas en las que se mantenga una atmósfera controlada como por ejemplo la generación de vacío o inyección de diferentes tipos de gases.
- d) Para simular procesos metalúrgicos que estén relacionados con cambios de temperatura.
- e) El calor puede ser controlado por la respuesta de la misma muestra.

2.3.2 La familia de los métodos térmicos [10]

Cualquier método térmico estudia y mide las propiedades como función de la temperatura. Las propiedades estudiadas pueden incluir casi cualquier propiedad física o química de la muestra, o de sus productos. Las más frecuentes técnicas de análisis térmico se presentan en la Tabla 2 con los nombres más usuales empleados para ellas.

2.3.3 Instrumentación para análisis térmico y calorimetría [10]

La instrumentación moderna usada para cualquier experimento en un análisis térmico o calorimetría suele estar formado por cuatro partes principales:

- La muestra y el contenedor o el soporte.
- Sensores para detectar y medir una propiedad particular de la muestra y la temperatura.
- Un sistema, con el cual los parámetros experimentales (temperatura, presión, atmósfera) pueden ser controlados.
- Una computadora para obtener suficientes resultados de los sensores en los parámetros experimentales y para el análisis de los datos, para producir resultados significativos y útiles.

La Figura 6 muestra una representación esquemática de un equipo de análisis térmico.

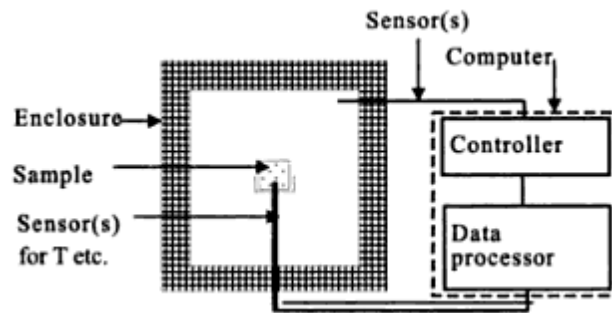


Figura 6 Representación esquemática de la instrumentación en un sistema de análisis térmico [10]

Tabla 2 Técnicas de análisis térmico y sus características principales [10]

<i>Technique</i>	<i>Abbreviation</i>	<i>Property</i>	<i>Uses</i>
Thermogravimetry or (Thermogravimetric analysis)	TG TGA	Mass	Decompositions Oxidations
Differential thermal analysis	DTA	Temperature difference	Phase changes, reactions
Differential scanning calorimetry	DSC	Power difference or heat flow	Heat capacity, phase changes, reactions
Thermomechanical analysis	TMA	Deformations	Mechanical changes
Dynamic mechanical analysis	DMA	Dimensional change Moduli	Expansion Phase changes, glass transitions, polymer cure as DMA
Dielectric thermal analysis	DETA	Electrical	Decompositions
Evolved gas analysis	EGA	Gases evolved or reacted	
Thermoptometry		Optical	Phase changes, surface reactions, colour changes
<i>Less frequently used methods</i>			
Thermosonimetry	TS	Sound	Mechanical and chemical changes
Thermoluminescence	TL	Light emitted	Oxidation
Thermomagnetometry	TM	Magnetic	Magnetic changes,

2.4 Dilatometría [11]

La *dilatometría* o la termodilatometría, es una técnica en la que cualquier cambio en longitud, o cambio en volumen de una muestra es medido y registrado en función de la temperatura. Los términos *dilatometría lineal* y *dilatometría volumétrica*, pueden ser usados para especificar las dimensiones medidas. La gráfica de la longitud y el volumen contra la temperatura es llamada “la curva dilatometrica”, y sus derivadas con respecto a la temperatura o el tiempo es “curva dilatometrica derivada”.

La *termodilatometría* es una técnica, en la cual una dimensión de la sustancia bajo una carga despreciable es medida como una función de temperatura mientras que la sustancia es sujeta a un programa de control de temperatura.

2.4.1 Tipos de dilatómetros

2.4.1.1 Dilatómetro Push Rod

El método más común para la medición de la expansión térmica es un dilatómetro “push rod” (barra de empuje). Existen instrumentos comercialmente disponibles para rangos de temperatura de -260°C hasta 2800°C . [12]

En muchos equipos la muestra se calienta en un horno o en otro ambiente controlado de temperatura y el desplazamiento de los extremos es mecánicamente transmitido a un sensor de desplazamiento (LVDT, por sus siglas en inglés de linear variable differential transformer) por medio de las barras de empuje. [12]

Una de las partes críticas de este tipo de dilatómetro, son precisamente las barras de empuje, las cuales transmiten la señal de expansión de la muestra hacia el transductor de desplazamiento. [12]

El diferencial de temperatura resultante en los extremos opuestos de las barras de empuje puede llegar a ser más de 2,000 K. Por eso, la homogeneidad de la temperatura en el campo del horno, la repetitividad del programa de temperatura utilizado y el material para las barras de empuje son de gran importancia para obtener una alta calidad en las mediciones. [12]

El criterio principal para la elección del material de las barras de empuje es un bajo, reproducible, y preciso conocido coeficiente de expansión térmica. Para bajas temperaturas de 550°C a 1000°C es recomendable la sílica vítrea o alúmina sólida, mientras que para temperaturas superiores a los 1600°C, las barras empujadoras pueden ser de sílica en forma de simple cristal (zafiro), o sinterizada (policristalina). [12]

Los dilatómetros son operados comúnmente en un modo dinámico, con una temperatura de escaneado típica menor de 5°K/min. Dependiendo del modo de construcción, más de una medición puede ser necesaria para determinar la corrección de la expansión térmica de las barras y para calibrar tanto el transductor de desplazamiento y el sensor de temperatura. [12]

Los dilatómetros “push rod”, son construidos básicamente en dos posiciones: en forma horizontal y en forma vertical.

Configuración Horizontal

Una de las ventajas principales de la configuración horizontal (Figura 7) es que se puede tener una muy buena uniformidad térmica. Un horno horizontal no

está sujeto a un intercambio de calor por convección paralela con la muestra, y puede ser mucho más simétrico que en una configuración vertical. Para muestras largas, un sistema horizontal, se puede garantizar una uniformidad térmica razonable. [13]

Las muestras que son suaves, que se contraen, o sinterizan, en ellas se tendrá una reducción, en vez de una expansión al momento de calentarlas, si la fuerza de las barras de empuje es baja para producir la indentación en el final de la muestra, entonces, esa fuerza no será la suficiente para superar la fricción y que la muestra no se deslice para mantener el otro extremo presionado contra la placa final, por lo que el resultado final será erróneo, es por eso que no se recomienda utilizar una configuración horizontal, cuando se trate de estudiar la contracción o sinterización en materiales. [13]

Un problema común que se encuentra en un diseño horizontal es la flacidez de la varilla de empuje, en este tipo de configuración el contacto entre el LVDT y la barra de empuje se realiza con el micrómetro con lo cual se elimina el problema y finalmente, la flacidez en el tubo de soporte de la muestra por el constante uso del dilatómetro, así que después de un cierto tiempo de uso es recomendado sustituir el tubo. [13]



Figura 7 Configuración Horizontal (Dilatómetro Push Rod) [28]

Configuración Vertical

El diseño vertical (Figura 8) no está sujeto a problemas de pandeo, aunque a veces sus varillas de empuje tienden a ceder cuando se usa una temperatura elevada durante un largo tiempo. En este tipo de configuración se pueden estudiar procesos como la sinterización y muestras en las que se presentan contracciones. [13]

La termofluencia vertical del tubo, aunque presente, no es factor hasta los 1700°C. El porta muestras siempre se mantiene en su lugar por la gravedad y al mismo tiempo es fácilmente reemplazable si está dañado o corroído por la muestra. Se tiene una carga con estabilidad, con lo cual se da buen seguimiento. [13]

Los diseños más efectivos verticales emplean espaciadores lineales para mantener las barras de empuje en línea y utilizan pesos para contrarrestar la estática y reducir la presión de la punta en la muestra. Las cavidades de un horno vertical, están siempre sujetas a convención y tienen mucha menor zona uniforme de temperatura. Por esta razón, se acostumbra reducir la longitud de la muestra, e incluso a utilizar múltiples termopares a los lados. [13]



Figura 8 Configuración vertical (Dilatómetro Push Rod) [28]

2.4.1.2 Dilatómetro óptico [12]

Para mediciones especiales de cambio de longitud con alto grado de precisión, como por ejemplo, para materiales con muy bajos coeficientes de expansión térmica, o para casos en donde solamente están disponibles muestras pequeñas, en la mayoría de los casos, los métodos ópticos (Figura 9) son los elegidos. Los costos de estos equipos en la actualidad son mucho más elevados en comparación con los dilatómetros convencionales.

Los métodos ópticos pueden ser divididos en tres tipos principales. El primero se basa en la creación de una imagen de la muestra y la determinación del movimiento espacial de los extremos o de otras marcas alrededor de la muestra. La imagen es formada por iluminación de fondo para darnos un efecto de silueta o por la luz emitida por el espécimen mismo. Estas técnicas son conocidas como obtención de imágenes ópticas, comparador óptico o tele microscopía doble.

El segundo método se basa en la interferometría. Aquí el desplazamiento es determinado por la medición de la diferencia de trayectoria de los haces reflejados por las superficies opuestas de la muestra. Porque el índice de reflexión del aire o gases inertes no es conocido con suficiente precisión, la mayoría de las mediciones se llevan a cabo al vacío.

En el tercer método, speckle “mancha” interferometría es usado para determinar el desplazamiento por medio de cambios en el patrón de interferencia en la superficie de la muestra.



Figura 9 Dilatómetro óptico [28]

2.5 Transformaciones de Fase en Materiales [9]

A fin de que se forme un precipitado a partir de una matriz sólida, deben ocurrir tanto nucleación como crecimiento. La nucleación ocurre más fácilmente sobre superficies ya presentes en la estructura, ya que eso minimizará el término asociado con la energía superficial. Por tanto, el precipitado se nuclea con más facilidad en los bordes de grano y en otros defectos de la red cristalina.

El crecimiento de un precipitado ocurre normalmente mediante difusión de largo alcance y redistribución de los átomos. Los átomos durante la difusión deben cambiar sus posiciones originales (puntos de la red de una solución sólida). En algunos casos los átomos en difusión estarán tan fuertemente unidos dentro de una fase existente, que el proceso de desprendimiento limita la velocidad de crecimiento.

La rapidez de la transformación, es decir, la cinética del proceso de transformación dependerá tanto de la nucleación como del crecimiento. Si a una temperatura en particular hay más núcleos presentes, ocurrirá el crecimiento a partir de un número mayor de sitios, y la transformación de fase se terminará en un lapso más breve. A temperaturas mayores el coeficiente de difusión es más alto, las velocidades de crecimiento más rápido, y de nuevo, la transformación se terminará en un tiempo más corto.

La velocidad de transformación está dada por la Ec.4, en donde la fracción de la transformación f se relaciona al tiempo t , mediante:

$$f = 1 - \exp(-ct^n) \qquad \text{Ec.4 [9]}$$

Donde c y n son constantes para una temperatura en particular. Esta relación de Avrami (Figura 10) produce una curva sigmoidea, es decir, en forma de S. Para que ocurra la nucleación se necesita un tiempo de incubación, t_0 , durante el cual no ocurre transformación observable. Inicialmente, la transformación ocurre lentamente conforme se van formando los núcleos.

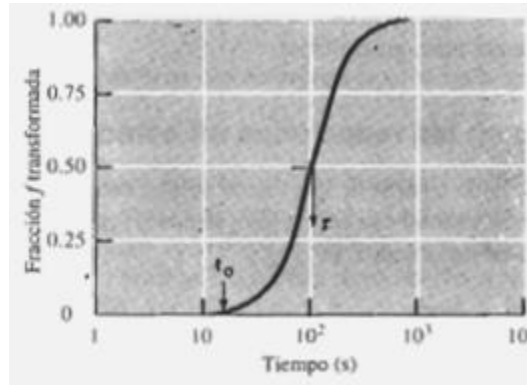


Figura 10 Relación de Avrami muestra velocidad de transformación del hierro a temperatura constante. [9]

La incubación es seguida por un crecimiento rápido al difundir los átomos al precipitado en crecimiento. Cerca del final de la transformación, la velocidad de nuevo disminuye, ya que se ha agotado la fuente de átomos para la difusión. El periodo en el cual se ha realizado el 50 por ciento de la transformación se denomina como τ , la velocidad de transformación está dada por el recíproco de τ , como se observa en la Ec.5:

$$\text{Velocidad} = 1/\tau$$

Ec.5 [9]

2.5.1 Efecto de temperatura en transformaciones de fase [9]

En muchas transformaciones de fase, el material se subenfria por debajo de la temperatura a la cual ocurre la transformación bajo condiciones de equilibrio. Dado que la nucleación y el crecimiento dependen de la temperatura, la

velocidad de transformación dependerá del subenfriamiento. La velocidad de nucleación es lenta para subenfriamientos pequeños. Al mismo tiempo la velocidad de crecimiento de la nueva fase se reduce conforme se incrementa el subenfriamiento debido a una difusión más lenta. La velocidad de crecimiento sigue una relación de Arrhenius, de acuerdo a la Ec.6:

$$\text{Velocidad de crecimiento} = A \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad \text{Ec.6 [9]}$$

Donde Q es la energía de activación para la reacción, R es la constante de los gases, T es la temperatura absoluta y A es una constante.

La Figura 11 muestra curvas sigmoidales a distintas temperaturas para la recristalización del cobre; conforme se incrementa la temperatura, aumenta la velocidad de recristalización, ya que para ese metal el crecimiento es el factor de mayor importancia.

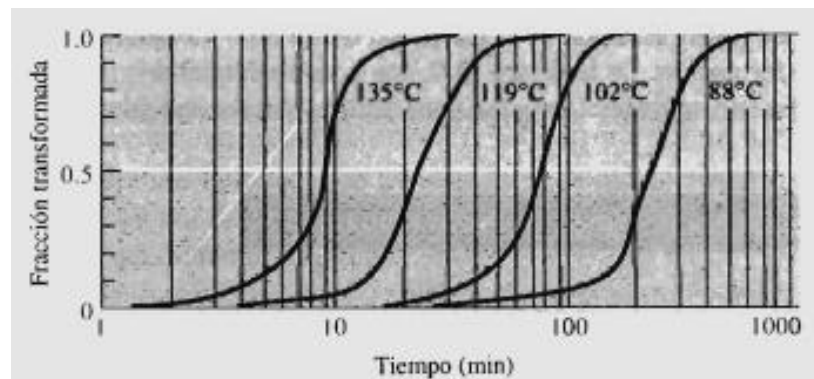


Figura 11 Efecto de la temperatura en la recristalización del cobre deformado en frío [9]

A cualquier temperatura en particular, la velocidad de transformación es el producto de las velocidades de nucleación y de crecimiento. En la Figura 12 a) se muestra el efecto combinado de las velocidades de nucleación y crecimiento. Se puede observar una velocidad de transformación máxima a un subenfriamiento crítico. La Figura 12 b) describe el tiempo requerido para la

transformación. Esta curva en forma de C es común para muchas transformaciones en metales, cerámicos, vidrios y polímeros.

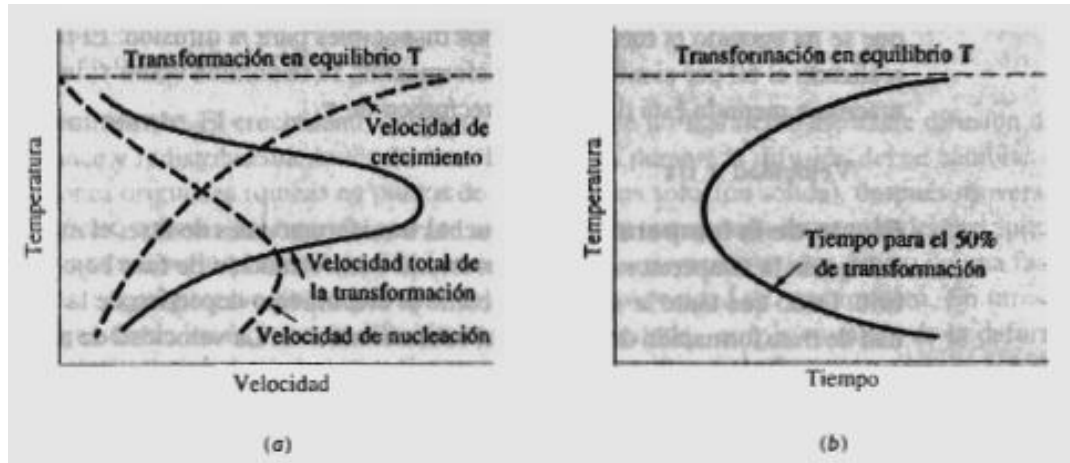


Figura 12 Efecto de la temperatura sobre la velocidad de transformación de fase, se tiene una velocidad máxima de nucleación a una temperatura crítica (a). Tiempo mínimo requerido para la transformación (b) [9]

En algunos procesos, como en la recristalización de un material deformado en frío, encontramos que la velocidad de transformación se reduce continuamente conforme la temperatura decrece. En este caso la nucleación ocurre con facilidad y predomina la difusión o el crecimiento.

2.5.2 Diagrama Fe-C [2]

La forma más simple de representar las distintas fases del acero y el efecto del contenido de carbono sobre ellas es el diagrama de fases en equilibrio hierro-carbono (Figura 13).

Las fases que se forman de acuerdo en este diagrama son las siguientes:

- Austenita (γ)
- Ferrita (α)
- Cementita (Fe_3C) y mezclas como:

- Perlita ($\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$)
- Bainita (transformar la γ mediante gran subenfriamiento)
- Martensita

El carburo de hierro, conocido como cementita es Fe_3C (6.67%C). Este diagrama es metaestable, pues se considera a la cementita como una fase cuasi estable y técnicamente representa condiciones de equilibrio útiles para describir las transformaciones de fase en los aceros.

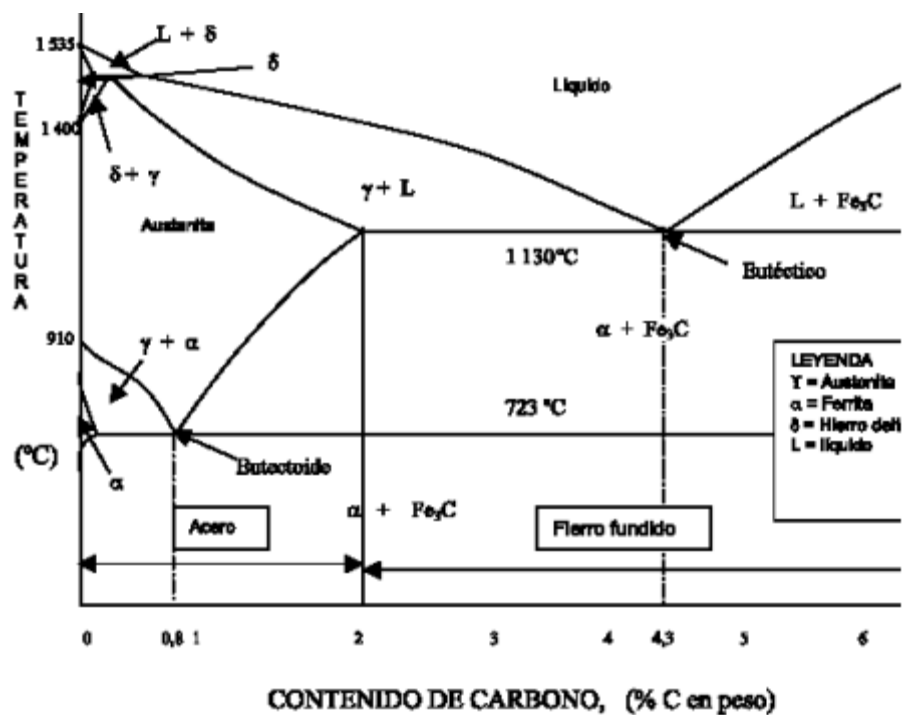


Figura 13 Diagrama Hierro-Carbono [2]

El contenido de carbono permite dividir ese diagrama en dos partes:

- Los aceros (0-2%C)
- Las fundiciones (2-6.61%C)

En el diagrama existen varias soluciones sólidas. La **solución sólida gamma** (fase γ del hierro) es conocida como austenita con una estructura F.C.C. A alta temperatura existe una región de la **solución sólida delta** (fase δ del hierro) con estructura B.C.C. Mientras que a menor temperatura existe la región de la solución sólida ferrita (fase α del hierro) también con estructura B.C.C. La transformación más importante, desde el punto de vista de aplicación técnica, es la transformación austenítica, Figura 14.

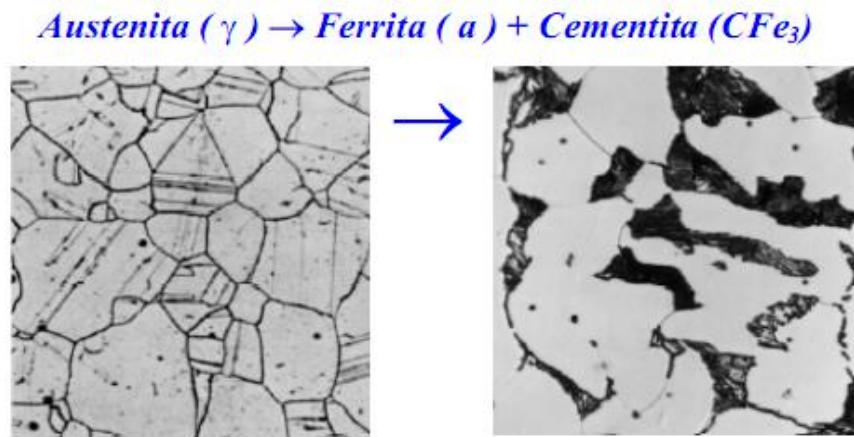


Figura 14 Transformación austenítica a la temperatura eutectoide (723°C), que conduce a conversión de los granos austeníticos (derecha) la formación de granos de ferrita (gris claros) y segregación inter granular de cementita (zonas en negro). [2]

Esta transformación ocurre a 723°C que es conocida como temperatura eutectoide, y su control es una herramienta importante para establecer las propiedades mecánicas del acero.

Los tratamientos térmicos son el medio para el control y aprovechamiento de esta transformación. La **velocidad de enfriamiento** determina la microestructura final del acero, definiendo si las fases presentes son meta estable o estable o si están fuera del equilibrio. Esta velocidad determina las propiedades mecánicas, físicas, químicas, asociadas a las fases presentes.

La **transformación eutectoide** realizada por enfriamiento **lento** produce la mezcla eutectoide llamada perlita, formada por finas capas alteradas de cementita y ferrita.

2.5.2.1 Efecto de la velocidad de enfriamiento [2]

El espesor de las capas y el tamaño de grano del acero crecen en forma inversa a la velocidad de enfriamiento. El tratamiento térmico conocido como **recocido** permite este efecto, mientras que un aumento en la velocidad de enfriamiento permite obtener una perlita con capas o lamelas más finas, como sucede en el **normalizado**. El acero recocido es más blando que el acero normalizado.

Un enfriamiento muy rápido desde la zona austenítica, que evita la transformación eutectoide, conduce a una fase fuera del equilibrio llamada **martensita**. Esta microestructura tiene una dureza elevada y cierta fragilidad. La martensita es una solución sólida sobresaturada de carbono atrapado en hierro α lo que lleva a una estructura B.C.T. (tetragonal de cuerpo centrado) derivada de la estructura B.C.C. El eje z de la celda cúbica es mayor debido a la inclusión de átomos de carbono, como se puede apreciar en la Figura 15.

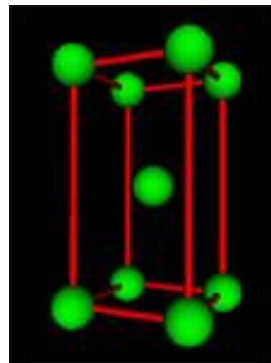


Figura 15 Estructura cristalina de la martensita B.C.T. (tetragonal de cuerpo centrado) [14]

Esta fuerte alteración de la red es la responsable de la alta dureza de la martensita y también de su aspecto microestructural acicular, Figura 16.

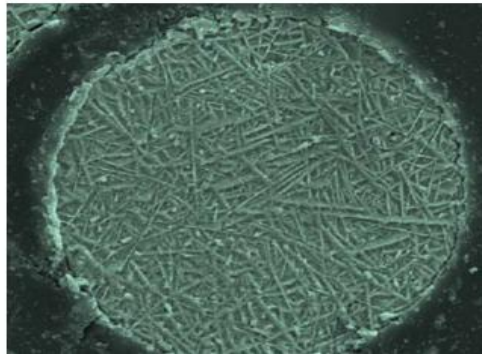


Figura 16 Microestructura martensítica en partículas de acero 119 micras enfriada muy rápidamente [14]

2.5.3 Cambios volumétricos relacionados con la transformación de fase

Las transformaciones de fase son uno de los factores que más tiene influencia en las propiedades de los aceros, especialmente en la transformación de γ (austenita) a α (ferrita). [15]

El porcentaje de austenita transformada a diferentes fases (ferrita, perlita, bainita), han sido trazadas en diagramas de transformaciones de enfriamiento continuo, donde la evolución de la fracción transformada a ferrita se sugiere que puede ser calculada por la ley de Avrami. [15]

La dilatometría es una de las técnicas clásicas, junto con el análisis térmico diferencial y análisis cuantitativos de microestructuras, más comúnmente usada para determinar el comienzo y el fin de las transformaciones de fase en aceros. [15]

La técnica de dilatometría quizá puede ser aplicada en el estudio de la cinética de las transformaciones de fase en aceros, debido a que se tiene relación entre la fracción de la fase transformada, la temperatura, la composición de las fases y dilatación, es decir, teniendo en cuenta la redistribución del carbono entre la ferrita transformada y la austenita retenida y sus diferentes coeficientes de expansión. Por eso el análisis de datos realizado con el método de la palanca en sistemas binarios nos es muy usualmente apropiado para determinar las diferentes fracciones de volumen de fases cuando varias fases son formadas. [15]

Teoría de la corrección de la curva de dilatometría

La teoría usada para corregir la curva de dilatometría con el fin de calcular la fracción transformada en ferrita-perlita en aceros, se hace referencia a continuación: [15]

Cuando el material sufre una transformación de fase, su estructura cristalina cambia y esto es acompañado por un cambio en el volumen específico. En el caso de hierro puro, enfriamientos desde temperaturas por encima de la A_{r3} región de la austenita, la cual tiene una estructura cristalina FCC que transforma en ferrita que tiene una estructura más compacta BCC. Esta transformación de fase causará una expansión en el volumen de alrededor de 1.6%. [15]

En el caso del acero la transformación de la estructura cristalina se lleva a cabo, pero con la redistribución de los elementos aleantes. La consideración de “paraequilibrio” puede ser tomado como un buen enfoque para la cinética de esta transformación. En este caso no hay suficiente tiempo para la redistribución de los átomos de soluto sustitucional, y las fases adyacentes tienen radios de átomos idénticos (X/Fe), donde X representa los elementos de soluto sustitucional. Sin embargo, los solutos intersticiales, como el carbono están

disponibles a compartimentación y alcanzar el equilibrio del potencial químico en ambas fases. [15]

Durante la transformación la austenita va gradualmente transformando en ferrita, en la cual la máxima solubilidad del carbono es limitada, y la austenita retenida se convertirá en enriquecida de carbono. Tanto la formación de ferrita y el enriquecimiento de carbono en la austenita causara que el espécimen se expanda. Al fin de delimitar la cantidad total de ferrita transformada en el enfriamiento, la formación de ferrita y perlita se supone que tendrá lugar en regiones de temperatura separadas como puede ser esperado desde el diagrama de equilibrio de fases. El segundo punto de inflexión de la curva de dilatometría de enfriamiento indica e incrementa la velocidad de transformación, como se espera en el comienzo de la formación de perlita. [15]

El volumen atómico de un espécimen es determinado por las fracciones de las fases presentes multiplicados por su volumen atómico, desde la ecuación:

$$V(T) = \sum_i f_i V_i(T) \quad \text{Ec.7 [15]}$$

Donde V es el volumen atómico promedio del espécimen, V_i es el volumen atómico de la fase i , f_i es el volumen fraccional de la fase i , y T es la temperatura. En aceros de baja aleación, especialmente en aceros de bajo carbono, y cuando las velocidades de enfriamiento son menores que 5°C/s , las fases transformadas son **ferrita y perlita**. Los volúmenes atómicos (V_i) están relacionados por los parámetros de la estructura cristalina por las siguientes expresiones: [15]

$$V_\alpha = \frac{1}{2} a_\alpha^3 ; V_\gamma = \frac{1}{2} a_\gamma^3 ; V_\rho = (1 - \rho)V_\alpha + \rho V_\theta \quad \text{Ec. 8 [15]}$$

con $V_{\theta} = \left(\frac{1}{12}\right) a_{\theta} b_{\theta} c_{\theta}$ y ρ la fracción de cementita en la perlita. La estructura de cementita (Fe_3C) es ortorrómbica y contiene 12 átomos de hierro y 4 átomos de carbonos. La Tabla 3 muestra los parámetros de la estructura cristalina de ferrita (α), austenita (γ) y cementita (θ) como función de la temperatura T y la fracción atómica del carbono (δ) [15]

Tabla 3 Parámetros cristalinos de ferrita (α) y austenita (γ) y de la fase ortorrómbica cementita (θ) como función de la temperatura y la fracción atómica de carbono [15]

Phase	Lattice parameters (Å)
α	$a_{\alpha} = 2.8863 [1 + 17.5 \cdot 10^{-6} (T - 800)]$ Temperature range (K): $800 < T < 1200$
γ	$a_{\gamma} = (3.6306 + 0.78\xi) \cdot [1 + (24.9 - 50\xi) \cdot 10^{-6} (T - 1000)]$ Temperature range (K): $1000 < T < 1250$ Range of atomic fraction of carbon: $0.0005 < \xi < 0.0365$
θ	$a_{\theta} = 4.5234 [1 + (5.311 \cdot 10^{-6} - 1.942 \cdot 10^{-9} T + 9.655 \cdot 10^{-12} T^2) (T - 293)]$ $b_{\theta} = 5.0883 [1 + (5.311 \cdot 10^{-6} - 1.942 \cdot 10^{-9} T + 9.655 \cdot 10^{-12} T^2) (T - 293)]$ $c_{\theta} = 6.7426 [1 + (5.311 \cdot 10^{-6} - 1.942 \cdot 10^{-9} T + 9.655 \cdot 10^{-12} T^2) (T - 293)]$ Temperature range (K): $300 < T < 1000$

La Ecuación 7 sería muy difícil de aplicar si hay diferentes fases- en este caso ferrita y perlita- ya que se forman simultáneamente y el concepto en práctica es que ocurre en un intervalo de temperatura, donde la tasa de enfriamiento sería decisiva. [15]

Por lo tanto a altas temperaturas, en el comienzo de la transformación de austenita a ferrita, la **fracción de ferrita** está dada por:

$$f_{\alpha} = \frac{V - V_{\gamma}}{V_{\alpha} - V_{\gamma}} \quad \text{Ec.9 [15]}$$

Y hasta el comienzo de la transformación eutectoide, $f_{\alpha} + f_{\gamma} = 1$, la Ecuación 9, puede ser resuelta calculando los volúmenes atómicos específicos de austenita (V_{γ}), y ferrita (V_{α}), de acuerdo a las expresiones dadas en la Tabla 3. [15]

En los aceros cuya microestructura es formada por ferrita y perlita, una vez que la ferrita ha sido cuantificada aplicando las ecuaciones arriba mencionadas, la fase resultante obviamente será perlita. La **fracción de perlita** en función de temperatura puede ser calculada de la siguiente manera: [15]

$$f_p = \frac{V - V_{\gamma} + f_{\alpha} (V_{\gamma} - V_{\alpha})}{V_p - V_{\gamma}} \quad \text{Ec.10 [15]}$$

En el otro lado, durante la transformación de la perlita, solo perlita se puede asumir que se formará, y esto significa que la fracción de ferrita (f_{α}) es constante y que nada más el enriquecimiento austenítico ocurre, con el volumen de la austenita siendo solo dependiente de la temperatura. [15]

El volumen atómico total (V), es calculado de la curva de dilatometría de la siguiente manera, donde se considera que la expansión y contracción es isotrópica: [15]

$$\frac{\Delta L}{L_0} = \frac{\Delta V_s}{3 V_{0,s}} = \frac{\Delta V}{3V_0} \quad \text{Ec.11 [15]}$$

Donde: ΔL = Cambio de longitud medido de la muestra

L_0 = Longitud inicial de la muestra

ΔV_s = Cambio de volumen en la muestra

$V_{0,s}$ = Volumen inicial de la muestra

ΔV = Cambio en el volumen atómico ($V - V_0$)

V_0 = Volumen atómico inicial promedio

A fin de introducir la expansión medida por dilatometría ΔL en la Ecuación 9, el volumen atómico promedio V puede ser escrito como;

$$V = kV_0 \left(\frac{3 \Delta L}{L_0} + 1 \right) \quad \text{Ec.12 [15]}$$

Donde k es el factor de escalamiento mediante el cual una vez que la transformación austenita/ferrita empieza, el volumen V coincide con el volumen V_γ . Este factor es idealmente igual a 1. Sin embargo, debido a los efectos anisotrópicos en la contracción de la muestra durante el enfriamiento o errores en la señal del dilatómetro, el factor k difiere significativamente de 1. Para compensar tales efectos, el factor k es introducido en la Ecuación 12. El factor de escalamiento puede ser determinado considerando la señal de dilatación justo antes (Ec. 7 y 12 con $f_\gamma = 1$) y después (Ec. 10 y 12 con $f_\alpha = (f_\alpha)eq$ y $f_p = (f_p)eq$ de la transformación. Debido a la falta de información detallada de los efectos de transformación-plasticidad, el factor de escalamiento es variable linealmente entre los valores encontrados directamente antes y después de la transformación. [15]

Comienzo de la temperatura de transformación [16]

Hay dos diferentes grupos de ecuaciones para estimar el comienzo de la temperatura de transformación. El primer grupo considera el inicio de la temperatura de transformación como una función de la composición del acero. La aplicación requiere que se considere el tiempo de incubación, nucleación y el crecimiento de nuevas fases.

El segundo grupo incluye ecuaciones que normalmente combinan varias etapas juntas de la transformación. Desde el tiempo de incubación y la tasa de enfriamiento ya que son un factores principales que afecta el comienzo de la temperatura de transformación.

El comienzo de la temperatura de transformación depende principalmente de la tasa de enfriamiento, el tamaño de grano austenítico y la deformación retenida, lo da como resultado una ecuación (Ec.13), la cual describe el comienzo de la temperatura de transformación en función de la tasa de enfriamiento:

$$T_F = 825 - 27.6\theta \quad \text{Ec.13 [15]}$$

En donde T_F , es la temperatura de comienzo de la transformación austenita-ferrita y θ es la tasa de enfriamiento

Curvas de dilatometría, Aplicaciones de la Regla de la Palanca.

Las Figuras 17 a 19 muestran las curvas de dilatometría, obtenidas de muestras austenizadas a 1000°C aplicando una velocidad de calentamiento de 1°C/s, y en las cuales se puede ver los valores de las distintas velocidades de enfriamiento que se le aplicaron a las muestras, las cuales fueron: 1.25°C/s, 0.84°C/s y 0.42°C/s. [15]

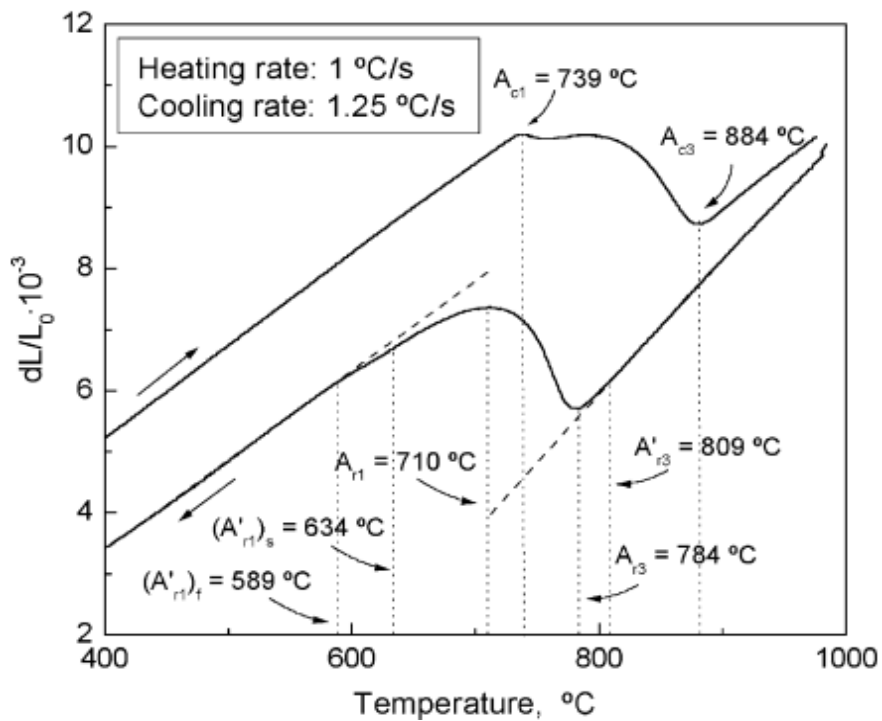


Figura 17 Curva de dilatometría (Tasa enfriamiento 1.25°C/s) [15]

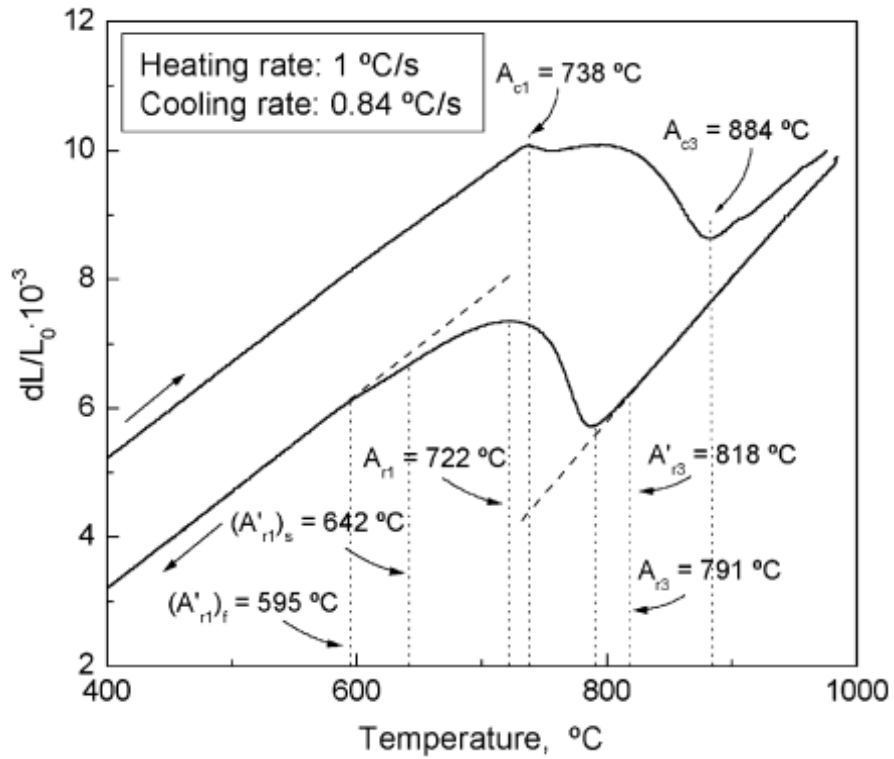


Figura 18 Curva de dilatometría (Tasa de enfriamiento 0.84°C/s) [15]

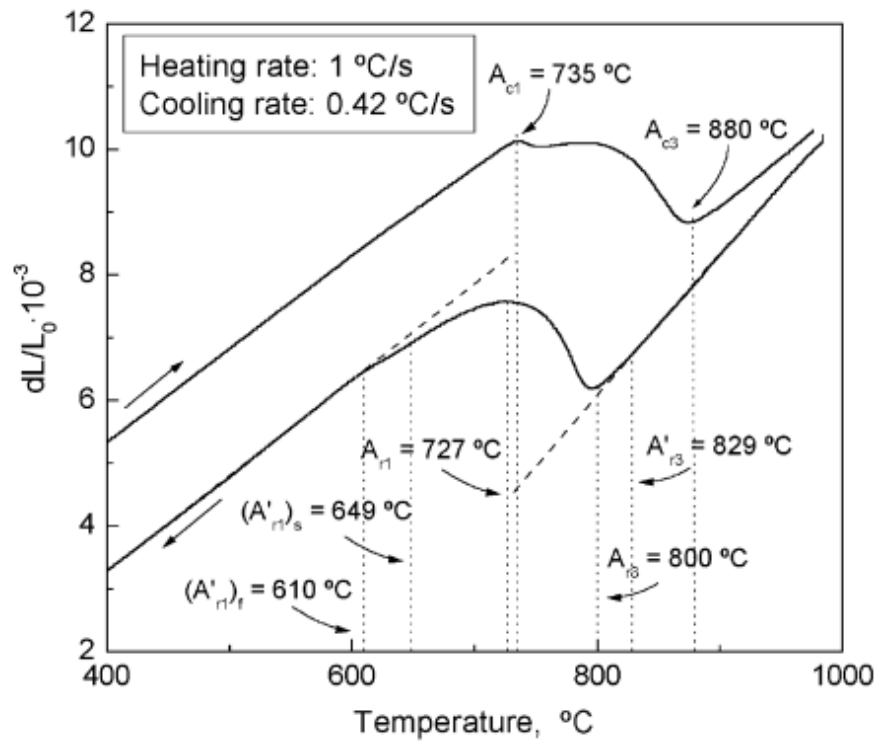


Figura 19 Curva de dilatometría (Tasa de enfriamiento 0.42°C/s) [15]

En todas las curvas de enfriamiento de dilatometría se presentaron diferentes temperaturas críticas de transformación, las cuales pueden ser deducidas de las mismas curvas, y cuyo significado es el siguiente: [15]

A'_{r3} = Temperatura de comienzo real para la formación de ferrita proeutectoide

A_{r3} = Temperatura de comienzo aparente para la formación de ferrita proeutectoide

A_{r1} = Temperatura de finalización aparente para la formación de ferrita proeutectoide

$(A'_{r1})_s$ = Temperatura de comienzo real para la formación de perlita

$(A'_{r1})_f$ = Temperatura de finalización real para la formación de perlita

A continuación se muestra la tabla de temperaturas críticas obtenidas de las curvas de dilatometría a las diferentes tasas de enfriamiento.

Tabla 4 Valores de las temperaturas críticas (°C) determinadas por dilatometría [15]

Cooling rate, °C/s	A'_{r3}	A_{r3}	A_{r1}	$(A'_{r1})_s$	$(A'_{r1})_f$
1.25	809	784	710	634	589
0.84	818	791	722	642	595
0.42	829	800	727	649	610

Como se puede observar la tasa de enfriamiento tiene un significado importante en los resultados, entre menor sea la tasa de enfriamiento las temperaturas críticas de transformación ocurrirán a una temperatura mayor, debido a que estas temperaturas (A_{r1} y A_{r3}) dependen de la velocidad de enfriamiento. [15]

Método de la Regla de la Palanca

La estructura del acero cambia con la temperatura debido a diferentes transformaciones de fase. Estos cambios de fase son generalmente acompañados por una variación en el volumen específico, el cual es visto como una desviación por el comportamiento del coeficiente de expansión térmica o contracción, a la temperatura a la cual el cambio ocurre. [17]

Adicionalmente, la técnica de dilatometría puede ser aplicada en la investigación en la cinética de las transformaciones de fase si la relación entre las fracciones de las fases, la temperatura, la composición de las fases y la dilatación, pueden ser relacionadas entre sí. [17]

La fracción en volumen de las fases es determinada desde una curva de un cambio relativo en la longitud en función de la temperatura usando la regla de la palanca, lo cual se ejemplifica a través de una línea en la Figura 20, para determinar la fracción de la fase γ .

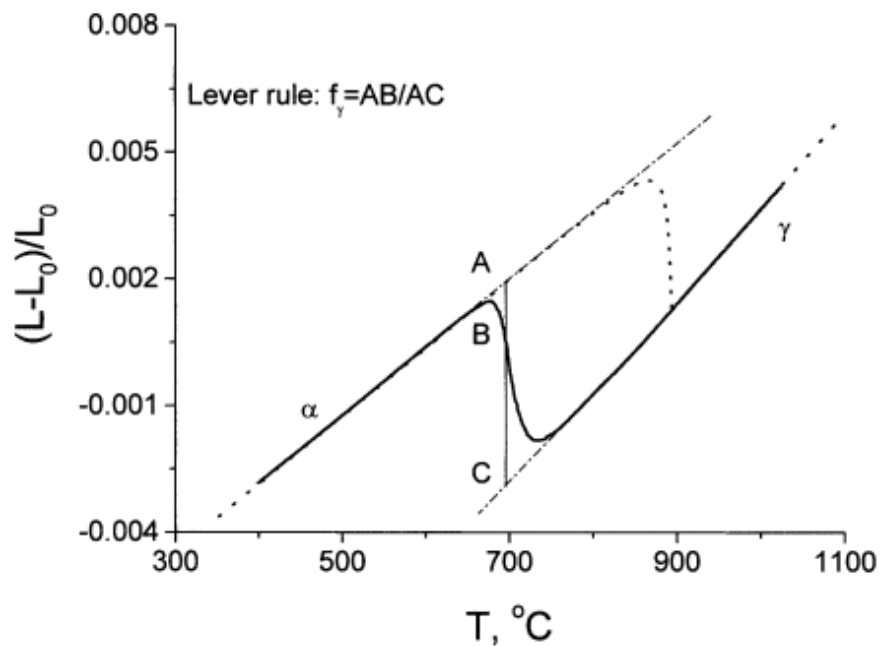


Figura 20 Método de la Palanca [17]

La regla de la palanca, sin embargo, es solo aplicable en el caso de que exista un proceso en el cual solo involucre una sola transformación de fase, [17]

Como complemento, los porcentajes de ferrita y perlita correspondientes a las microestructuras a diferentes tasas de enfriamiento pueden ser medidos a través de un analizador de imágenes. [15]

A continuación en la Figura 21 se muestra un ejemplo de la medición utilizando el método de la palanca a la tasa de enfriamiento de 1.25°C/s , la Tabla 5 muestra los resultados de los porcentajes de fase medidos usando un analizador de imágenes, la regla de la palanca y el método Kop. [15]

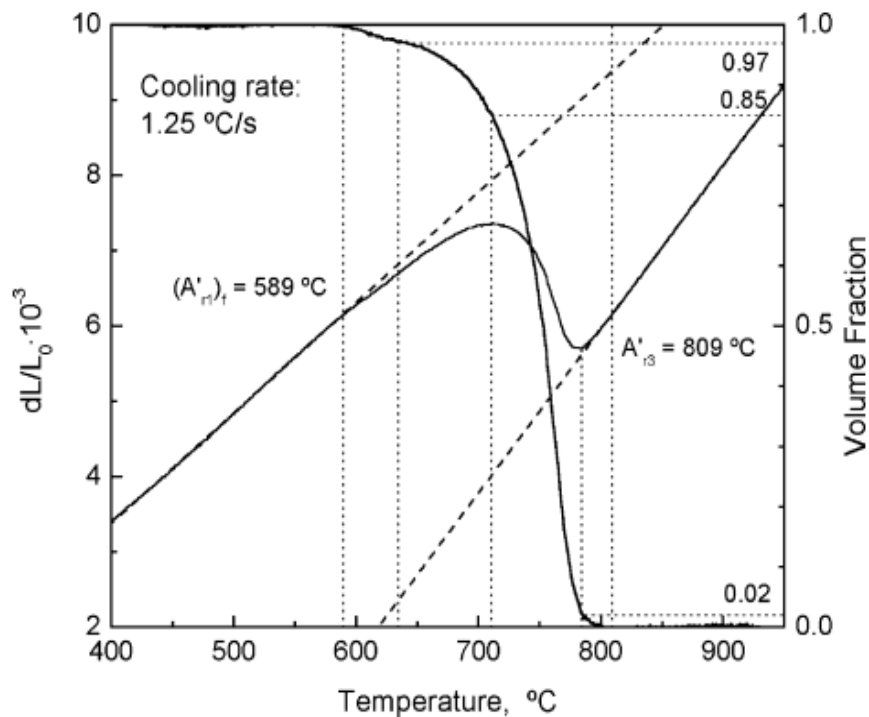


Figura 21 Fracción de austenita transformada por el método de la palanca (Tasa de enfriamiento 1.25°C/s) [15]

Tabla 5 Porcentajes de ferrita y perlita medidas por el analizador de imágenes, método de la palanca y método Kop [15]

Cooling rate, °C/s	IA		LR		Kop	
	Ferrite, %	Pearlite, %	Ferrite, %	Pearlite, %	Ferrite, %	Pearlite, %
0.42	87.3	12.7	96.6	3.4	87.7	12.3
0.84	88.2	11.8	96.5	3.5	87.6	12.4
1.25	89.2	10.8	97.2	2.8	87.9	12.1

CAPÍTULO 3

EXPERIMENTACIÓN

Este capítulo está dividido en dos secciones, la primera describe la construcción, diseño y ensamble del DIL UANL 10.1, y la segunda parte presenta la metodología para estudiar el comportamiento y desempeño del dilatómetro, como se mencionó anteriormente se utilizaron tres aceros con diferentes características, éstos se enlistan a continuación:

- Acero Martensítico
- Acero al Silicio
- Acero al Silicio con 30% de deformación

El objetivo de estudiar primero un acero al silicio y posteriormente con 30% de deformación, es observar el efecto de la deformación sobre las transformaciones de fase en este material, con respecto al acero martensítico, en su transformación no implica difusión, ocurre casi instantáneamente, a una temperatura de 400°C (FCC a Tetragonal).

Se realizaron pruebas de calentamiento en un horno (Tipo E4, de la marca Research Inc.), el cual puede alcanzar una temperatura máxima de 1,200°C, para determinar las tasas de calentamiento que podremos alcanzar para la realización de las pruebas, esto se realiza ajustando diferentes niveles de potencia.

También se realizaron pruebas con el LVDT (transductor), para verificar la sensibilidad, esto a través del módulo de entrada de corriente analógica de 8

canales de 16 bits (NI 9203), los cuales permitirán evaluar el desempeño del transductor, ya que es uno de los elementos más importantes que conforman el dilatómetro.

Para la validación del DIL UANL 10.1, se realizaron comparaciones con un dilatómetro comercial, en este caso, se utilizó un dilatómetro de la marca NETSZCH, modelo DIL 402 PC, ubicado en el CINVESTAV Unidad Saltillo, Coahuila.

Las pruebas se realizaron para evaluar el comportamiento y desempeño de los dos instrumentos de medición, se utilizaron las mismas condiciones de operación, para posteriormente comparar los resultados de ambos dilatómetros, y así poder conocer la variabilidad que presenta equipo propuesto.

Al término de la experimentación se analizaron y evaluaron los resultados en función de los parámetros y las transformaciones de fase en los aceros antes mencionados.

3.1 Diseño

Para poder iniciar el diseño del DIL UANL 10.1 se realizó una revisión extensiva de los tipos de dilatómetros que existen en el mercado.

En general los tipos de dilatómetros que se produce comercialmente y que ya han sido descritos en el capítulo 2, son los siguientes:

- Dilatómetro Push Rod
 - Configuración Horizontal (Figura 7)
 - Configuración Vertical (Figura 8)
- Dilatómetro Óptico (Figura 9)

Se analizó con detalle cada uno de los dilatómetros, la decisión final fue diseñar un dilatómetro “push rod” de configuración horizontal, ya que uno de los requisitos más importantes es tener una buena uniformidad térmica a lo largo de la probeta de ensayo. En lo que respecta a la configuración vertical, las cavidades en un horno vertical, están sujetas siempre a convección, por lo que se tendrá una menor uniformidad térmica en comparación con el horizontal. Por otra parte un dilatómetro óptico por el costo de sus componentes no fue factible esta última opción.

Después de recabar la información técnica de todos los componentes de un dilatómetro tipo “push rod” en configuración horizontal, se llevó a cabo el diseño de éste a través de un software CAD (Solid Works 2009).

3.1.1 Componentes en el diseño del dilatómetro

Los componentes que se utilizaron para la construcción del DIL UANL 10.1, se obtuvieron de distintos proveedores nacionales y extranjeros, y también se fabricaron distintas piezas que fueron requeridas en el diseño final. A continuación se describen cada uno de los componentes y sus especificaciones, todos éstos corresponden a las diferentes partes de un equipo de análisis térmico como se presentó con anterioridad en la Figura 6:

- Perfiles y componentes de aluminio
- Horno
- Partes de aluminio maquinadas
- Transductor (LVDT)
- Amplificador
- Fuente de alimentación
- Alúmina (Push Rod, soporte, estructura principal)
- Micrómetro
- Sistema de adquisición de datos
- Sistemas de enfriamiento

3.1.1.1 Perfiles y componentes de aluminio

La estructura y soporte principal del dilatómetro se construyó de perfiles y accesorios de aluminio de la marca BOSCH los cuales se muestran a continuación (Figura 22), este tipo de componentes permite construir diversos sistemas versátiles y estables.



Figura 22 Perfiles aluminio

Los perfiles de aluminio fueron de 45X45 mm, el perfil principal, que es el que le da la longitud total al DIL UANL 10.1 es de 870 mm, los perfiles más cortos con una longitud de 375 mm cada uno y son útiles para darle la estabilidad necesaria al dilatómetro.

A continuación en la Figura 23 se presentan diversos componentes de aluminio, cuyas principales funciones son descritas a continuación:



Conectores perfiles

Tapas conectores y perfiles

Aislantes vibratorios

Eco Slide



Palanca de seguridad

Figura 23 Accesorios de aluminio

Los **conectores** se utilizaron para unir el perfil de 870mm con los dos de 375 mm, además se instalaron **tapas de terminación** tanto en perfiles como conectores.

Los **aislantes vibratorios** son el contacto de nuestra estructura con la mesa de trabajo en donde se encuentra el DIL UANL 10.1, su función principal es darle la mayor estabilidad al sistema, para evitar interferencias por efecto de algún ruido externo, en este caso vibratorio.

El **eco slide** se utilizó para la colocación del horno E4, ya que es un componente móvil dentro del DIL UANL 10.1, el horno se desliza sobre el perfil de 870 mm, en el eco slide se instaló una palanca de seguridad la cual hace que éste se fije en una posición determinada.

3.1.1.2 Horno y modo de operación

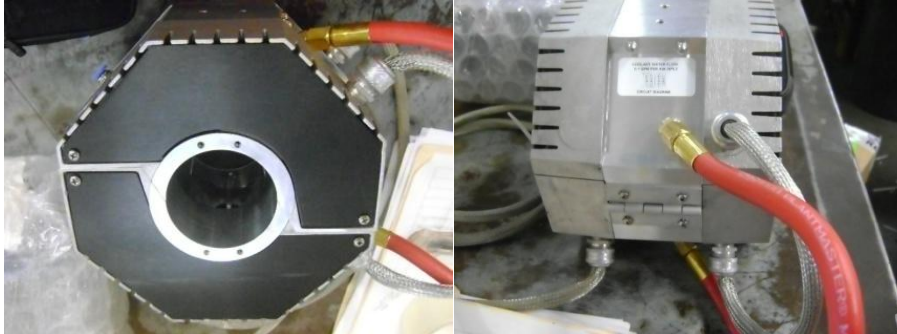


Figura 24 Horno E4

El horno mostrado en la Figura 24 que se utilizó en la construcción del DIL UANL 10.1 es el modelo E4 y marca Research Inc. cuyas principales características se mencionan a continuación:

- Se pueden usar muestras de diámetro mucho menor a 0.25 in (6mm).
- La longitud de calentamiento es de 2 in.
- 90% de la temperatura de funcionamiento se alcanza en menos de 3 segundos.
- El radiante de la energía se disipa al 10%, dentro de los 5s después de quitarle la potencia.
- Puede trabajar a temperaturas menores de 400°C.
- Puede trabajar a temperaturas transitorias de 1100°C, y temperaturas continuas de productos de 815°C.
- Las lámparas utilizadas son T-3, 1000 watts@120 volts, de cuarzo.

Este horno es considerado de alta velocidad, por la tasa de calentamiento que nos puede proporcionar, un ejemplo de esto, se da en el calentamiento de un cable de silicón cuya gráfica de temperatura contra tiempo (Figura 25), se presenta a continuación:

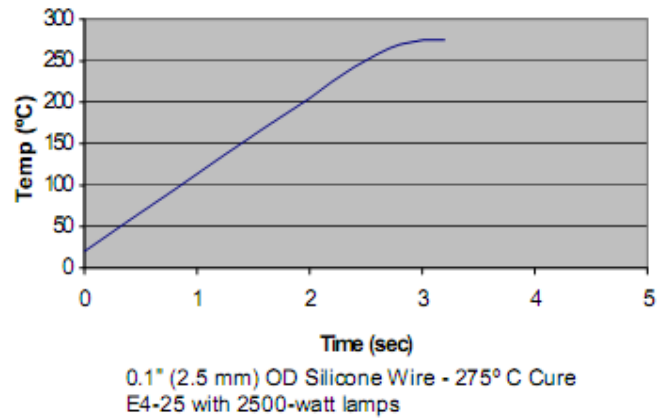
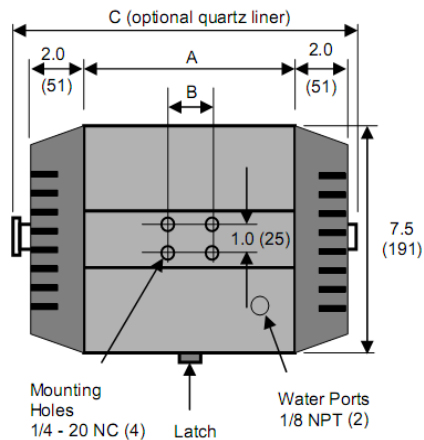


Figura 25 Ejemplo tasa de calentamiento horno E4 [18]

El modelo específico que se utiliza en el DIL UANL 10.1 es el E4-02, cuyas medidas generales se ilustran en la Figura 26:



Modelo	A in (mm)	B in (mm)	C in (mm)	Peso lbs (Kg.)
E4-02	2.5 (64)	N/A	9.0 (228)	13 (5.9)

Figura 26 Dimensiones horno E4 [18]

Fuente de poder y control del horno

El horno instalado en el DIL UANL 10.1 funciona con un controlador de potencia mostrado en la Figura 53, mediante un potenciómetro que es el encargado de regular el flujo de entrada de voltaje al horno (RUN ADJUST), desde una escala del 0 al 10 en forma manual (Ajuste del 0 al 100% del voltaje suministrado).



Figura 53 Controlador potencia horno

También cuenta con otro potenciómetro para el ajuste del tiempo en el cual se llega a cierta temperatura, con una escala del 0 al 10, (lo que corresponde de 0 a 20 segundos). Estos son los dos modos de operación manuales con los cuales se puede utilizar el horno.

3.1.1.3 Partes de aluminio y acrílico maquinadas

Fueron un total de 10 piezas las que se diseñaron y maquinaron, correspondientes al 60% del diseño total del DIL UANL 10.1, estos componentes fueron principalmente para el soporte del LVDT (transductor), del micrómetro y del mecanismo donde estarían ubicados, el proceso se llevó a cabo en base a los componentes previamente diseñados en el sistema CAD:

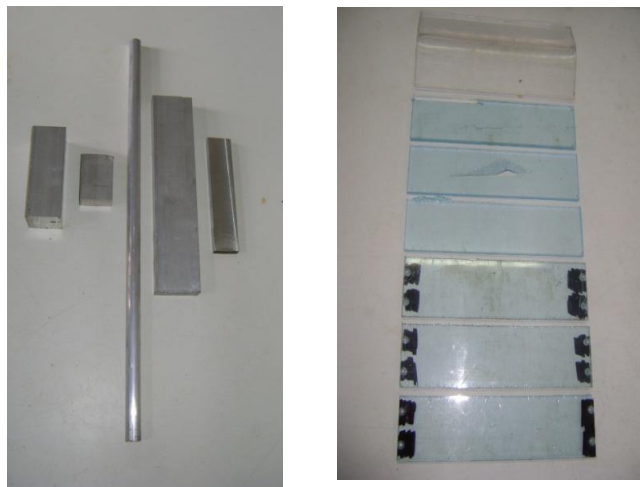


Figura 27 Material aluminio y acrílico para maquinar

Se obtuvo el material necesario de acuerdo a las especificaciones y medidas proporcionadas y establecidas en el diseño original, los tipos de materiales que se utilizaron fueron aluminio comercial y acrílico como se muestra en la Figura 27.

Las operaciones de maquinado se realizaron en equipos como el Control Numérico Computarizado (CNC Figura 28 lado izquierdo), para tener una muy buena precisión en las medidas de los componentes y fresadora (Figura 28 lado derecho).

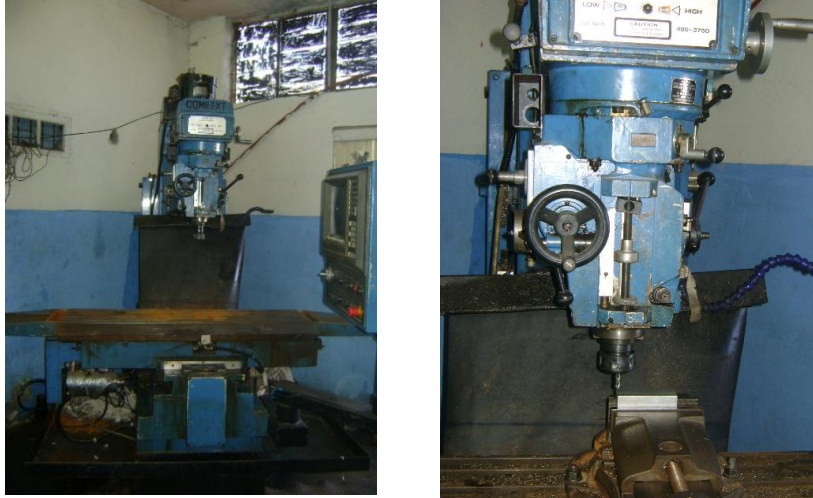


Figura 28 CNC (lado izquierdo) y fresadora (lado derecho)

A continuación se muestran algunas fotografías de la fabricación de los componentes antes mencionados, tanto en la fresadora (Figura 29) y en la CNC (Figura 30).



Figura 29 Fabricación de componentes en fresadora

En la fresadora automatizada se le dio las medidas exactas finales a varios componentes, desbastando de 10 a 15 milésimas por paso el exceso de material, esto con la finalidad de obtener un mejor acabado y control dimensional, además se utilizó para realizar perforaciones y roscados en diferentes componentes.



Figura 30 Fabricación de componentes en CNC (Control Numérico Computarizado)

En el CNC se elaboraron los programas utilizando el software Máster Cam, para el soporte en el cual estarían ubicados todos los componentes de aluminio que conformarían el DIL UANL 10.1.

Todas las especificaciones, medidas y detalles de construcción de los componentes que se fabricaron se presentan en el apéndice A, a continuación en la Figura 31 se muestran algunas fotos de los componentes finalizados.



Figura 31 Piezas maquinadas terminadas

3.1.1.4 LVDT (Linear Variable Differential Transformer) y su escala



Figura 32 LVDT (Linear Variable Differential Transformer)

El LVDT (linear variable differential transformer), que se utiliza en este diseño es de la marca Honeywell, modelo S5 AC-AC código HM (± 2.54 mm), el cual tiene las siguientes características:

- Un diseño en miniatura
- 0.25% de no linealidad
- Inmunidad al ruido eléctrico
- Rango de operación desde -50°C hasta 125°C (estándar)
- “Resolución infinita” (limitada por la electrónica)
- Construcción de acero inoxidable

Las medidas de este modelo se muestran en la Figura 33, junto con la ilustración del transductor:

Código de rango (mm)	Rango de carrera (mm)	L (mm)	D (mm)	X (mm)	Peso (gm.)	Max. Fuerza resorte	Sensibilidad de salida (mA/V/0.001 in)
HM	± 2.54	61	9.4	11.43	623.69	119.92	4

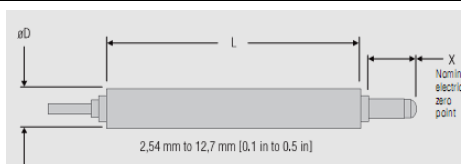


Figura 33 Ilustración LVDT [29]

La función del transductor es medir la expansión o contracción de la probeta durante la aplicación de la temperatura. El LVDT, estará en contacto con una barra de alúmina, la que hará que se mueva el vástago del transductor, y

extraer todos los datos con un sistema de adquisición de datos NI (National Instruments) [31]

A continuación en la Figura 34 se muestra un diagrama típico del sistema, del LVDT (transductor), y los componentes que tienen relación con él, los cuales se explica su funcionamiento posteriormente en este mismo capítulo.

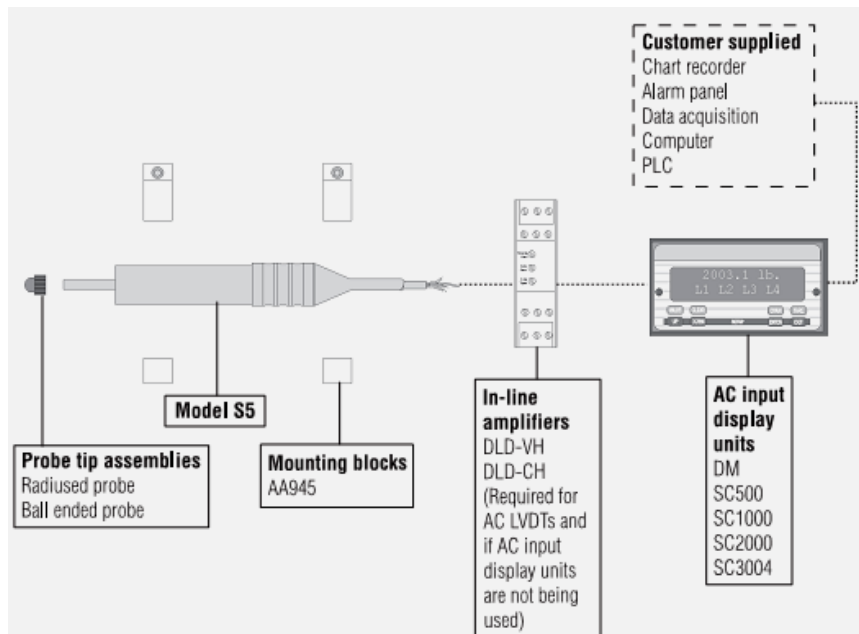


Figura 34 Diagrama típico del sistema LVDT [29]

Escala en el LVDT (Transductor)

En el sistema de adquisición de datos que se utilizó en las pruebas, el LVDT, nos da valores de corriente en la escala de mA (miliamperes), sin embargo se puede realizar la conversión para pasar esa corriente a desplazamiento lineal, mediante las especificaciones del LVDT (Honeywell), y mostradas anteriormente en la Figura 33.

De acuerdo a las especificaciones por cada **12mA** equivalen a un desplazamiento a **0.001 in**, por ejemplo para obtener la conversión de los siguientes dos valores sería:

Valor 1= 0.0178 mA

Valor 2= 0.0176mA

Diferencia= **0.0002 mA**

Por lo cual,

1 in= 25,400 μm

0.0002 in= **5.08 μm**

3.1.1.5 Amplificador en línea

El amplificador en línea (Figura 35) es otro de los componentes necesarios para lograr el funcionamiento correcto del transductor (LVDT), como se pudo observar en la Figura 34, se requiere un componente que reciba la señal que genera el LVDT, que es de 5 Volts, por lo tanto se obtuvo un amplificador de la marca Honeywell con las siguientes características:

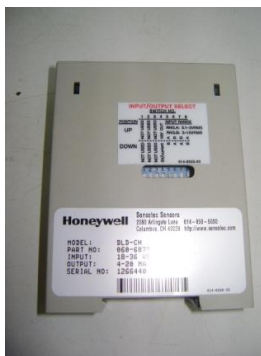


Figura 35 Amplificador en línea

- Rango de corriente de salida de 4-20 mA
- Protección ESD (cargas electroestáticas)
- Se usa para entrada de corriente alterna del LVDT (S5-AC-HM)
- Es montable

Un circuito integrado, como en el amplificador, conectado a puertos externos es susceptible a ser dañado por descargas electroestáticas por el ambiente de operación y alrededores, es por eso que este componente cuenta con protección ESD.

El amplificador en línea tiene las siguientes dimensiones, ver Figura 36:

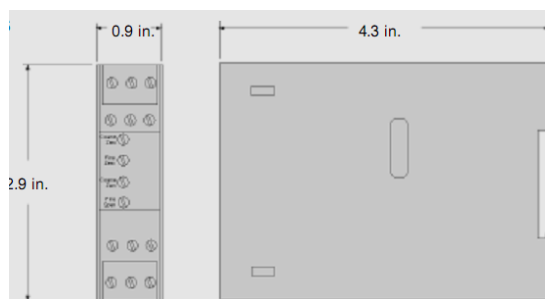


Figura 36 Dimensiones amplificador en línea [19]

Este componente tiene un rango de temperatura de operación de -29° a 60°C , es fabricado de plástico, necesita un voltaje de suministro de 18-36 VDC, tiene una linealidad de $\pm 0.05\%$ y una salida de 4-20 mA, este amplificador se usa para transductores de corriente alterna.

3.1.1.6 Fuente de alimentación (CD)

Al igual que el amplificador en línea, la fuente de alimentación (Figura 37) es otro componente relacionado con el sistema del transductor, la fuente de alimentación nos proporciona el suministro de voltaje necesario para ver el funcionamiento adecuado del amplificador, cuyo voltaje puede ser de 18-36 volts. Algunas características principales de este componente son descritas a continuación:

- Regulado
- Tamaño mínimo
- Buena estabilidad térmica
- Construcción con circuito corto
- Conexión con terminal de bandas



Figura 37 Fuente de alimentación (CD)

Este componente es el que le suministra de forma estable el voltaje al sistema del LVDT, la fuente necesita de 105 VCA a 125 VCA, para su funcionamiento, y es el que va conectado al suministro local en donde se encuentra ubicado.

A continuación se muestra un diagrama y una tabla con las dimensiones principales de la fuente de alimentación en la Figura 38:

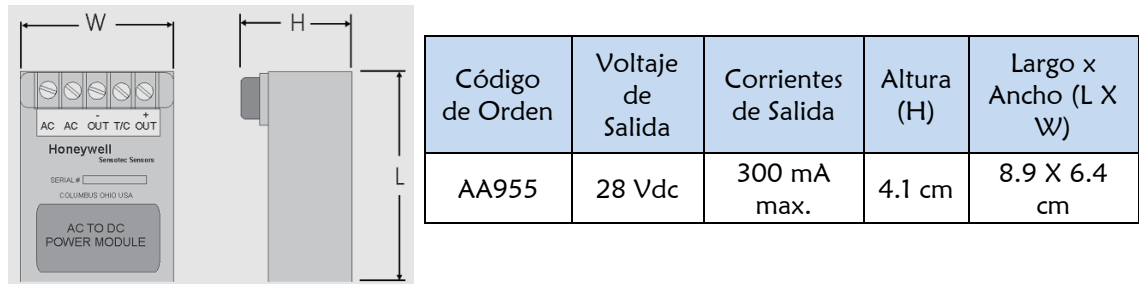


Figura 38 Dimensiones fuente de alimentación (CD) [19]

3.1.1.7 Alúmina

La alúmina (Al_2O_3) es un material cerámico muy versátil, sus propiedades la hacen especialmente apta para aplicaciones en donde la temperatura es un factor crítico [20], en el dilatómetro “push rod” permite el contacto entre el LVDT y el material de estudio y de esta forma es posible obtener el deslizamiento por expansión ó contracción en la probeta estudiada, al momento de estar aplicando temperatura. Además, forma parte del sistema de soporte de la muestra.

La alúmina se obtuvo de un proveedor extranjero, Mc Danel, ubicada en Pennsylvania, USA.

Para la construcción del DIL UANL 10.1 se usaron tubos de \varnothing externo de 25.40 mm, y de \varnothing interno de 19.05 mm por una longitud de 250.06 mm, y barras (push rod) de \varnothing 4.75 mm y 250.06 mm de longitud, además de una barra adicional de \varnothing 12.70 mm por una longitud de 250.06 mm para fabricar otros componentes como se muestra en la Figura 39:

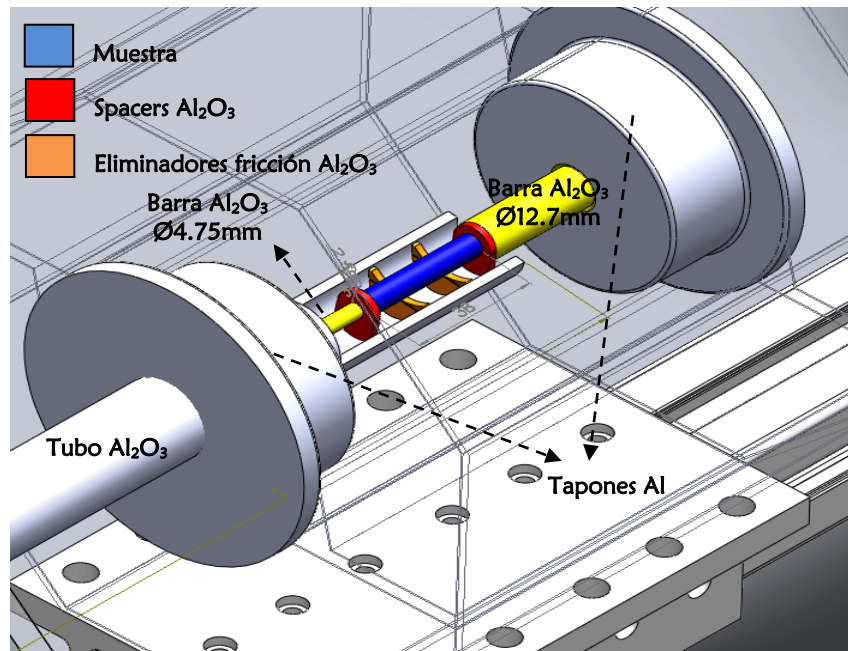


Figura 39 Ensamble alúmina

Como se puede observar en la figura, se realiza el corte en el tubo de alúmina de \varnothing interno de 19.05 mm, un corte a la mitad de 63.5 mm (2 in), para que funcione como soporte de la probeta a estudiar, los componentes en color rojo (spacers), sirven para evitar el contacto directo entre la barra de alúmina de \varnothing 4.75 mm (amarillo) y la probeta a estudiar (azul), los componentes en color anaranjado cuya función principal es la de evitar el contacto entre el tubo de alúmina y la muestra, con el fin de evitar la fricción, y obtener lecturas erróneas. Los tapones que se observan en la figura son de aluminio, y como se puede ver en el tapón de la derecha existe una barra de alúmina de \varnothing 12.70 mm la cual provee estabilidad al sistema.

3.1.1.8 Micrómetro

El micrómetro es de la marca Mitutoyo el cual se puede observar en la Figura 40, es de la serie 148-120, la serie 148 corresponden a graduaciones desde 0.01 mm (.001”), la precisión es de $\pm 2\mu\text{m}$, el espesor para montarlo o fijarlo en una superficie es de 6mm, toda la superficie es cromada, la longitud total del micrómetro es de 67mm por lo que es considerado como de tamaño pequeño.

La función del micrómetro en el sistema es, lograr el contacto entre el transductor y la barra de alúmina antes de empezar con cada prueba.



Figura 40 Micrómetro 148-120

A continuación la Figura 41, muestra las dimensiones del micrómetro instalado en el DIL UANL 10.1:

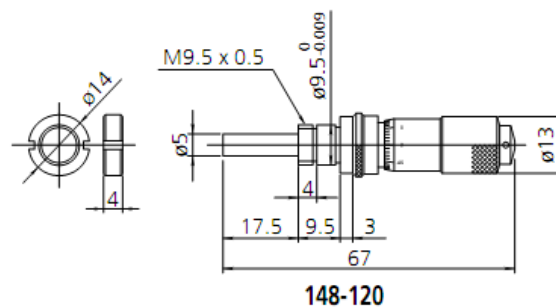


Figura 41 Dimensiones micrómetro 148-120 [30]

3.1.1.9 Tarjeta de adquisición de datos

El dispositivo encargado de la lectura y obtención de datos al momento de realizar la prueba es el modulo de entrada de corriente analógica de 8 canales de 16 bits, ± 20 mA, 200 KS/s. modelo NI 9203 (Figura 42).



Figura 42 NI 9203 [31]

El NI 9203 es un módulo de adquisición de datos de la serie C que incluye ocho canales de entrada de corriente analógica para aplicaciones de alto rendimiento de control y monitoreo. Tiene rangos de entrada programable de ± 20 mA, resolución de 16 bits y una velocidad máxima de muestreo de 200 KS/s. Para protegerse contra señales transitorias, NI 9203 incluye doble barrera de aislamiento (250 Vrms) de canal a tierra para seguridad e inmunidad a ruido, tiene un rango de operación de -40 a 70°C. [21]

Esta tarjeta de adquisición de datos es instalada en un chasis National Instruments, que tiene la capacidad de instalación de hasta 8 tarjetas de adquisición de datos para la obtención de lecturas de diferentes variables.

3.1.1.10 Sistemas de enfriamiento

Son dos los sistemas de enfriamiento que se instalaron en el DIL UANL 10.1, uno que corresponde al enfriamiento de las paredes en el horno y otro sistema para el enfriamiento de la muestra (probeta) cuando esté en desarrollo la prueba.

El sistema de enfriamiento para las paredes del horno consiste en un recipiente de 20 lts, para el almacenamiento del líquido refrigerante y mangueras de 1/4" de Ø, junto con una bomba sumergible que proporciona un gasto de 1.8 Lts/min al sistema, además de la constante circulación del agua, como se puede apreciar en la Figura 43.



Figura 43 Sistema Enfriamiento horno

El sistema de enfriamiento de la muestra, se realizo mediante la utilización de gas argón a 35 PSI durante el proceso de las pruebas, para evitar la oxidación.



Figura 44 Sistema enfriamiento muestra

3.1.2 Diseño Final

Como se mencionó con anterioridad, el diseño se llevó a cabo en el software CAD, Solid Works 2009, en el cual se diseñaron y dibujaron todos los componentes y se realizó también el ensamble de los mismos, a continuación en las Figuras 45 a 49 se muestran algunas de las vistas del diseño final:

- Vista Isométrica (Figura 45)
- Vista Superior (Figura 46)
- Vista Lateral (Figura 47)
- Vista Frontal (Figura 48)
- Vista Superior (Figura 49)

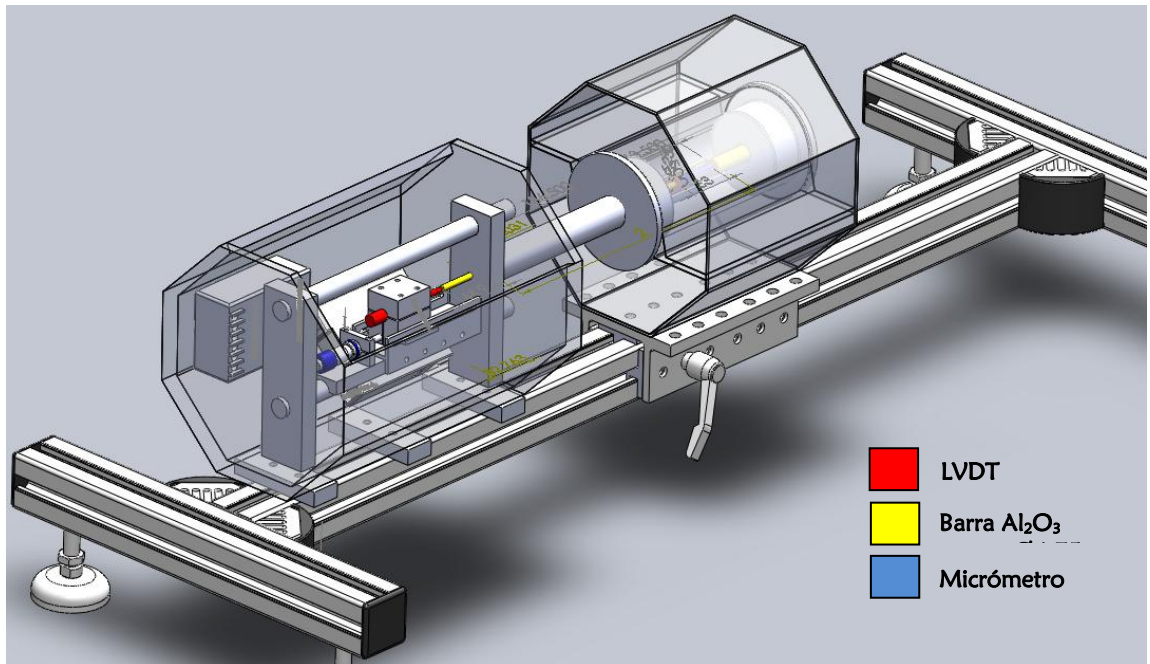


Figura 45 Vista Isométrica diseño final del DIL UANL 10.1

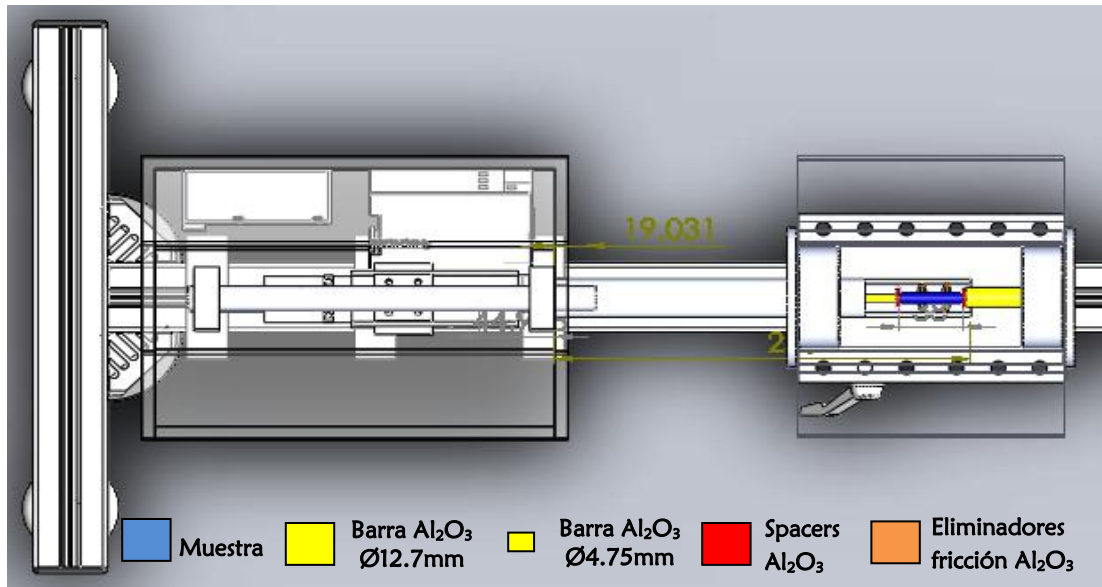


Figura 46 Vista Superior diseño final DIL UANL 10.1

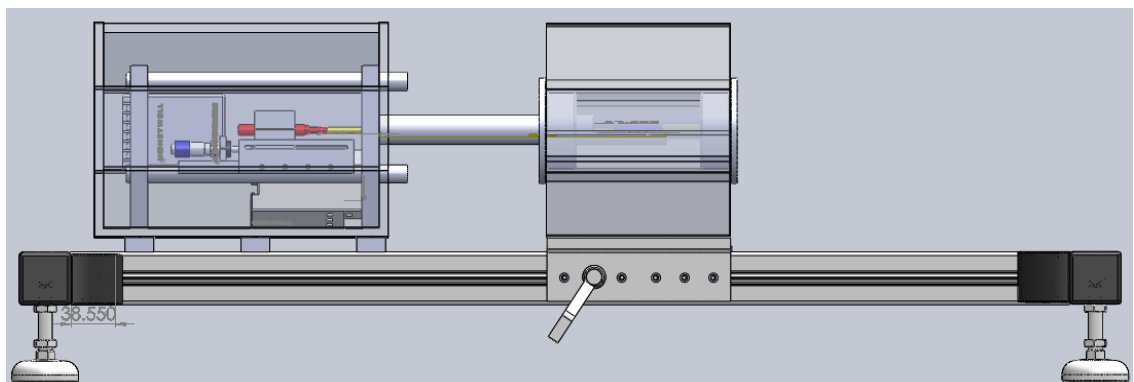


Figura 47 Vista Lateral diseño final DIL UANL 10.1

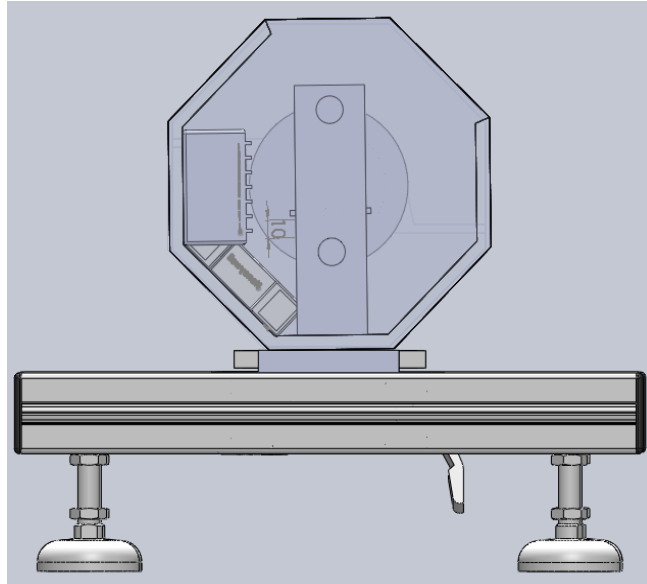


Figura 48 Vista Frontal diseño final DIL UANL 10.1

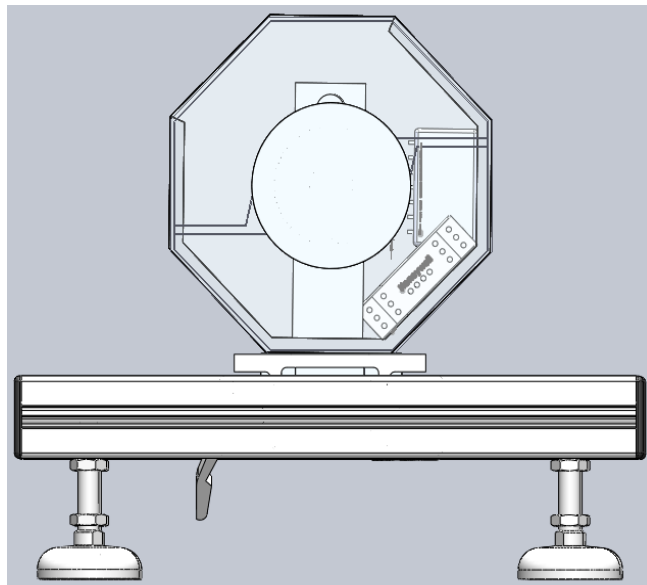


Figura 49 Vista Posterior diseño final DIL UANL 10.1

Los detalles de las especificaciones y medidas de los componentes se pueden ver a detalle en el apéndice A de este documento.

Las figuras 50 a 53, presentan las fotografías del DIL UANL 10.1 construido y algunos de sus componentes de operación.

DIL UANL 10.1

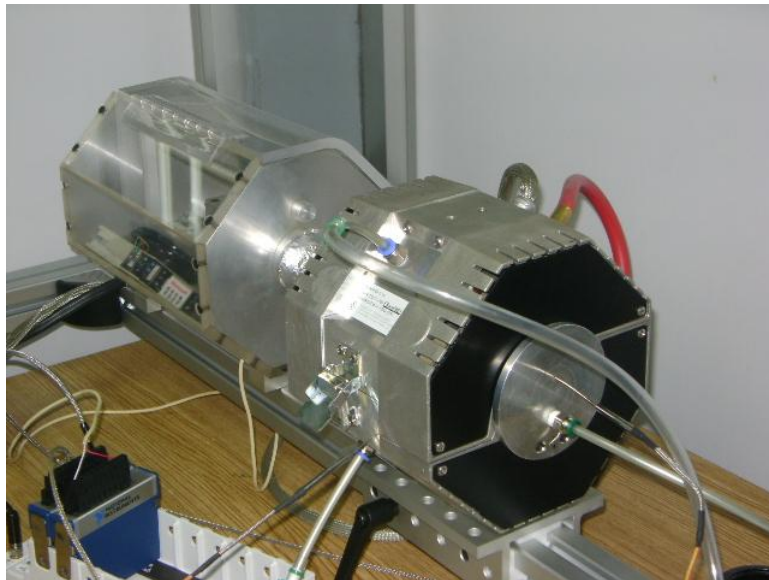


Figura 50 Vista Isométrica DIL UANL 10.1

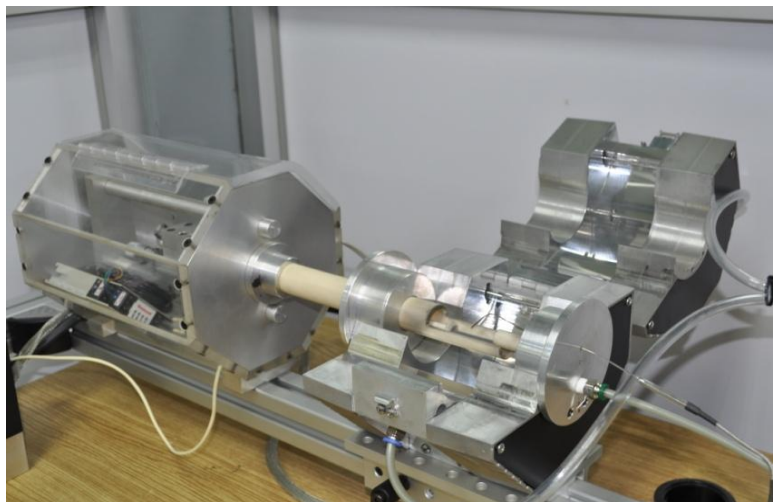


Figura 51 Vista Isométrica DIL UANL 10.1 (Porta muestra)

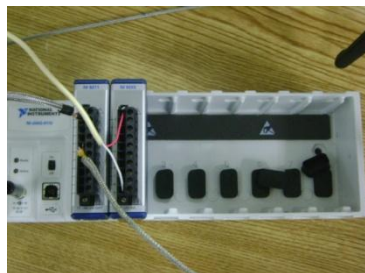


Figura 52 Sistema adq. datos DIL UANL 10.1



Figura 53 Controlador potencia horno

CAPÍTULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Este capítulo presenta los resultados de las pruebas que se realizaron en el dilatómetro comercial modelo DIL 402 PC marca NETZSCH y del dilatómetro diseñado y construido en este trabajo (DIL UANL 10.1), se presenta un análisis comparativo de entre los dos sistemas, haciendo así la validación del equipo construido.

4.1 Resultados dilatómetro comercial

Las pruebas correspondientes al dilatómetro comercial se realizaron durante una estancia en el CINVESTAV Unidad Saltillo, la Figura 54, presenta fotografías del equipo utilizado, las condiciones de las pruebas que se utilizaron en dicha institución se enlistan a continuación.



Figura 54 Dilatómetro comercial

4.1.1 Especificaciones de las pruebas dilatómetro comercial

Materiales de Estudio:

- Acero al silicio
- Acero al silicio con 30% de deformación
- Acero martensítico

Especificaciones en el proceso:

- Probetas de 7mm de diámetro por 38 mm de longitud
- Temperatura máxima alcanzada durante la prueba 1150°C
- Velocidad de calentamiento: 20°C/min
- Velocidad de enfriamiento: 20°C/min (promedio)
- Uso de flujo de gas Ar (evitar la oxidación)

A continuación en la Figura 55 se muestra la gráfica del ciclo térmico a la cual estuvieron expuestos los materiales durante la realización de la pruebas.

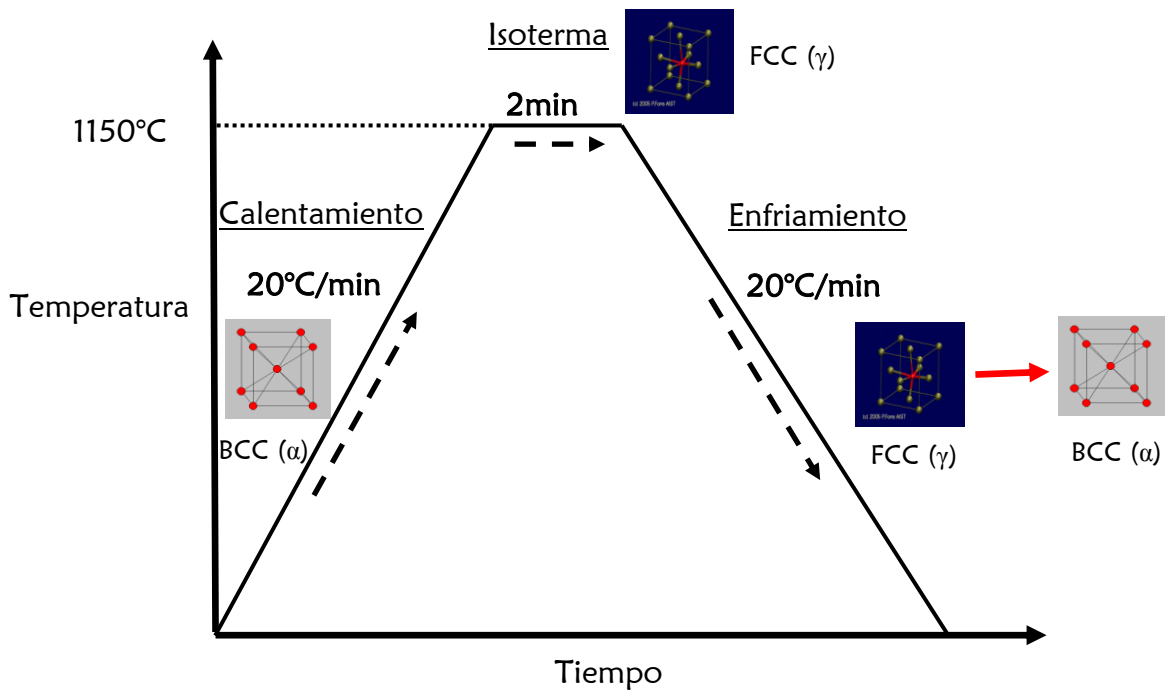
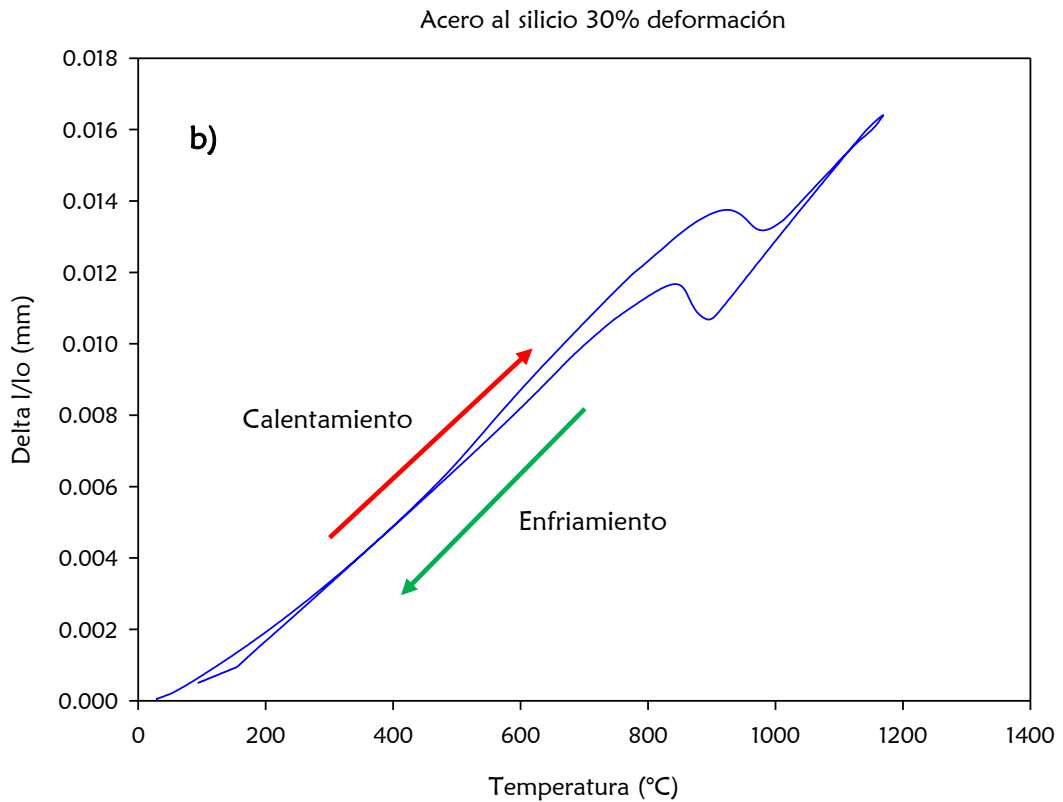
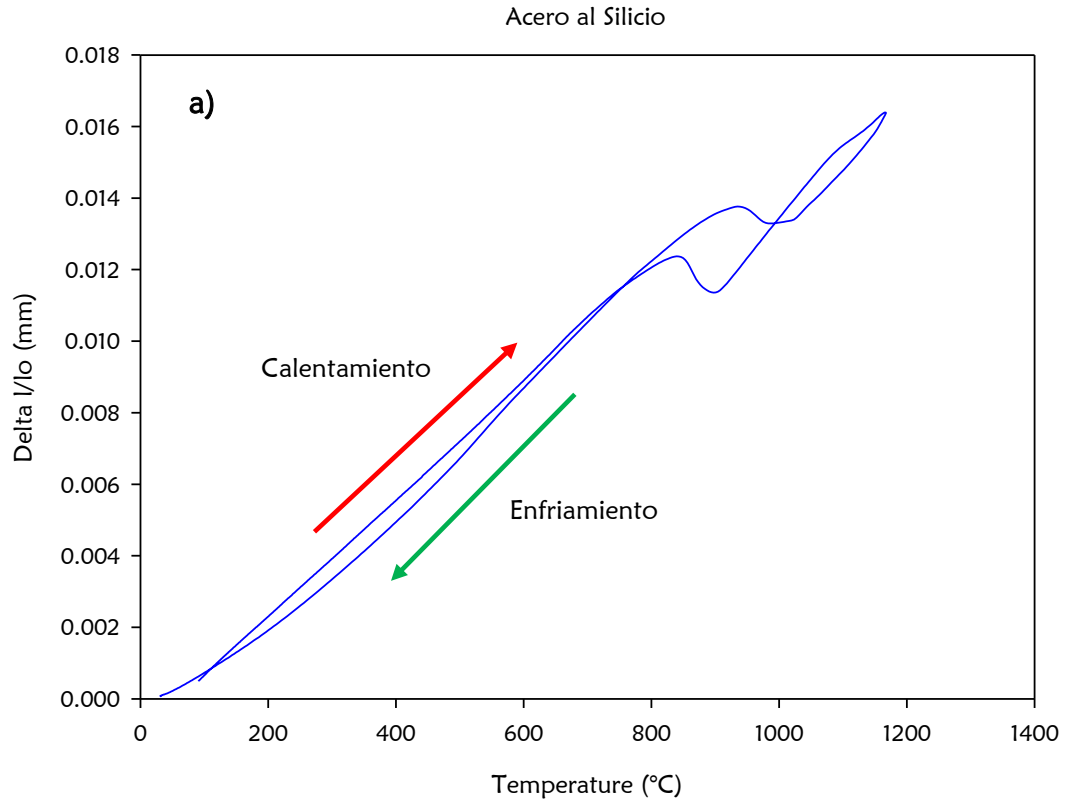


Figura 55 Ciclo térmico durante la realización de las pruebas en el dilatómetro comercial

4.1.2 Curvas de dilatometría dilatómetro comercial

En las Figura 56 y Figura 57, se presentan los resultados obtenidos de las pruebas de dilatometría en el CINVESTAV para los diferentes materiales.



Acero al silicio 30% deformación

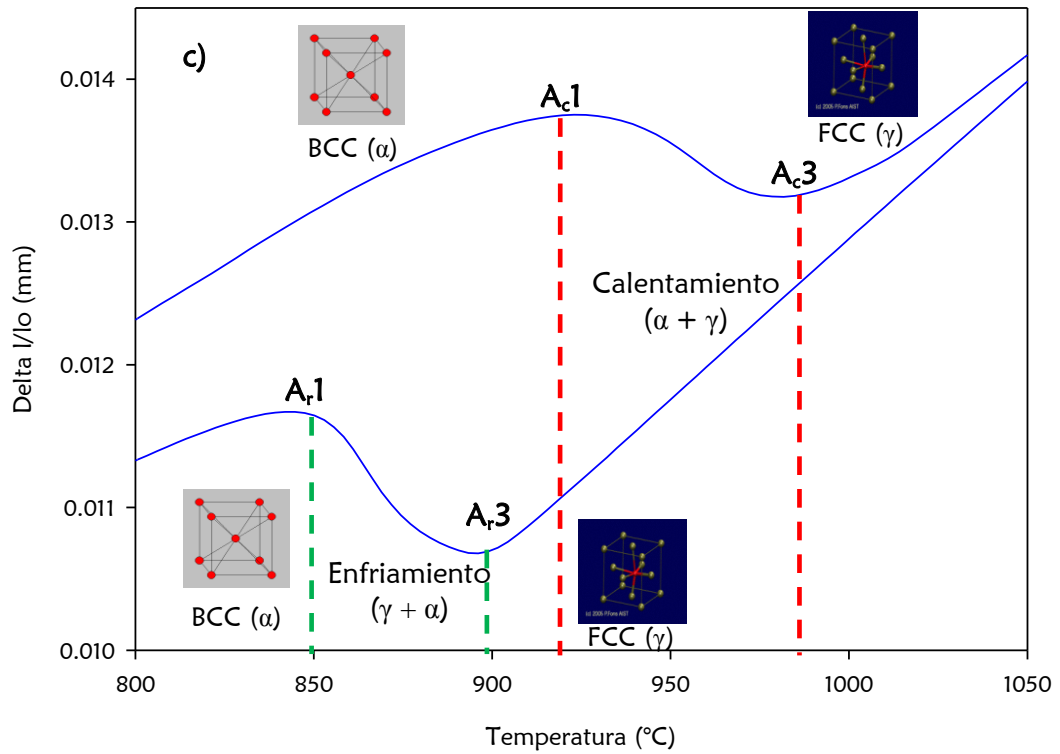
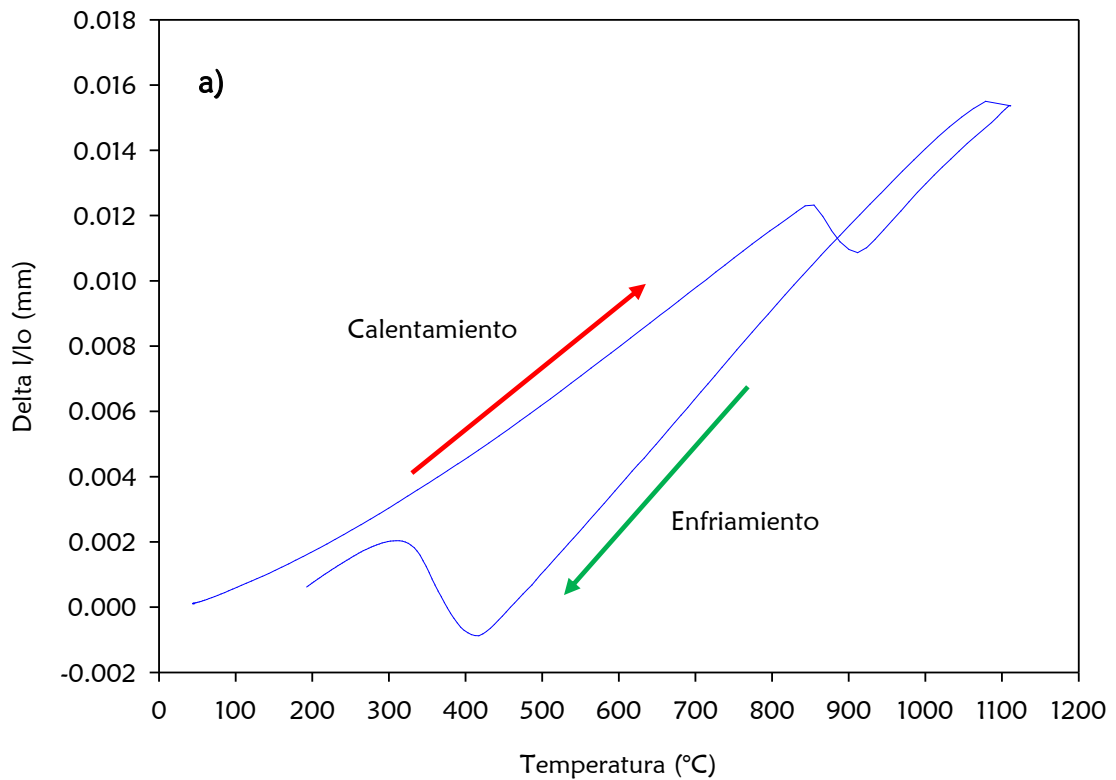


Figura 56 a) Curva de dilatometría para el acero al silicio, b) Curva de dilatometría acero al silicio con 30% de deformación, c) Esquemización de las temperaturas de transformación

Acero Martensítico



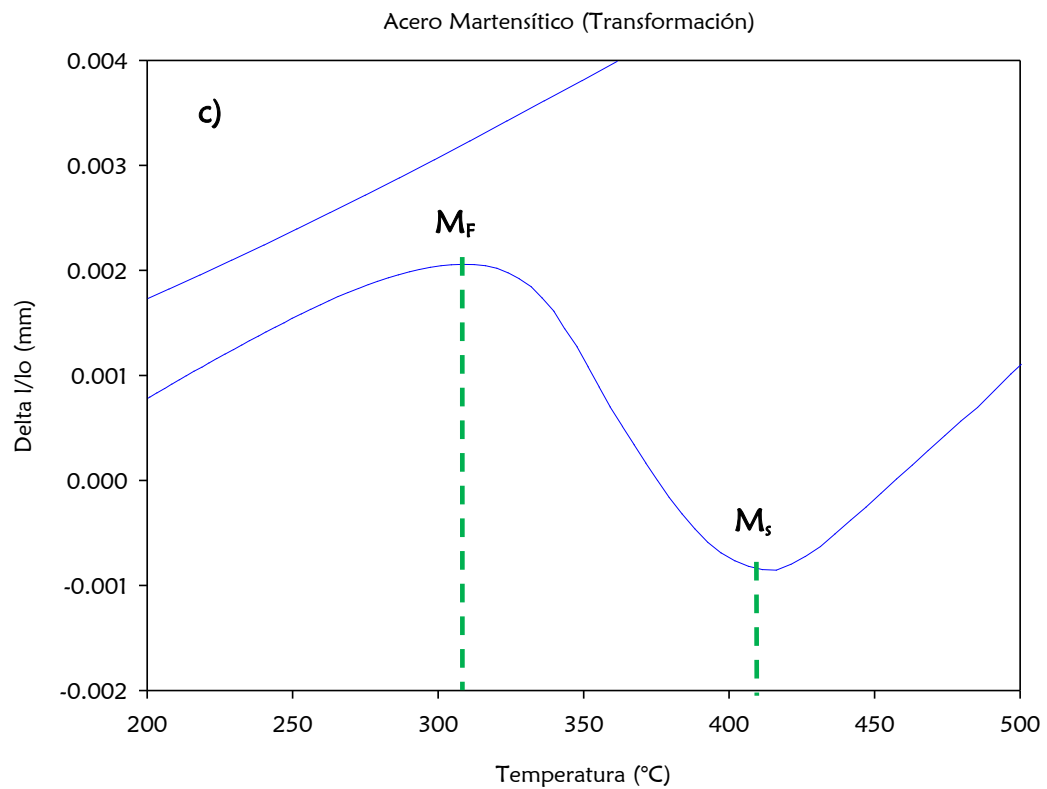
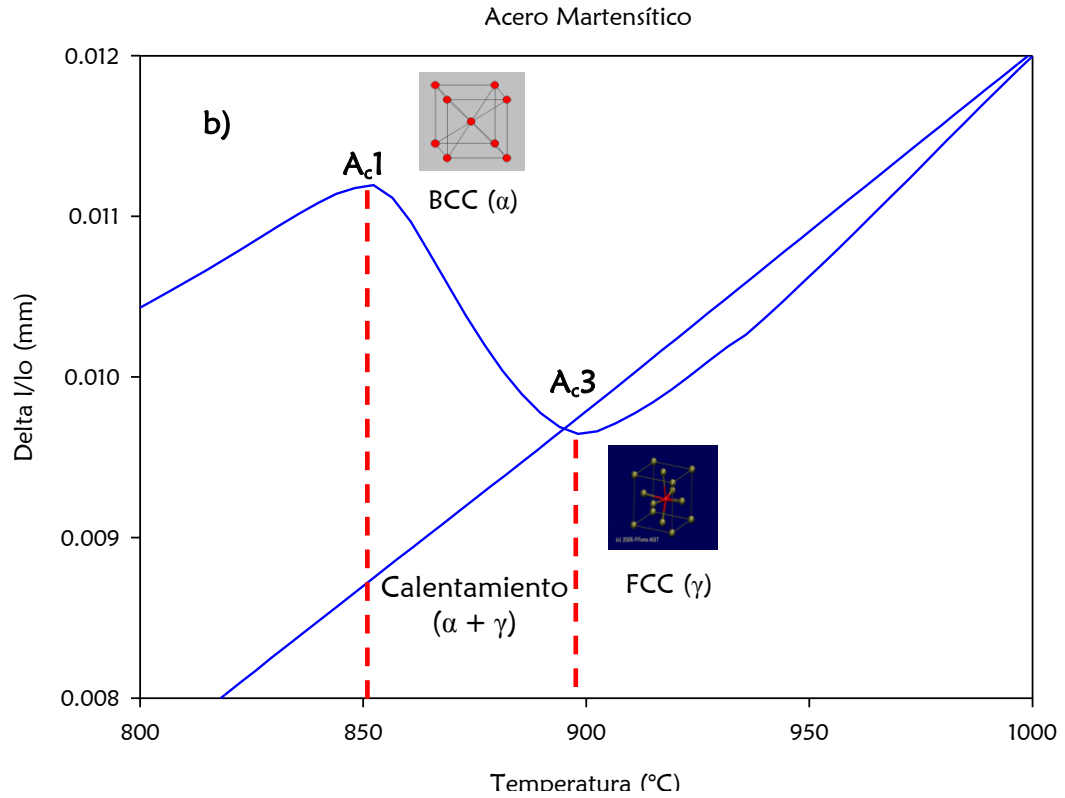


Figura 57 a) Curva de dilatometría para el acero martensítico, b) Esquemización de las temperaturas de transformación en el calentamiento, c) Esquemización de las temperaturas de transformación en el enfriamiento

4.1.3 Método de líneas en resultados dilatómetro comercial

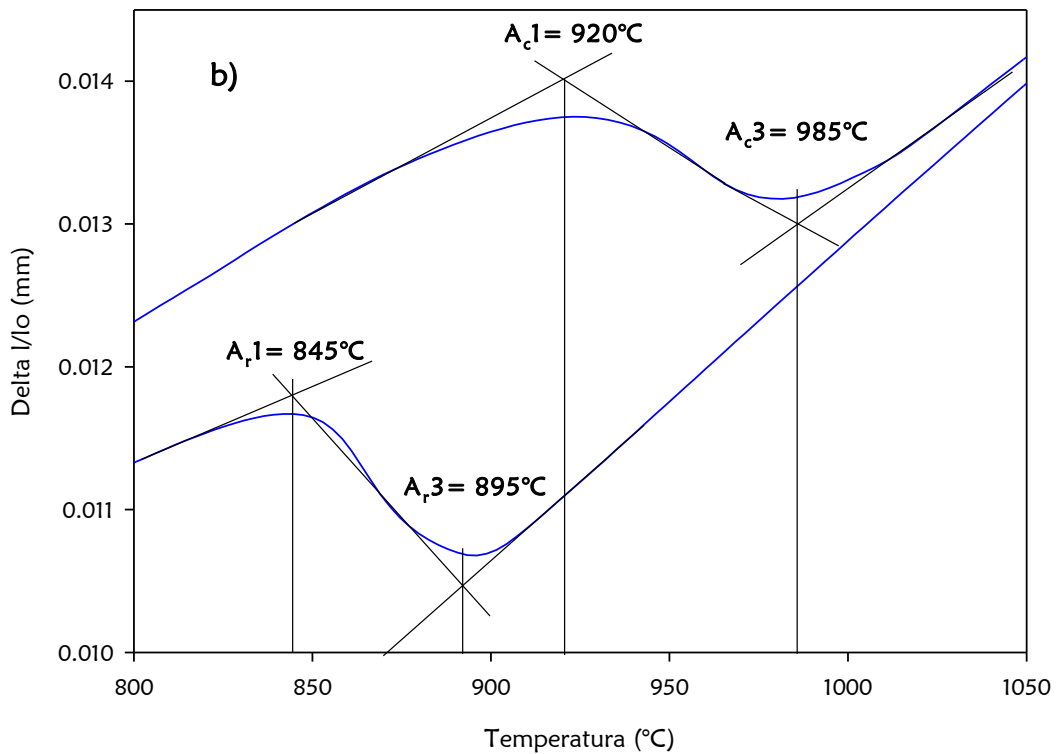
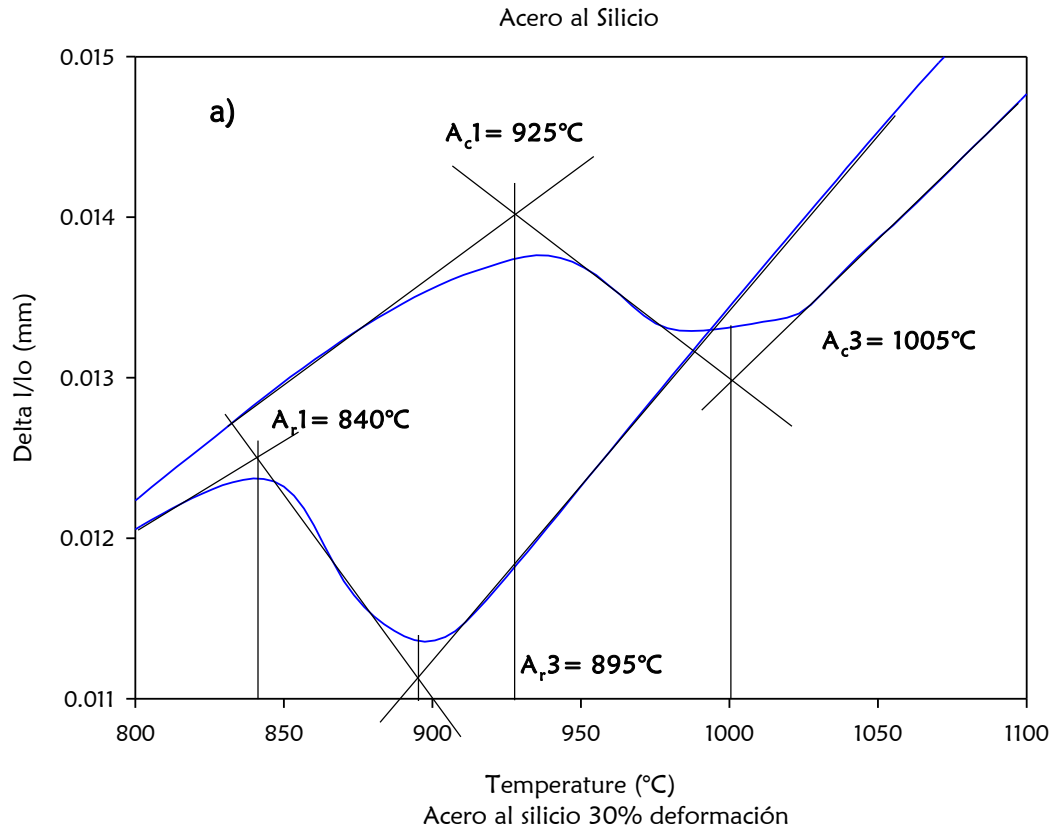


Figura 58 Método de líneas para la obtención temperaturas de transformación, a) acero al silicio, b) acero al silicio con 30% de deformación

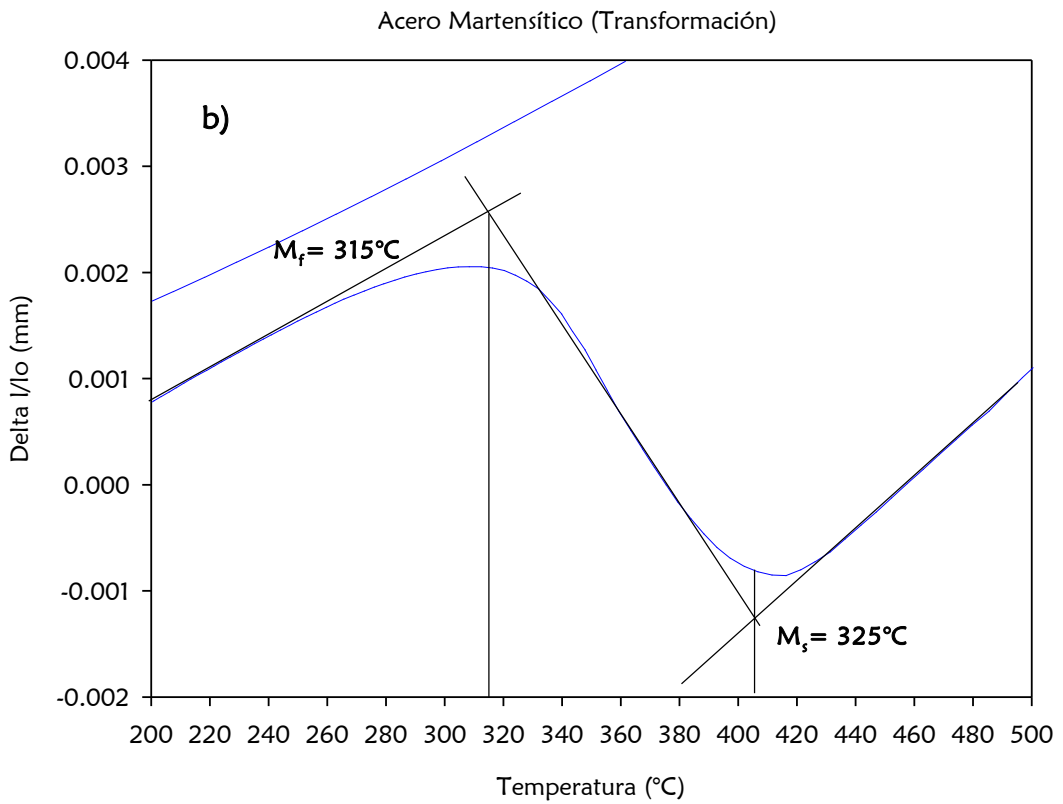
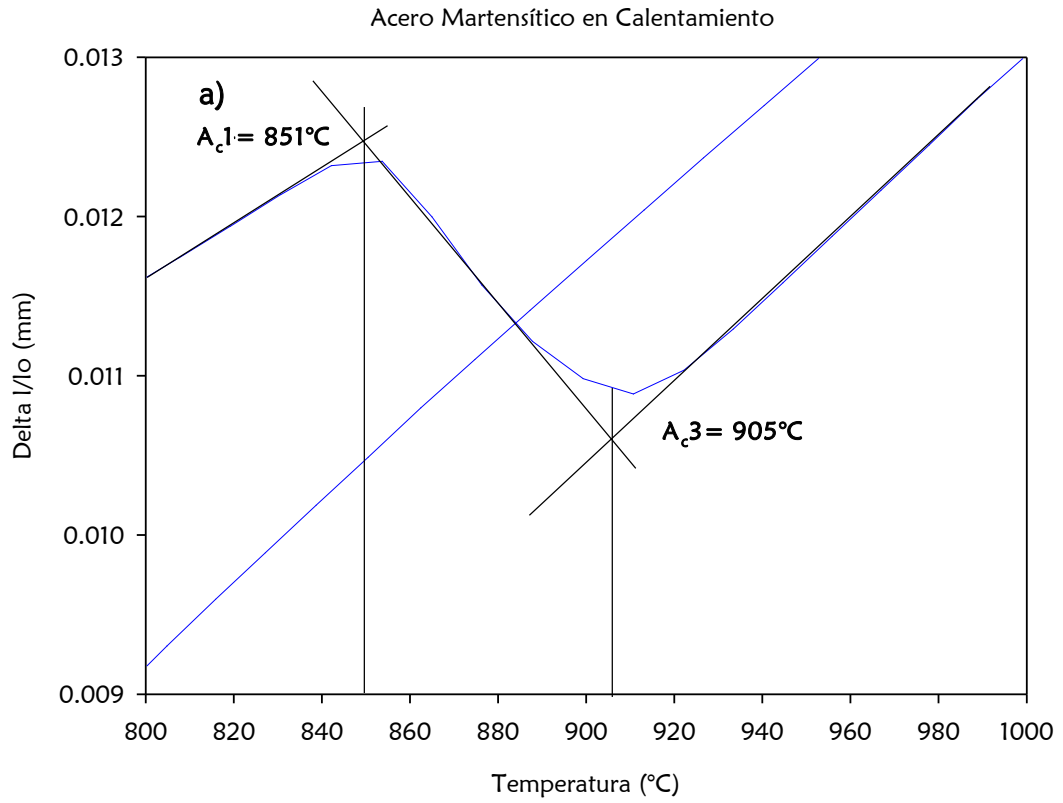


Figura 59 Método de líneas acero martensítico, a) en el calentamiento, b) en el enfriamiento

4.2 Resultados DIL UANL 10.1

Se realizaron distintas pruebas para la validación del DIL UANL 10.1 y poder realizar la comparación de obtenidos previamente en el dilatómetro comercial.

4.2.1 Especificaciones de las pruebas DIL UANL 10.1

Materiales de Estudio:

- Acero al silicio
- Acero al silicio con 30% de deformación
- Acero martensítico

Especificaciones en el proceso:

- Probetas de 7mm de diámetro por 38 mm de longitud
- Temperatura máxima alcanzada durante la prueba 1150°C
- Tasa de calentamiento: 7 °C/s (Alta Velocidad)
- Uso de flujo de gas Ar a 35 PSI (para evitar oxidación).

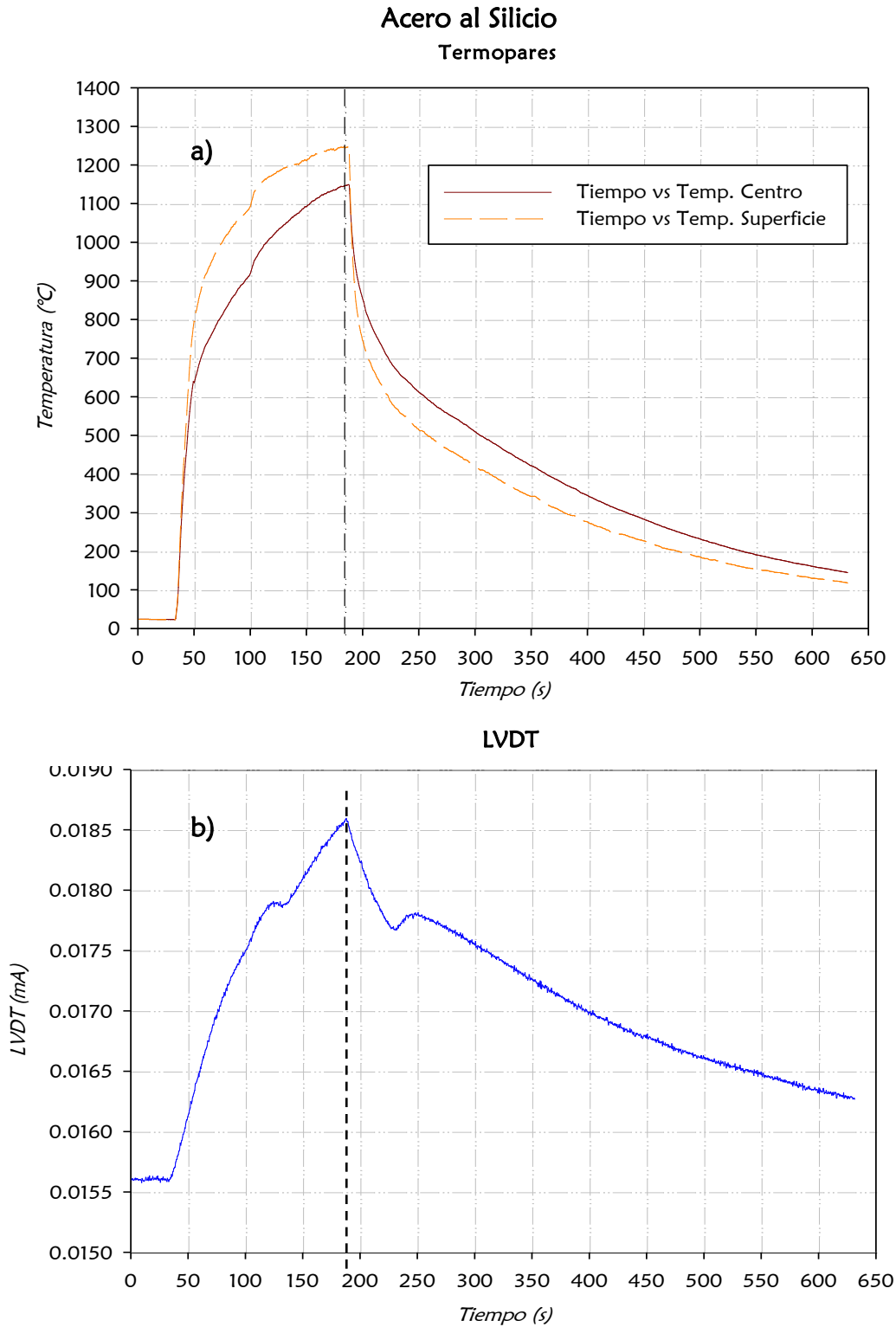
Metodología de las pruebas

- Todas las pruebas se realizaron colocando dos termopares en las probetas, uno en el centro de la muestra y el otro en la superficie, con la finalidad de estimar la diferencia de temperatura en las posiciones mencionadas.
- Se utilizó el mismo flujo de gas Ar en todas las pruebas a una presión de 35 PSI.
- Antes del comienzo de cada prueba, la probeta se limpió con acetona.

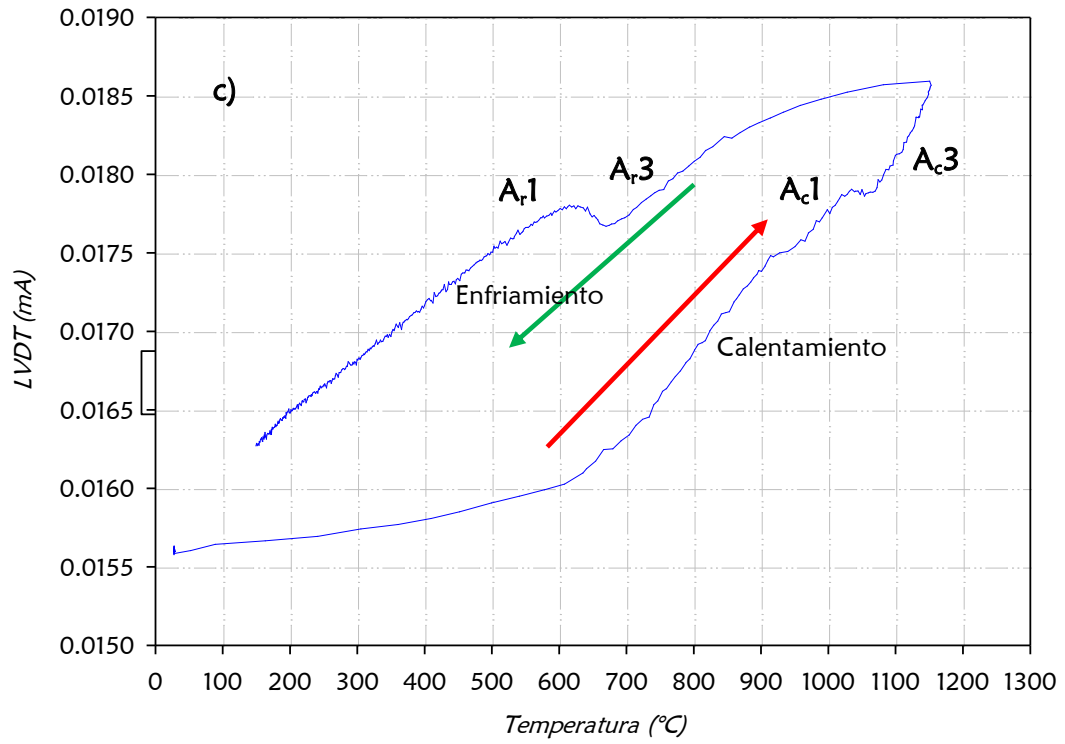
- La potencia al horno se introdujo de forma manual (usando los potenciómetros), se analizó que por lo general elevándola desde el 0 hasta el 5, alcanzábamos la temperatura deseada.
- Para el enfriamiento, una vez alcanzada la temperatura requerida, se apagaron de forma inmediata las lámparas infrarrojas del horno.
- Se graficaron los resultados obtenidos en ambos termopares (centro y superficie), la señal del LVDT y el tiempo.
- Se obtuvo la gráfica de dilatometría en base a la temperatura en el centro de la muestra y la curva de la primera derivada de la temperatura con respecto al LVDT para poder observar el cambio de pendiente al momento que ocurre la transformación de fase.
- El sistema de enfriamiento en el horno fue con un gasto constante de agua de 1.8 lts/min de acuerdo a especificaciones del horno.

4.2.2 Curvas de dilatometría y método de líneas para el DIL UANL 10.1 del acero al silicio y acero al silicio 30% deformación

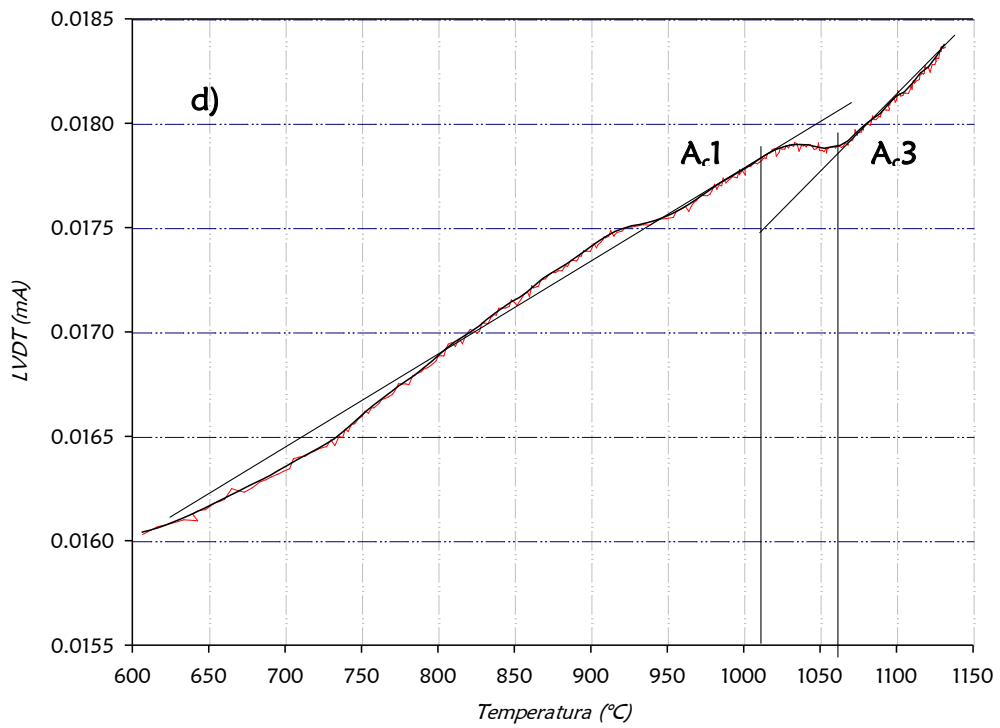
En la Figura 60, se presentan los resultados de las pruebas de dilatometría para el acero al silicio.



Dilatometría (Termopar centro de la muestra)



Calentamiento Acero al Silicio



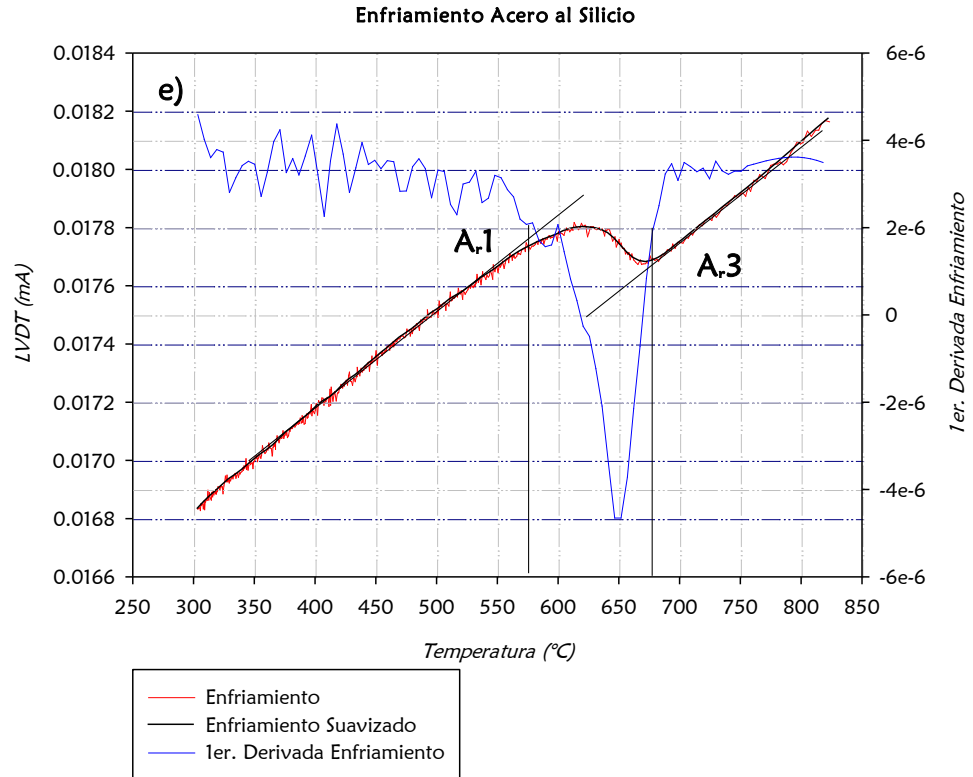
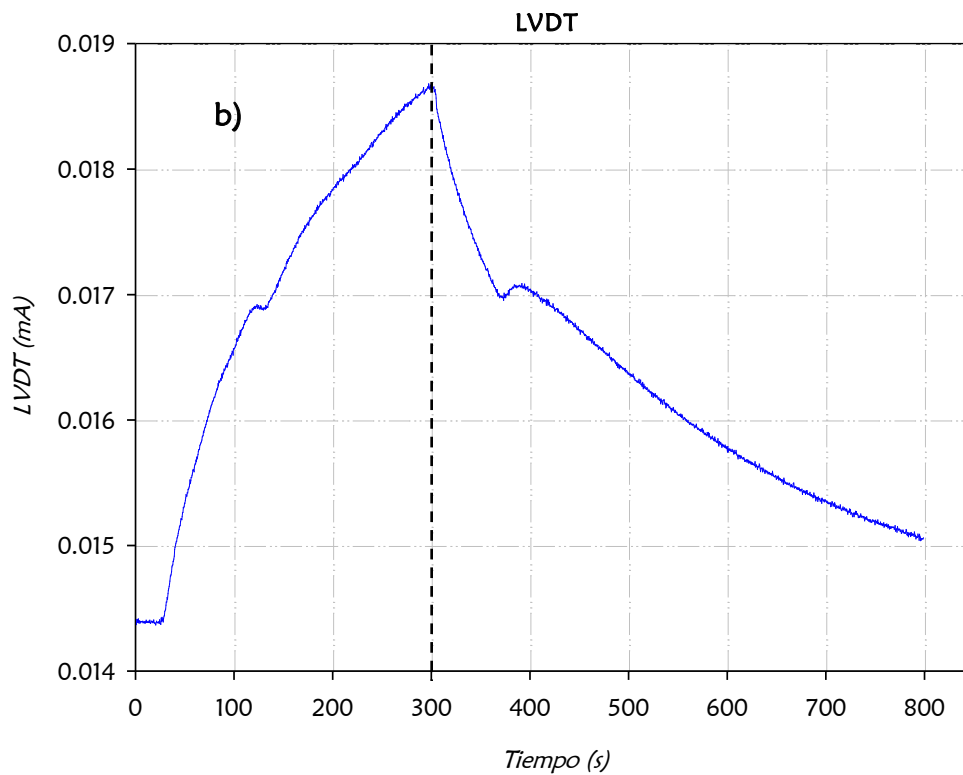
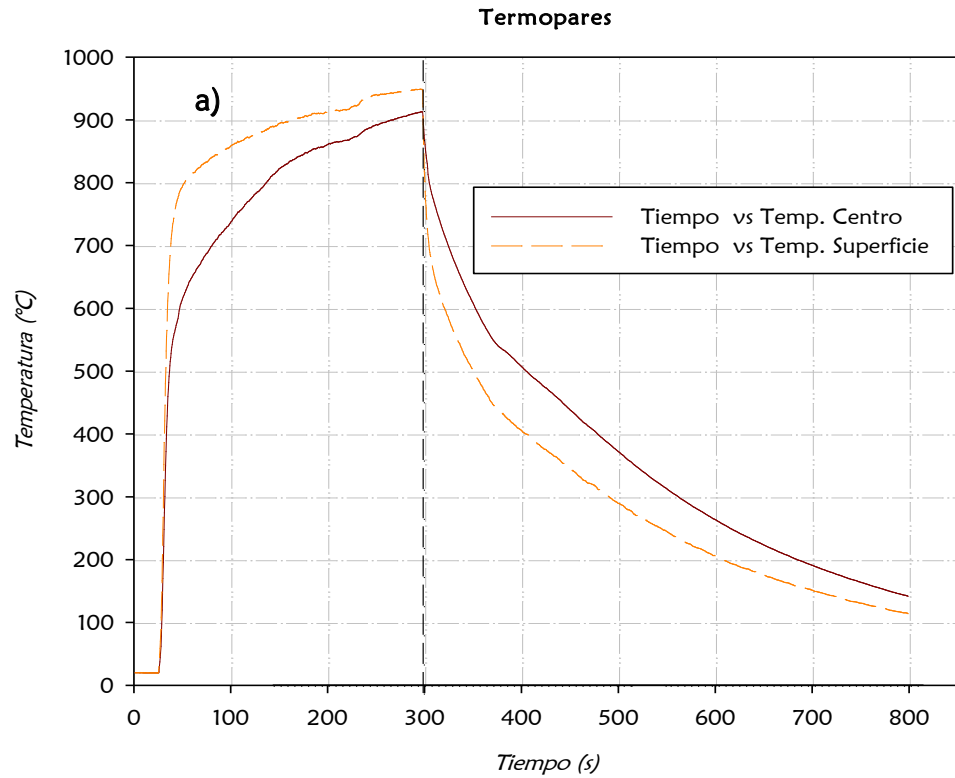


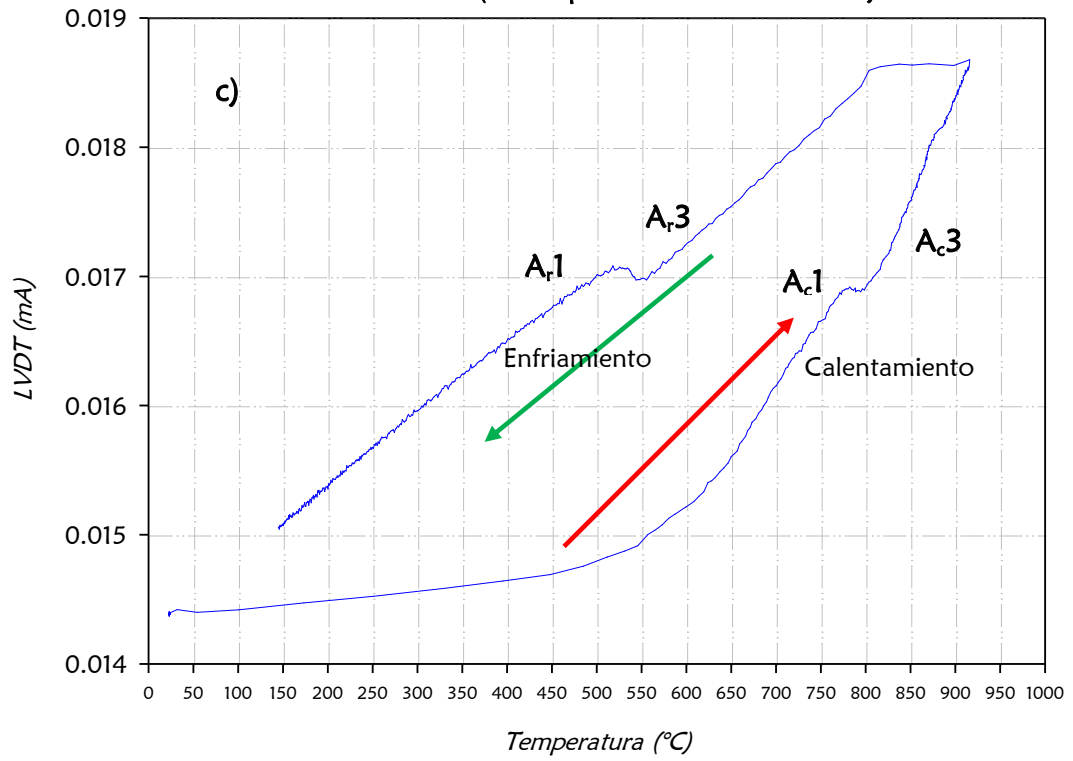
Figura 60 Resultados acero al silicio DIL UANL 10.1, a) termopares centro y superficie de la muestra, b) señal del LVDT, c) curva de dilatometría, d) curva del calentamiento, e) curva del enfriamiento

En la Figura 61 se presentan los resultados de las pruebas de dilatometría en el acero al silicio con 30% de deformación

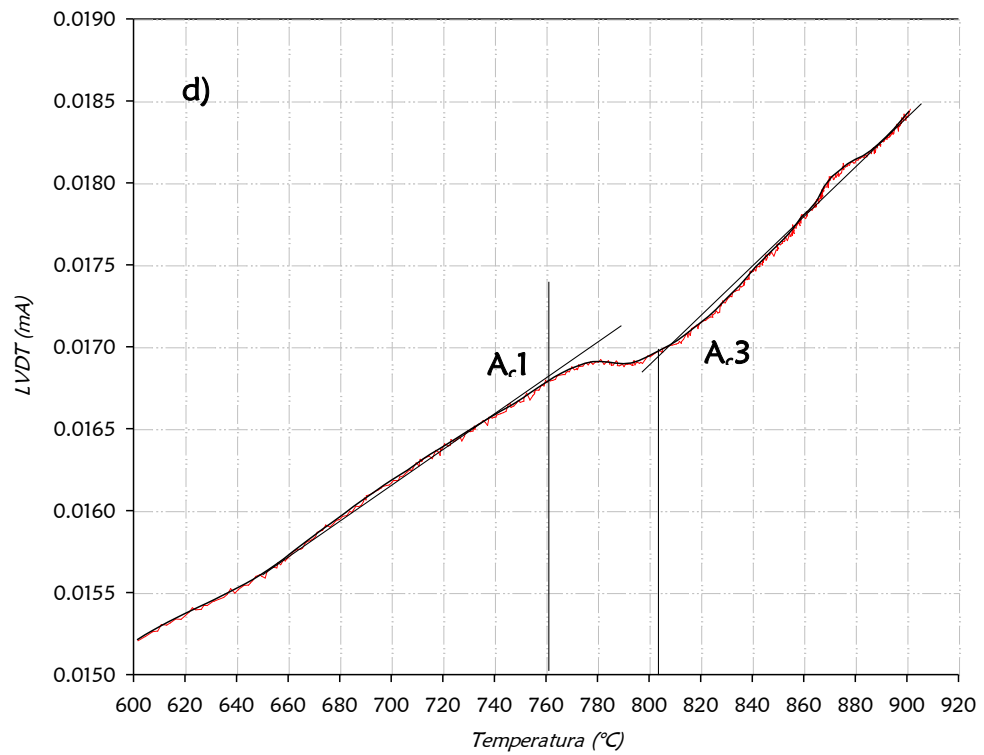
Acero al Silicio 30% de Deformación



Dilatometria (Termopar centro de la muestra)



Calentamiento Acero al Silicio 30% Deformación



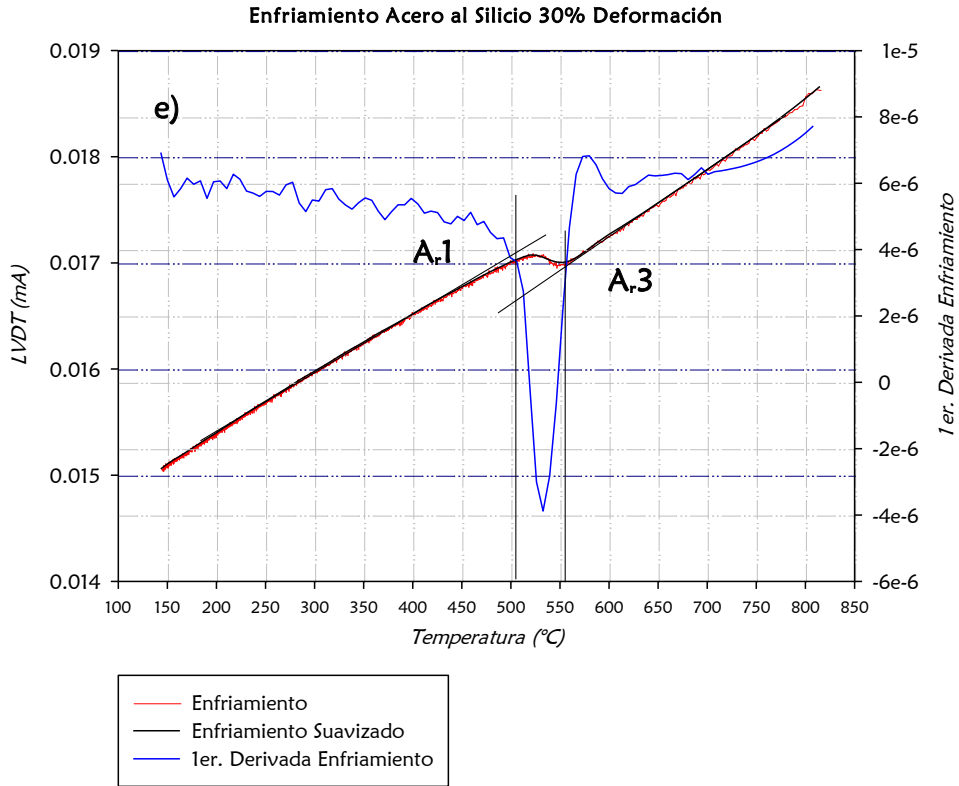


Figura 61 Resultados acero al silicio con 30% de deformación DIL UANL 10.1, a) termopares centro y superficie de la muestra, b) señal del LVDT, c) curva de dilatometría, d) curva del calentamiento, e) curva del enfriamiento

4.2.2.1 Análisis acero al silicio y acero al silicio 30% de deformación

A continuación en la Tabla 6 se muestra la comparación de los resultados obtenidos entre el acero al silicio y el acero al silicio con 30% de deformación obtenidos con los 2 dilatómetros que se usaron para el estudio: el dilatómetro comercial NETZSCH (DIL 402 PC) y el DIL UANL 10.1.

Tabla 6 Resultados acero al silicio y acero al silicio 30% deformación en ambos dilatómetros

Acero al Silicio	Transformación	Dilatómetro comercial	DIL UANL 10.1
		(°C)	
	A _{c1}	925	1010
	A _{c3}	1005	1055
	A _{r3}	895	680
	A _{r1}	840	580

Acero al Silicio 30% deformación	Transformación	Dilatómetro comercial	DIL UANL 10.1
		(°C)	
	A _{c1}	920	760
	A _{c3}	985	805
	A _{r3}	895	550
	A _{r1}	845	505

Como se muestra en la Tabla 6, las temperaturas que se obtuvieron en el DIL UANL 10.1 se encuentran desfasadas considerablemente, esto puede ser ocasionado por la alta velocidad de calentamiento y enfriamiento que se utilizó en estas pruebas. Este comportamiento ha sido reportado en distintos trabajos de investigación [22], [23], [24], en donde se ha evaluado el efecto de las tasas de calentamiento y enfriamiento sobre las transformaciones de fase.

Además el inicio y final de las transformaciones de fase son sensibles también a la deformación almacenada en el material [25], esto se aprecia en la Tabla 6, comparando el acero al silicio con el que tiene 30% de deformación.

En la Tabla 7 se muestra el efecto que tiene la tasa a utilizar en la velocidad de enfriamiento y cómo puede afectar éste a las temperaturas de transición de fase en un acero microaleado ferrítico [15], en donde se puede apreciar que un cambio en la tasa de enfriamiento de 1.25 a 0.25°C/s provoca una diferencia de temperatura de inicio de transformación de cerca de 50°C.

Tabla 7 Valores de temperaturas de transición en una acero ferrítico microaleado [15]

Cooling rate, °C/s	A'₃	A₃	A _{r1}	(A'₃) _s	(A'₃) _f
1.25	809	784	710	634	589
0.84	818	791	722	642	595
0.42	829	800	727	649	610
0.25	842	808	745	656	623

En la Figura 62 se puede ver el comportamiento debido a la variación del enfriamiento cuando las probetas son sometidas a un tratamiento térmico a diferentes temperaturas en dos tipos de aceros, cuya composición química se muestra a continuación en la Tabla 8.

Tabla 8 Composición química aleación A1 y A2 [22]

Alloy	C	Si	Mn	Al	Co	Cr	Mo	P	S
A1	0.42	1.5	2.37	0.82	1.4	1.41	0.25	0.044	0.013
A2	0.565	1.52	2.02	0.654	1.59	1.21	0.239	0.042	0.014

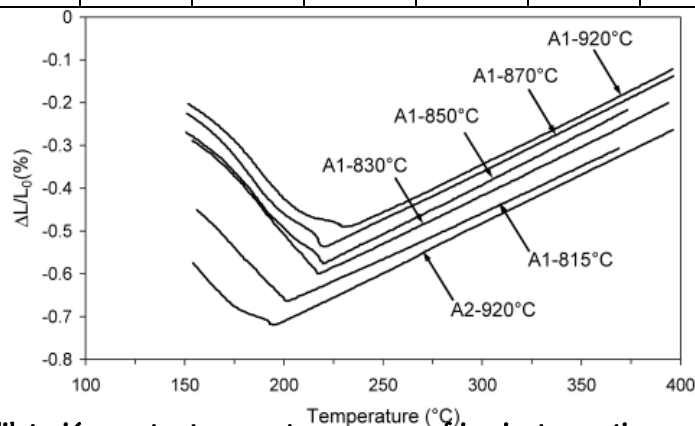
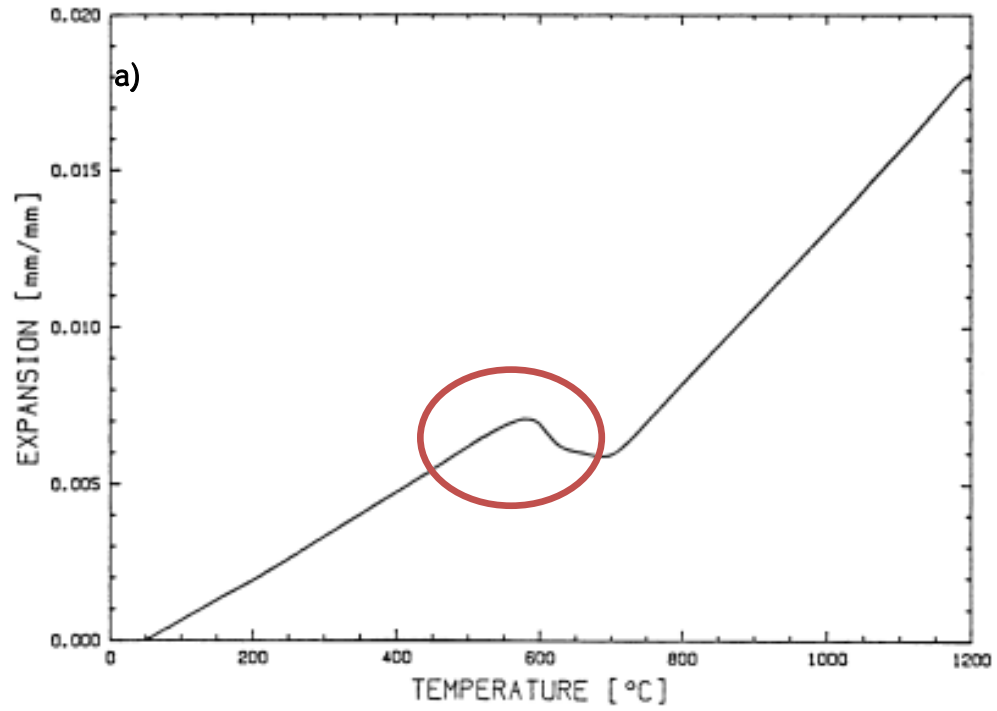


Figura 62 Curvas de dilatación contra temperatura en un enfriamiento continuo a temperaturas diferentes [22]

En las siguientes curvas de dilatometría de la Figura 63 se puede observar el comportamiento de un acero HSLA (Cooper bearing high strength low alloy) a diferentes tasas de enfriamiento, y como éste afecta el inicio y el final de las temperaturas de transición. [23]



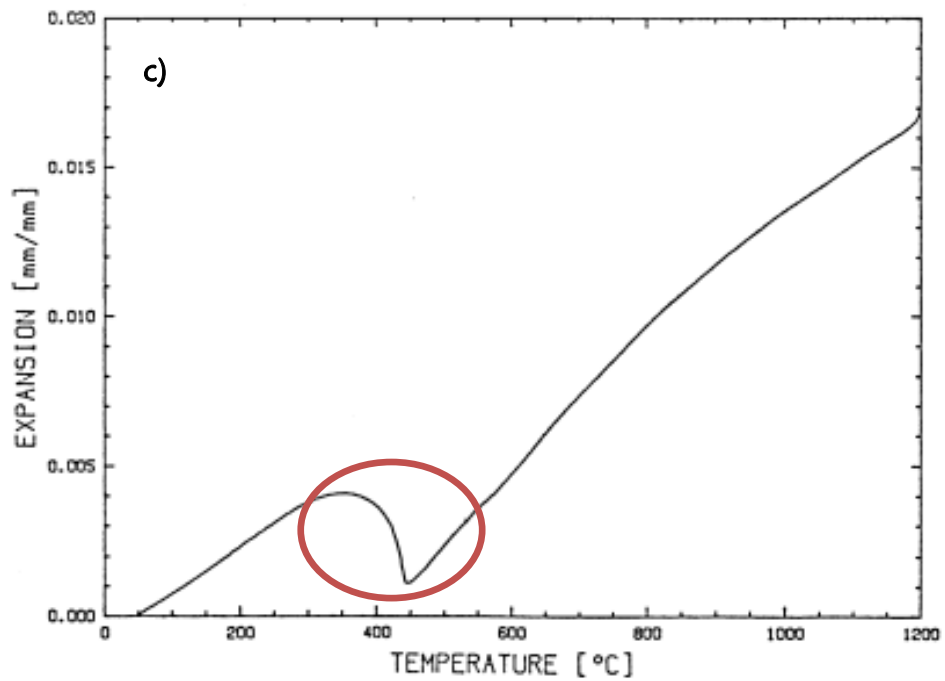
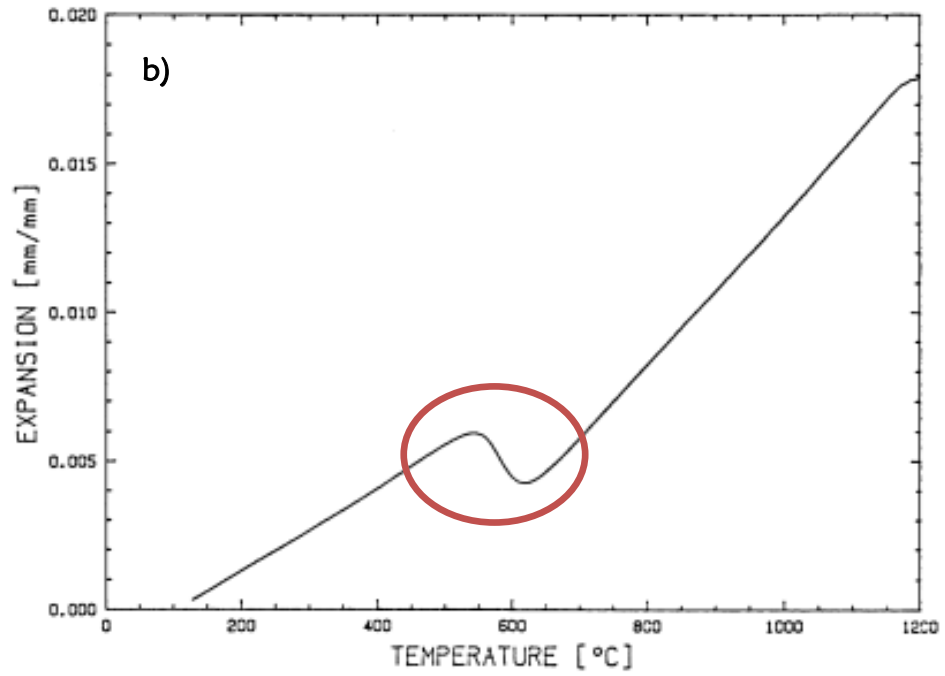


Figura 63 Curvas de dilatometría obtenidas a varias tasas de enfriamiento de un acero HSLA (Cooper bearing high strength low alloy) a) 1°C/s, b) 5°C/s, c) 375°C/s [23]

Además, en esas mismas gráficas como se señala, también al momento de incrementar la tasa de enfriamiento se va compactando la zona en la cual inicia y termina la transformación de fase, fenómeno que también se puede observar en las gráficas obtenidas en el dilatómetro comercial y el DIL UANL 10.1.

Otro aspecto a resaltar es que en el calentamiento como en el enfriamiento se utiliza la misma velocidad, las temperaturas de transformación de fase coinciden al igual que los resultados que se obtuvieron con el dilatómetro comercial, como se puede apreciar en la Figura 64.

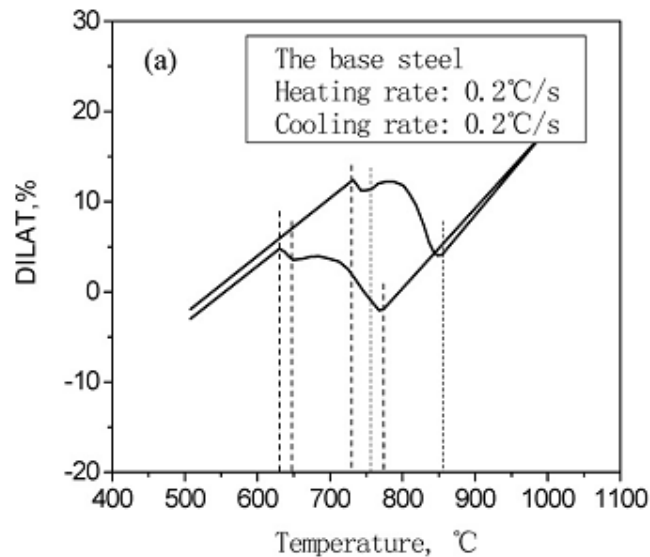


Figura 64 Uso misma tasa de enfriamiento y calentamiento en un acero microaleado Nb [24]

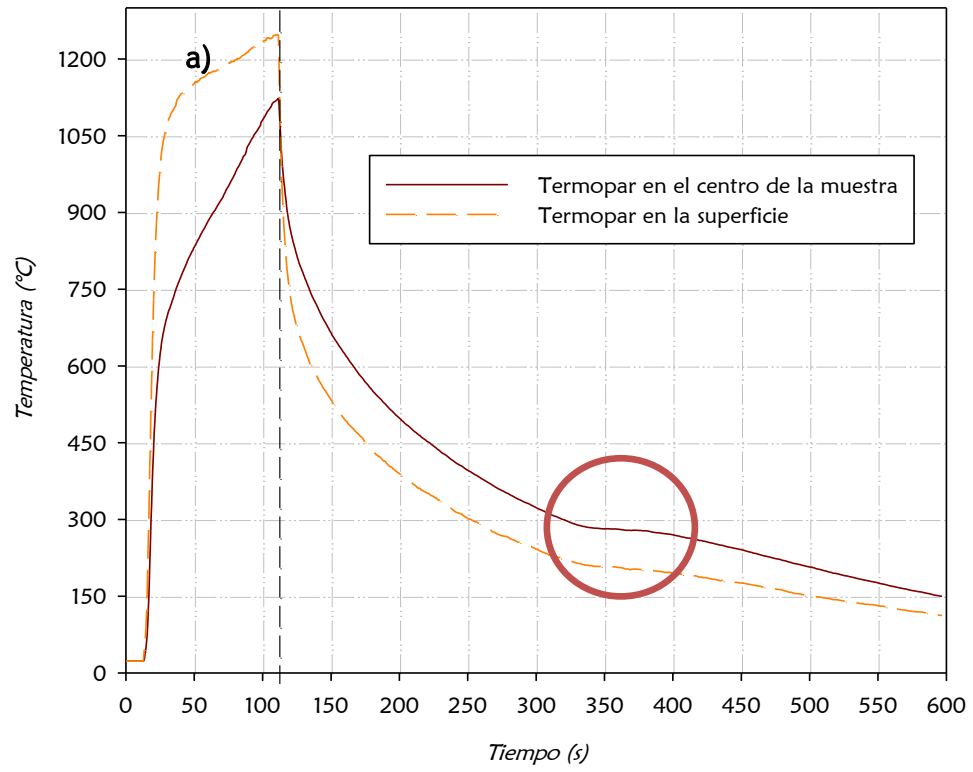
4.2.3 Resultados DIL UANL 10.1 acero martensítico

Con la finalidad de evaluar el funcionamiento del DIL UANL 10.1, se realizaron pruebas con un material cuyas transformaciones son aparentemente no sensibles a la velocidad de enfriamiento. En esta etapa se estudio la transformación martensítica.

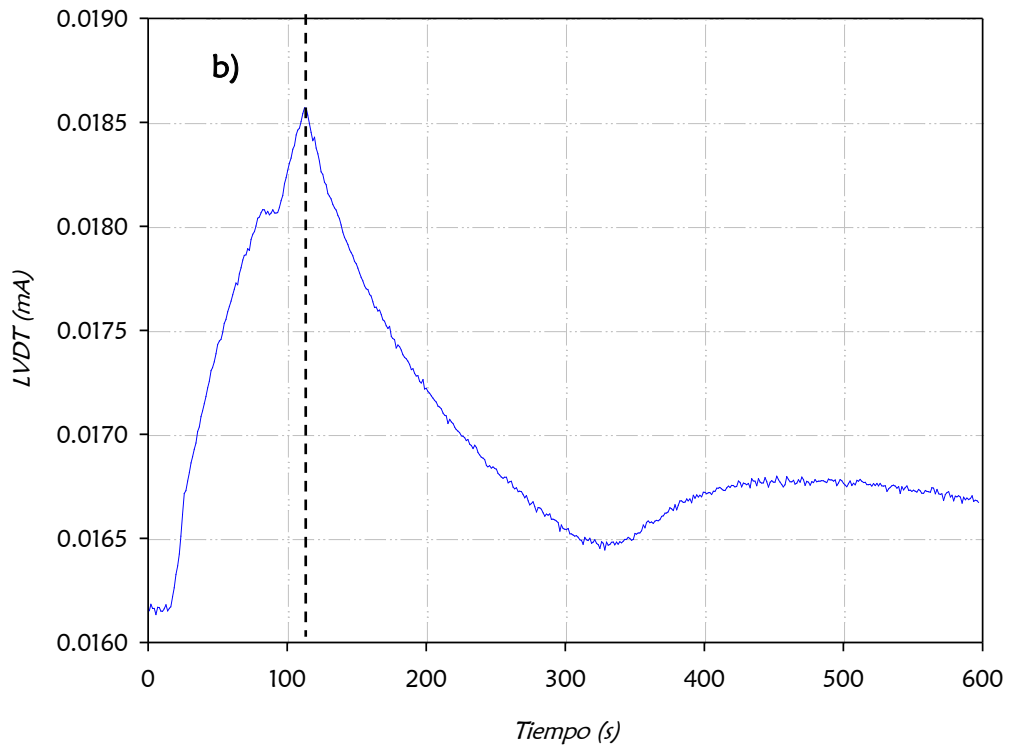
A continuación en las Figuras 65 y 66 se muestran los resultados de estas pruebas.

Acero Martensítico

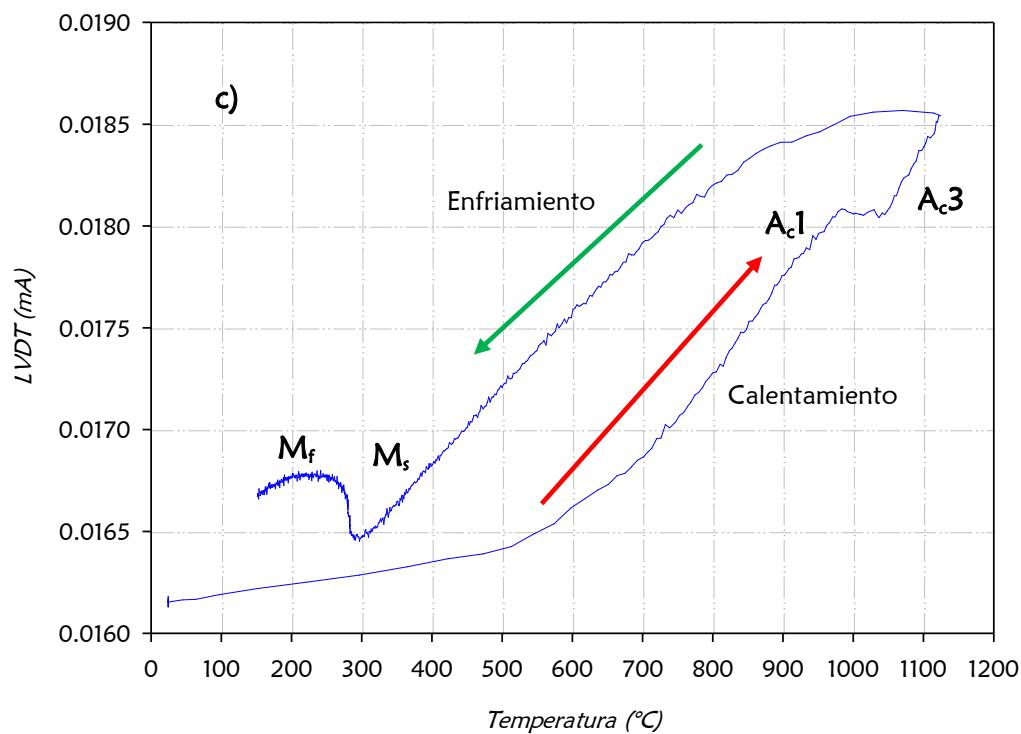
Termopares



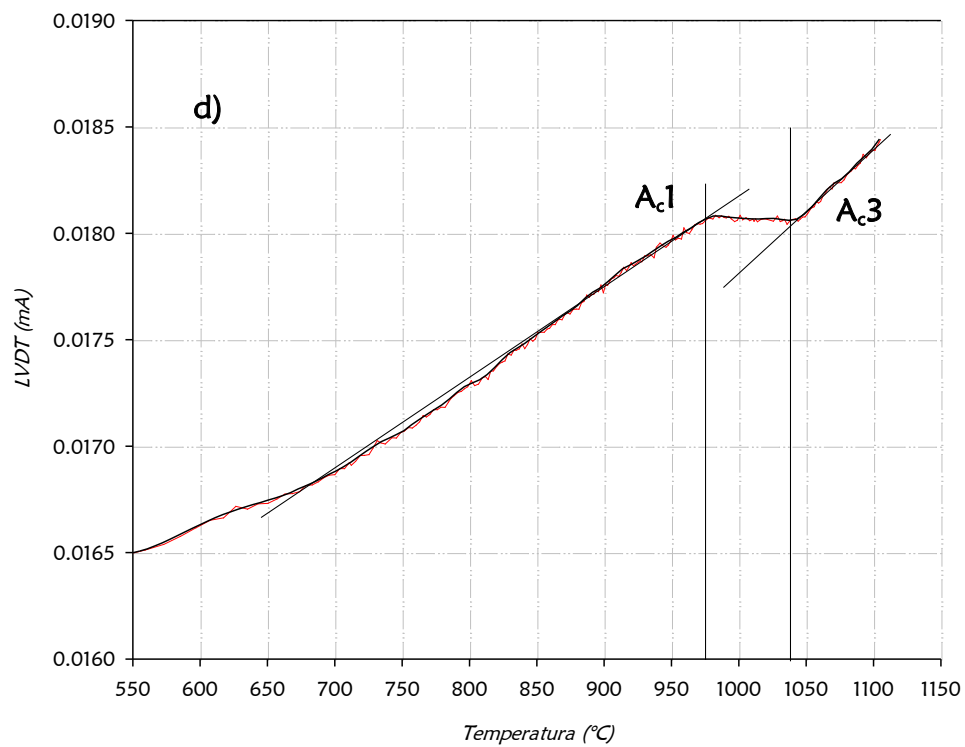
LVDT



Dilatometría (Termopar centro de la muestra)



Calentamiento Acero Martensítico



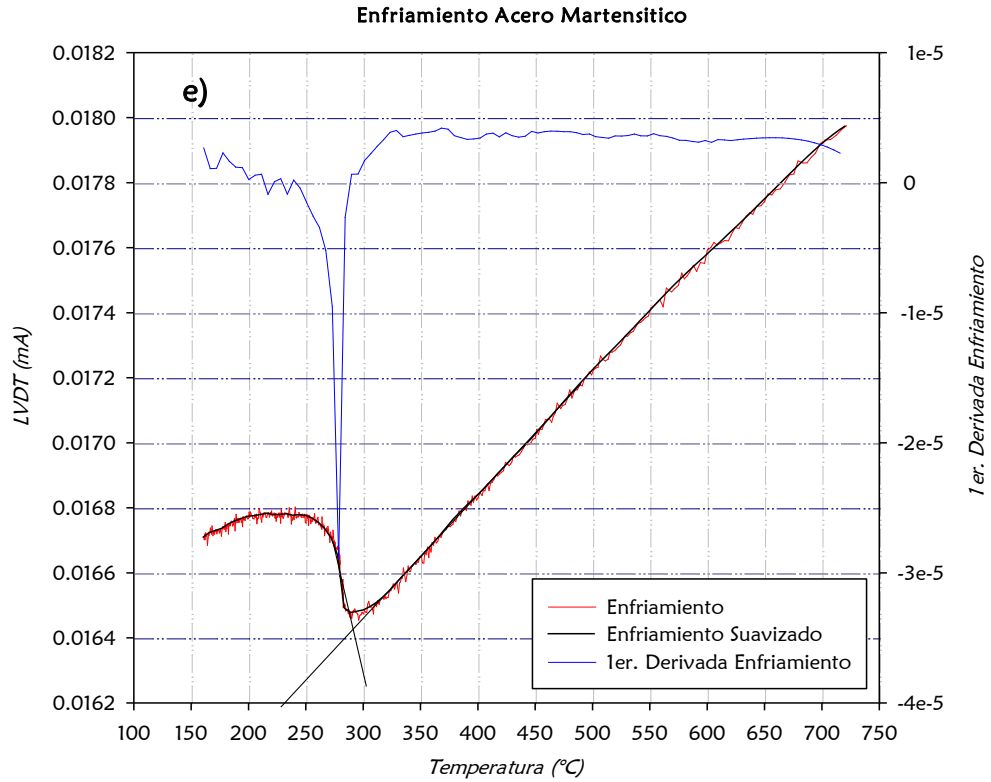


Figura 65 Resultados DIL UANL 10.1 acero martensítico, a) termopares centro y superficie de la muestra, b) señal del LVDT, c) curva de dilatometría, d) curva del calentamiento, e) curva del enfriamiento

Se hicieron pruebas por triplicado para poder verificar los resultados en este acero martensítico y observar el desempeño del DIL UANL 10.1, los resultados se muestran a continuación, Figura 66.

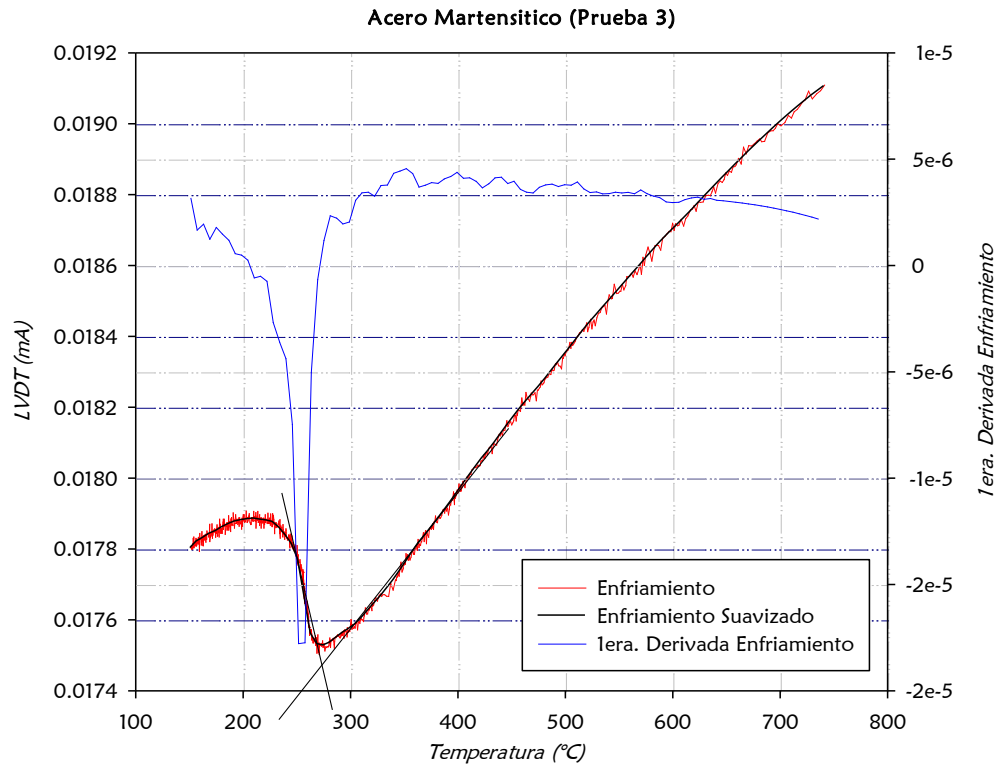
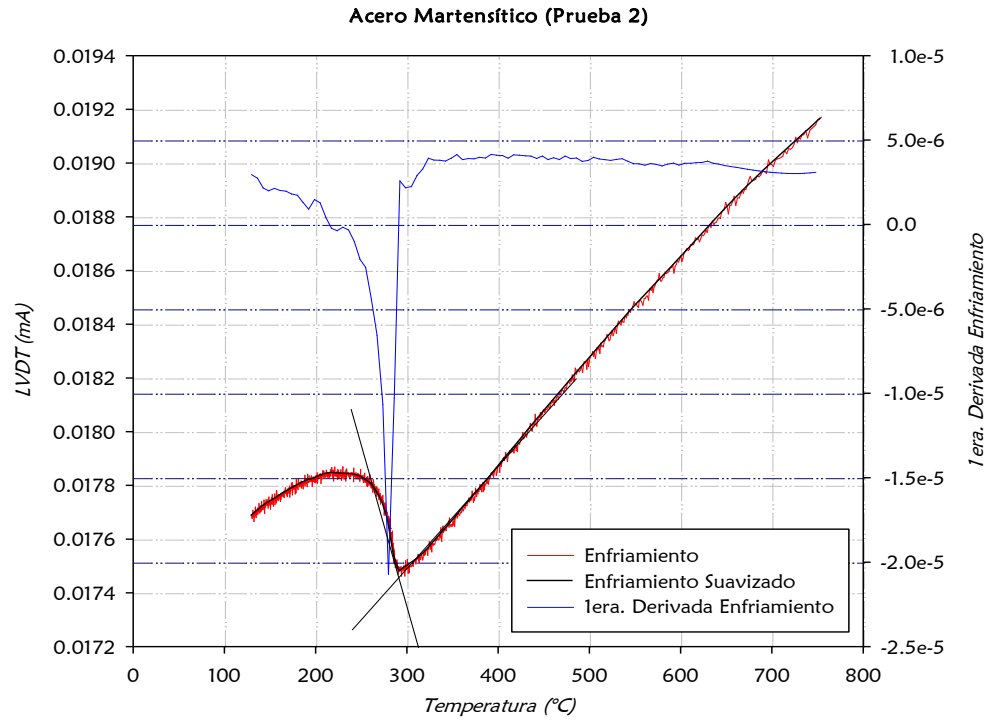


Figura 66 Resultados DIL UANL 10.1 acero martensítico, a) prueba 2, b) prueba 3

4.2.3.1 Análisis acero martensítico

En el caso del acero martensítico se obtuvieron los siguientes resultados mostrados en la Tabla 9 validados mediante comparaciones con el dilatómetro comercial.

Tabla 9 Resultados acero martensítico en ambos dilatómetros

Acero Martensítico	Transformación	Dilatómetro comercial	DIL UANL 10.1
		(°C)	
	A _{c1}	851	960
A _{c3}	905	1035	
M _s (Prueba 1)	390	315	
M _f (Prueba 1)	310	280	
M _s (Prueba 2)	390	310	
M _f (Prueba 2)	310	285	
M _s (Prueba 3)	390	320	
M _f (Prueba 3)	310	265	

Se obtuvieron resultados muy cercanos a los del dilatómetro comercial, ya que la transformación martensítica no depende de la tasa de velocidad en el enfriamiento que se aplique, lo que demuestra que el DIL UANL 10.1 se desempeña eficientemente para este tipo de estudios.

Otra de las cosas que se puede observar en relación al desempeño es que los termopares ubicados en el centro de la muestra y en la superficie, detectaron exactamente cuando ocurre la transformación (alrededor 300°C), una pequeña elevación de la temperatura cuando inicia la transformación martensítica, dado que esta transición es exotérmica por lo que libera calor al momento de efectuarse. [26]

Debido a que la transformación martensítica es independiente del tiempo de enfriamiento y solamente depende del valor absoluto de las temperaturas, lo que se define como transformación a térmica [26], resulta una transformación ideal

para evaluar el desempeño de diferentes partes del dilatómetro, como el sistema de desplazamiento (LVDT) y el sistema térmico (Horno).

4.3 Resumen de resultados en ambos dilatómetros

A continuación se presenta una tabla en la cual aparecen los resultados obtenidos en los dos instrumentos de análisis térmicos.

Tabla 10 Concentrado de resultados obtenidos en ambos dilatómetros

Acero al Silicio	Transformación	Dilatómetro comercial	DIL UANL 10.1
		(°C)	
	A _{c1}	925	1010
A _{c3}	1005	1055	
A _{r3}	895	680	
A _{r1}	840	580	

Acero al Silicio 30% deformación	Transformación	Dilatómetro comercial	DIL UANL 10.1
		(°C)	
	A _{c1}	920	760
A _{c3}	985	805	
A _{r3}	895	550	
A _{r1}	845	505	

Acero Martensítico	Transformación	Dilatómetro comercial	DIL UANL 10.1
		(°C)	
	A _{c1}	851	960
A _{c3}	905	1035	
M _s (Prueba 1)	390	315	
M _f (Prueba 1)	310	280	
M _s (Prueba 2)	390	310	
M _f (Prueba 2)	310	285	
M _s (Prueba 3)	390	320	
M _f (Prueba 3)	310	275	

CAPÍTULO 5

CONCLUSIONES

1. Se logró construir un dilatómetro de alta velocidad (DIL UANL 10.1) para el estudio de transformaciones de fase en materiales, originadas por el cambio de volumen al aplicarles temperatura.
2. Se construyó el equipo a un costo mucho menor comparado con el equipo comercial (60% menos).
3. Se pudo observar en los resultados obtenidos, los cambios de pendiente en la curva de dilatometría (calentamiento y enfriamiento) mostrando las temperaturas de las transformaciones de fase.
4. El transductor (LVDT) tuvo la sensibilidad necesaria para poder detectar el cambio de volumen (desplazamiento) al momento de que ocurren las transformaciones de fase.
5. Se obtuvieron resultados satisfactorios cuando la transformación de fase no depende de la velocidad de enfriamiento, como en el caso del acero martensítico.

RECOMENDACIONES

- La instalación de un controlador de temperatura en el horno, para realizar programas isotermos estables y tasas de calentamiento constantes, y evitar la operación manual del horno.

REFERENCIAS

1. **Collings, E.W.** *Applied Superconductivity, Metallurgy, and Physics of Titanium Alloys*. Columbus, Ohio : Division of Plenum Publishing Corporation, 1986.
2. *El acero*. **Ozols, Dr. Andrés**. Buenos Aires, Argentina : s.n., 2004.
3. **Brown, Michael E.** *Introduction to Thermal Analysis*. Dordrecht, Netherland : Kluwer Academic Publishers, 2001.
4. **Callister, William D.** *Introducción a la Ciencia de los Materiales*. Utah : Reverté, 1995.
5. **Boada, Marc.** *Cosntrucción de un Dilatómetro*. 2007.
6. **Hernández, Manuel Díaz.** *Física 3*. Jalisco, México : Umbral, 2006.
7. **Tripler, Paul A.** *Física Preuniversitaria, Volumen 1*. New York, USA : Reverté, 2006.
8. **Schmid, Steven R.** *Manufactura, Ingeniería y Tecnología*. Naucalpan, Edo. de México : Pearson, 2002.
9. **Askeland, Donald R.** *Ciencia e Ingeniería de los Materiales*. s.l. : International Thomson Editores, 2005.
10. **Speyer, Robert F.** *Thermal Analysis of Materials*. Atlanta, Georgia : Marcel Dekker, 1994.
11. **Chen, Reuven.** *Theory of Thermoluminescence and Related Phenomena*. Singapore : World Scientific Publishing, 1997.
12. **Czichos.** *Springer Handbook of Materials Measurement Methods*. s.l. : Springer, 2006.
13. <http://www.anter.com/TN106.htm>. [En línea]
14. <http://www.google.com.mx/imgres?imgurl=http://debin.etsin.upm.es>. [En línea]
15. *Modelling of Phase Transformations Kinetics by Correction of Dilatometry Results for a Ferritic Nb-microalloyed Steel*. **M. Gómez, S.F Medina and G. Caruana**. 8, Madrid, Spain : s.n., 2003, Vol. 43.

16. *Development of Technique for Identification of Phase Transformation Model Parameters on the Basis of Measurement of Dilatometric Effect Direct Problem.* **Michal Krzyzanowski, John H. Beynon, Roman Kuziak.** 1, Sheffield : s.n., 2006, Vol. 46.
17. *Kinetics of Phase Transformations in Steels: A New Method for Analysing Dilatometric Results .* **J.Z. Zhao, C. Mesplont y B.C. De Cooman.** 5, Ghent, Belgium : s.n., 2001, Vol. 41.
18. **Inc, Research.** <http://www.irheaters.com/>. [En línea] Mayo de 2001.
19. **amplifier, In line.** www.honeywell.com/sensotec. [En línea] 2002. [Citado el: 14 de Abril de 2010.]
20. <http://www.monografias.com/trabajos35/alumina/alumina.shtml>. [En línea]
21. <http://sine.ni.com/nips/cds/print/p/lang/es/nid/208805>. [En línea]
22. *Ultra-fine Bainite Structure in Hypo-eutectoid Steels.* **Mohamed, SOLIMAN.** 12, German : ISIJ Internaational, 2007, Vol. 47.
23. *Formation of Ferritic Products during Continuos Cooling of a Cu-bearing HSLA Steel.* **Banadkouki, S.S. Ghasemi.** 5, Yazd, Iran : ISIJ International, 2005, Vol. 46.
24. *The Onset Temperatures of Phase Transformation in Hot Deformed and Non-deformed Nb Micro-alloyed Steels.* **X.Q. Yuan, Z.Y. Liu.** 4, Shenyang : ISIJ International, 2006, Vol. 46.
25. *Influencia de la deformación plástica sobre la transformación de fase.* **Adela, Cuniberti.** Buenos Aires : Jornadas SAM, 2001.
26. <http://www.scribd.com/doc/31061083/Transformacion-martensitica>. [En línea]
27. **Haines, P.J.** *Principles of Thermal Analysis and Calorimetry.* UK : Royal Society of Chemistry, 2002.
28. **PC, Data Sheet Dilatometer DIL 402.**
29. **Data Sheet LVDT (Honeywell)**
30. **Data Sheet Micrometer Mitutoyo. model 148-120**
31. **Data Sheet NI 9203**

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 Representación del efecto de un fonón.....	15
Figura 2 Representación esquemática del coeficiente dilatación lineal	17
Figura 3 Representación esquemática de la conductividad térmica.....	19
Figura 4 Efecto de la temperatura sobre la conductividad térmica.....	20
Figura 5 Teoría de la expansión térmica	21
Figura 6 Representación esquemática de la instrumentación en un sistema de análisis térmico	24
Figura 7 Configuración Horizontal (Dilatómetro Push Rod)	27
Figura 8 Configuración vertical (Dilatómetro Push Rod).....	28
Figura 9 Dilatómetro óptico.....	29
Figura 10 Relación de Avrami muestra velocidad de transformación del hierro a temperatura constante.	31
Figura 11 Efecto de la temperatura en la recristalización del cobre deformado en frío.....	32
Figura 12 Efecto de la temperatura sobre la velocidad de transformación de fase, se tiene una velocidad máxima de nucleación a una temperatura crítica (a). Tiempo mínimo requerido para la transformación (b).....	33
Figura 13 Diagrama Hierro-Carbono.....	34
Figura 14 Transformación austenítica a la temp. eutectoide (723°C), que conduce a conversión de los granos austeníticos (derecha) la formación de granos de ferrita (gris) y segregación intergranular de cementita (negro).	35

Figura 15 Estructura cristalina de la martensita B.C.T. (tetragonal de cuerpo centrado)	36
Figura 16 Microestructura martensítica en partículas de acero 119 micras enfriada muy rápidamente	37
Figura 17 Curva de dilatometría (Tasa enfriamiento 1.25°C/s).....	44
Figura 18 Curva de dilatometría (Tasa de enfriamiento 0.84°C/s)	45
Figura 19 Curva de dilatometría (Tasa de enfriamiento 0.42°C/s)	45
Figura 20 Método de la Palanca.....	47
Figura 21 Fracción de austenita transformada por el método de la palanca (Tasa de enfriamiento 1.25°C/s).....	48
Figura 22 Perfiles aluminio	53
Figura 23 Accesorios de aluminio	54
Figura 24 Horno E4.....	55
Figura 25 Ejemplo tasa de calentamiento horno E4.....	56
Figura 26 Dimensiones horno E4.....	56
Figura 27 Material aluminio y acrílico para maquinar.....	58
Figura 28 CNC (lado izquierdo) y fresadora (lado derecho)	59
Figura 29 Fabricación de componentes en fresadora	59
Figura 30 Fabricación de componentes en CNC (Control Numérico Computarizado)	60
Figura 31 Piezas maquinadas terminadas	60
Figura 32 LVDT (Linear Variable Differential Transformer)	61
Figura 33 Ilustración LVDT.....	61

Figura 34 Diagrama típico del sistema LVDT	62
Figura 35 Amplificador en línea	64
Figura 36 Dimensiones amplificador en línea	64
Figura 37 Fuente de alimentación (CD)	65
Figura 38 Dimensiones fuente de alimentación (CD)	66
Figura 39 Ensamble alúmina.....	67
Figura 40 Micrómetro 148-120.....	68
Figura 41 Dimensiones micrómetro 148-120.....	68
Figura 42 NI 9203	69
Figura 43 Sistema Enfriamiento horno	70
Figura 44 Sistema enfriamiento muestra.....	70
Figura 45 Vista Isométrica diseño final del DIL UANL 10.1	71
Figura 46 Vista Superior diseño final DIL UANL 10.1	72
Figura 47 Vista Lateral diseño final DIL UANL 10.1	72
Figura 48 Vista Frontal diseño final DIL UANL 10.1	73
Figura 49 Vista Posterior diseño final DIL UANL 10.1.....	73
Figura 50 Vista Isométrica DIL UANL 10.1.....	74
Figura 51 Vista Isométrica DIL UANL 10.1 (Porta muestra)	74
Figura 53 Controlador potencia horno.....	74
Figura 52 Sistema adq. datos DIL UANL 10.1.....	74
Figura 54 Dilatómetro comercial	75
Figura 55 Ciclo térmico durante la realización de las pruebas en el dilatómetro comercial	76

Figura 56 a) Curva de dilatometría para el acero al silicio, b) Curva de dilatometría acero al silicio con 30% de deformación, c) Esquematación de las temperaturas de transformación..... 78

Figura 57 a) Curva de dilatometría para el acero martensítico, b) Esquematación de las temperaturas de transformación en el calentamiento, c) Esquematación de las temperaturas de transformación en el enfriamiento 79

Figura 58 Método de líneas para la obtención temperaturas de transformación, a) acero al silicio, b) acero al silicio con 30% de deformación 80

Figura 59 Método de líneas acero martensítico, a) en el calentamiento, b) en el enfriamiento.....81

Figura 60 Resultados acero al silicio DIL UANL 10.1, a) termopares centro y superficie de la muestra, b) señal del LVDT, c) curva de dilatometría, d) curva del calentamiento, e) curva del enfriamiento..... 86

Figura 61 Resultados acero al silicio con 30% de deformación DIL UANL 10.1, a) termopares centro y superficie de la muestra, b) señal del LVDT, c) curva de dilatometría, d) curva del calentamiento, e) curva del enfriamiento 89

Figura 62 Curvas de dilatación contra temperatura en un enfriamiento continuo a temperaturas diferentes.....91

Figura 63 Curvas de dilatometría obtenidas a varias tasas de enfriamiento de un acero HSLA (Cooper bearing high strength low alloy) a) 1°C/s, b) 5°C/s, c) 375°C/s..... 93

Figura 64 Uso misma tasa de enfriamiento y calentamiento en un acero microaleado Nb 94

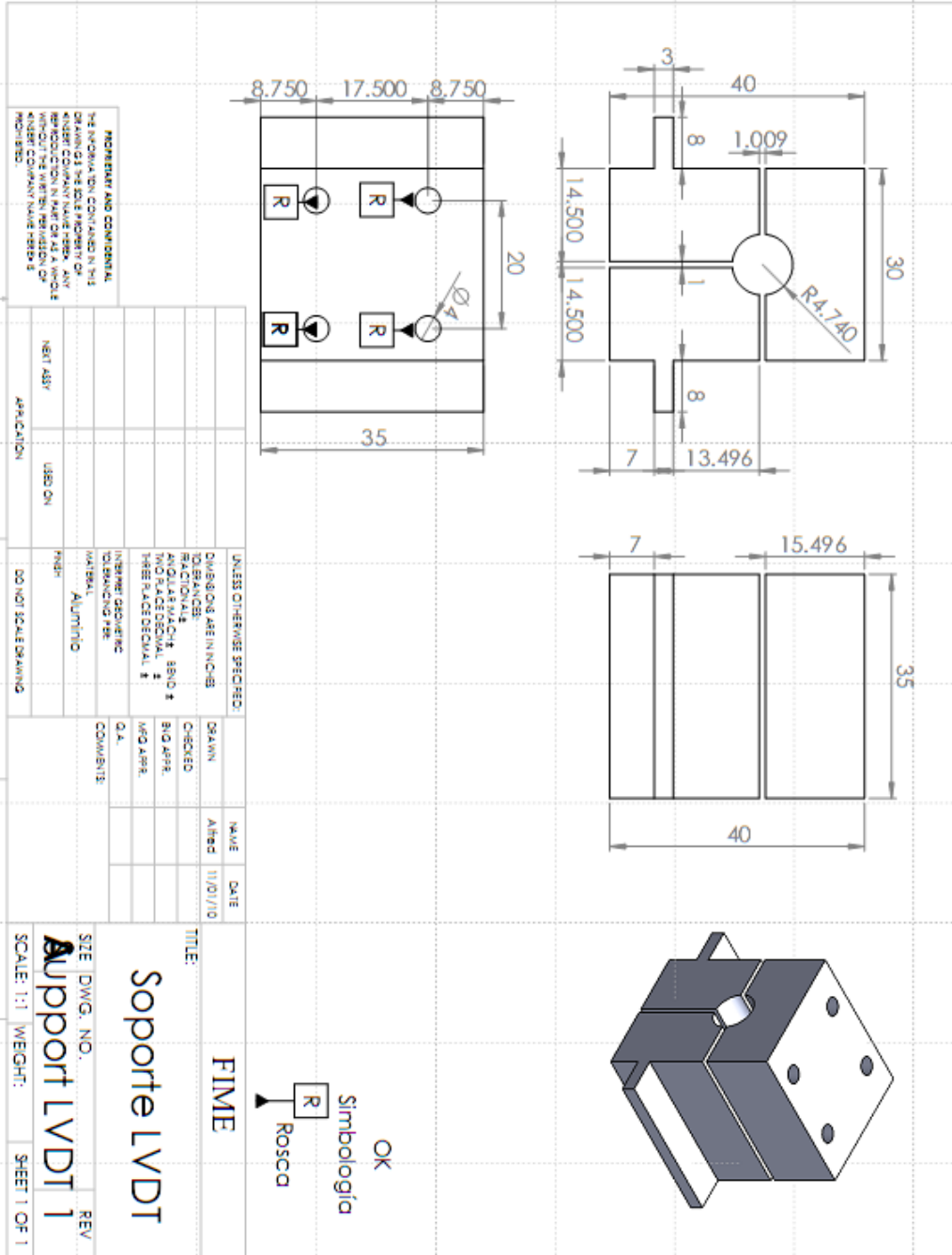
Figura 65 Resultados DIL UANL 10.1 acero martensítico, a) termopares centro y superficie de la muestra, b) señal del LVDT, c) curva de dilatometría, d) curva del calentamiento, e) curva del enfriamiento.....	97
Figura 66 Resultados DIL UANL 10.1 acero martensítico	98

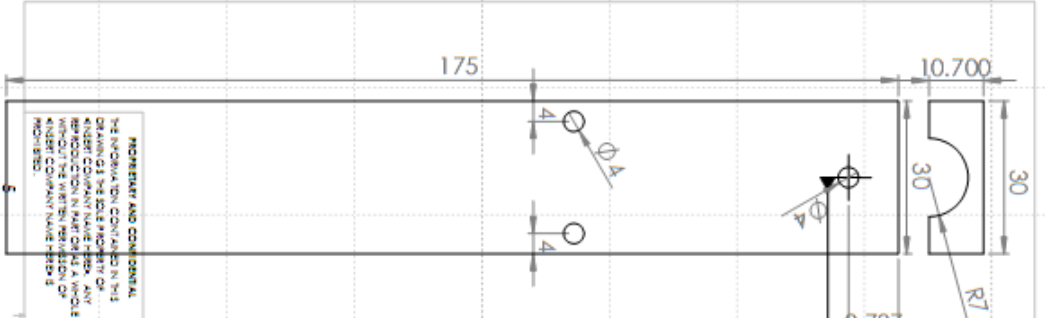
LISTA DE TABLAS

Tabla 1 Coeficientes de expansión lineal	18
Tabla 2 Técnicas de análisis térmico y sus características principales.....	24
Tabla 3 Parámetros cristalinos de ferrita α y austenita (γ) y de la fase ortorrómbica cementita (θ) como función de la temperatura y la fracción atómica de carbono.....	40
Tabla 4 Valores de las temp. críticas ($^{\circ}\text{C}$) determinadas por dilatometría	46
Tabla 5 Porcentajes de ferrita y perlita medidas por el analizador de imágenes, método de la palanca y método Kop	49
Tabla 6 Resultados acero al silicio y acero al silicio 30% deformación en ambos dilatómetros.....	90
Tabla 7 Valores de temp. de transición en una acero ferrítico microaleado	91
Tabla 8 Composición química aleación A1 y A2	91
Tabla 9 Resultados acero martensítico en ambos dilatómetros.....	99
Tabla 10 Concentrado de resultados obtenidos en ambos dilatómetros.....	100

APÉNDICE A

DETALLE EN EL DISEÑO DE PIEZAS MAQUINADAS DIL UANL 10.1

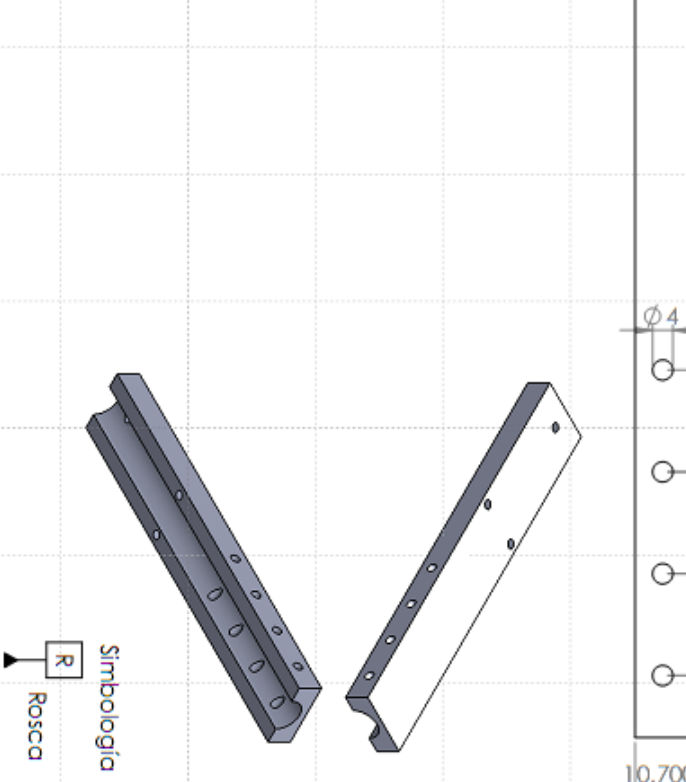


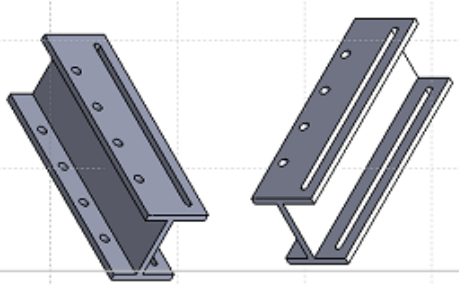
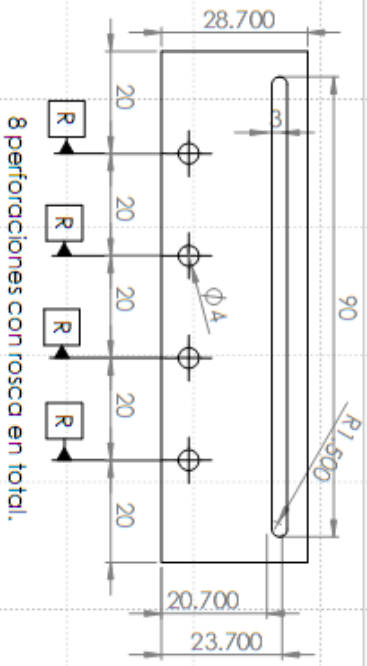
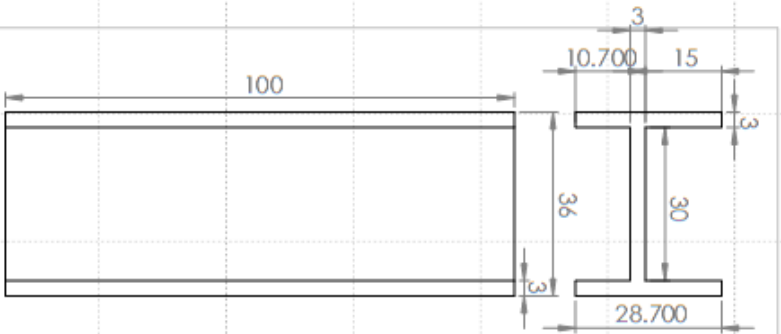


IMPORTANT AND CONVENTIONAL
 THE INFORMATION CONTAINED IN THIS DRAWING IS THE SOLE PROPERTY OF KINBERT COMPANY. ANY REPRODUCTION IN PART OR IN A WHOLE WITHOUT THE WRITTEN PERMISSION OF KINBERT COMPANY IS PROHIBITED.

UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	QUANTITIES ARE IN INCHES	FRACIONS	ANGULAR MATCH - BEND #	TWO PLACE DECIMAL #	THREE PLACE DECIMAL #	INTERIOR DIMENSING	CONVENTIONAL PER MATERIAL	FINISH	APPROVAL
DO NOT SCALE DRAWING								Aluminum	

DESIGNED BY	CHECKED	DATE	NAME	DATE
		11/01/10	Alfred	
TITLE:				
SopORTE LVDT				
SIZE DWG. NO. Support LVDT 3				
SCALE: 1:5 WEIGHT: SHEET 1 OF 1				





OK
Simbología
Rosca

MOMENTARY AND CONVENTIONAL
THE INFORMATION CONTAINED IN THIS DRAWING IS THE SOLE PROPERTY OF KINERET COMPANY. ANY REPRODUCTION IN PART OR AS A WHOLE WITHOUT THE WRITTEN PERMISSION OF KINERET COMPANY IS PROHIBITED.

5

4

3

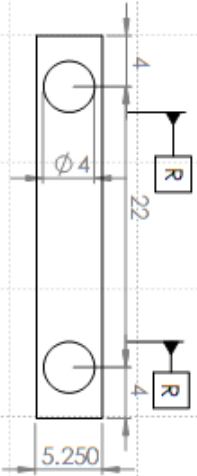
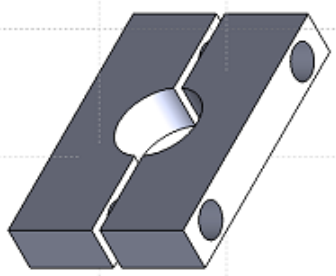
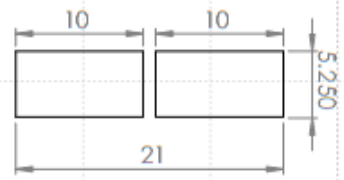
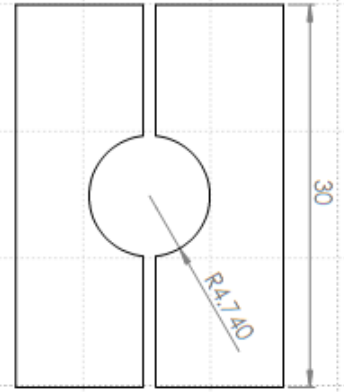
2

1

UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	FINISH	DO NOT SCALE DRAWING
QUANTITIES AS SHOWN	Aluminio	
FRACTIONS		
ANGULAR MATCH - BEND		
TWO PLACE DECIMAL		
THREE PLACE DECIMAL		
INVERT DRAWING		
WELDING PER		
MAXIMUM		
COMMENTS		

NAME	DATE	TITLE:
Alfred	11/01/10	FIME
		SopORTE LVDT
		Support LVDT 4

SIZE DWG. NO. **Support LVDT 4**
SCALE: 1:2 WEIGHT: SHEET 1 OF 1



OK
Simbologia
Rosca

PROPRIETARY AND CONFIDENTIAL
THIS DRAWING IS THE PROPERTY OF SUPORTE LVDI. ANY REPRODUCTION IN PART OR AS A WHOLE WITHOUT THE WRITTEN PERMISSION OF SUPORTE LVDI IS PROHIBITED.

UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	
DIMENSIONS ARE IN CHES	GRAIN
FINISH	CHECKED
ANGULAR MATCH - BEND #	BIG APPR.
TWO PLACE DECIMAL #	W/O APPR.
THREE PLACE DECIMAL #	Q.A.
INTERPRETING	COMMENTS
CONVENTIONS PER	
MATERIAL	
FINISH	Aluminio
NEST ASSY	
APPLICATION	USED ON
DO NOT SCALE DRAWING	

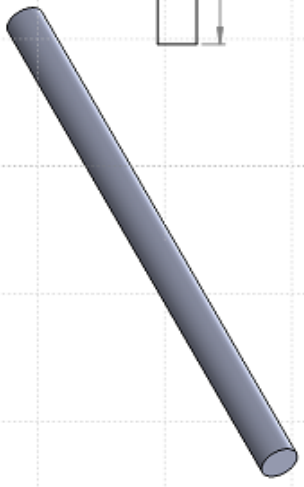
NAME: FIME
DATE: 11/01/10
TITLE: Soporte LVDI
SCALE: 2:1 WEIGHT: SHEET 1 OF 1

SIZE DWG. NO. 1
Support Micrometer

5 4 3 2 1

Ø 1.5.400

245



IMPORTANT AND COMPULSORY
 THE INFORMATION CONTAINED IN THE
 DRAWING IS THE SOLE PROPERTY OF
 KINERET COMPANY. NO PART OF THIS
 DRAWING IS TO BE REPRODUCED OR
 TRANSMITTED IN ANY FORM OR BY
 ANY MEANS, ELECTRONIC OR MECHANICAL,
 INCLUDING PHOTOCOPYING, RECORDING,
 OR BY ANY INFORMATION STORAGE AND
 RETRIEVAL SYSTEM, WITHOUT THE WRITTEN PERMISSION OF
 KINERET COMPANY. INVENTOR'S
 NAME: [REDACTED]

UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	DRAWN	NAME	DATE
DIMENSIONS ARE IN INCHES	Alfred	Alfred	9/12/2009
FRACTIONS	CHECKED		
ANGULAR MATCH - BEND #	BIG APPR.		
TWO PLACE DECIMAL #	WFO APPR.		
THREE PLACE DECIMAL #			
INTERIOR DIMENSIONS	Q.A.		
CONVERT TO FEET	COMMENTS		
IMPERIAL			
FINISH			
DO NOT SCALE DRAWING			
LIBB ON			
NEXT ASSY			
APPLICATION			

5

4

3

2

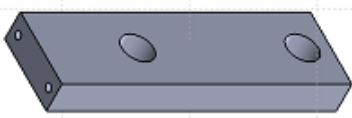
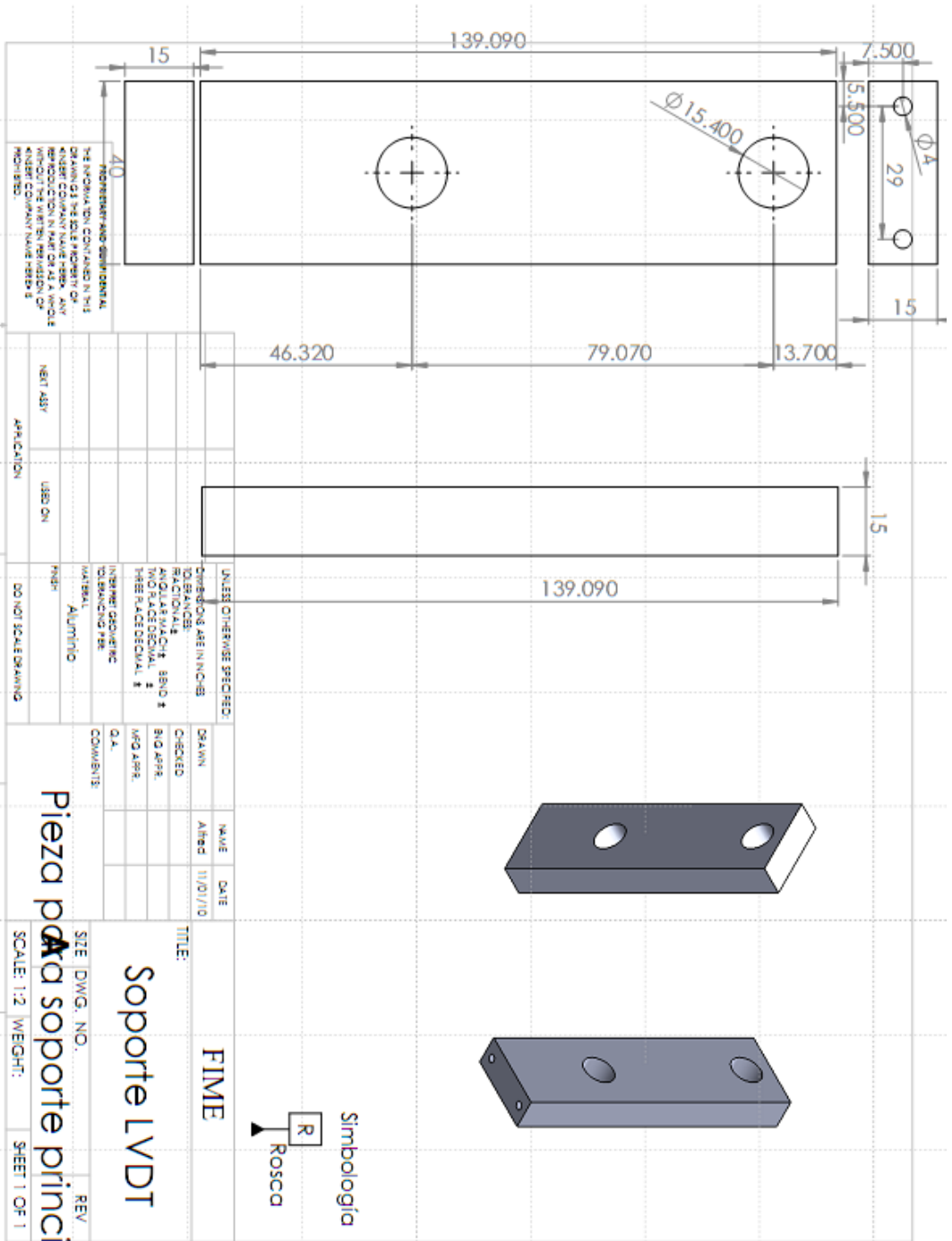
1

FIME

Soporte LVDT

Main Support

SIZE: DWG. NO. REV
 SCALE: 1:1 WEIGHT: SHEET 1 OF 1



Simbologia



Rosca

FIME

TITLE:

SopORTE LVDT

SIZE DWG. NO.

Pieza para soporte principal

SCALE: 1:2 | WEIGHT:

SHEET 1 OF 1

NO INCLUIR EN EL DISEÑO
 DE INSTRUCCIONES PARA
 EL FABRICANTE NI PARA
 EL MONTAJE. INCLUIR EN EL
 DISEÑO LAS INSTRUCCIONES
 DE MONTAJE Y DE USO. NO
 REPRODUCIR EN PARTES NI
 REPRODUCIR EN PARTES NI
 REPRODUCIR EN PARTES NI
 REPRODUCIR EN PARTES NI
 REPRODUCIR EN PARTES NI

UNLESS OTHERWISE SPECIFIED, DIMENSIONS ARE IN INCHES DECIMALS FRACTIONS ANGULARS MATCH - BEND ± TWO PLACE DECIMAL ± THREE PLACE DECIMAL ±	DO NOT SCALE DRAWING
FINISH	ALUMINIO
INTERFERING DIMENSIONS OR DIMENSIONS PER MATERIAL	
COMMENTS	

DESIGNED BY	DATE
CHECKED BY	11/01/10
APPROVED BY	
DATE	

NAME	DATE
Alfred	11/01/10
DATE	
REV	

APPLICATION	USED ON
NEET ASSY	

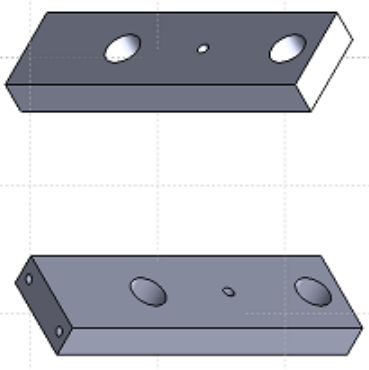
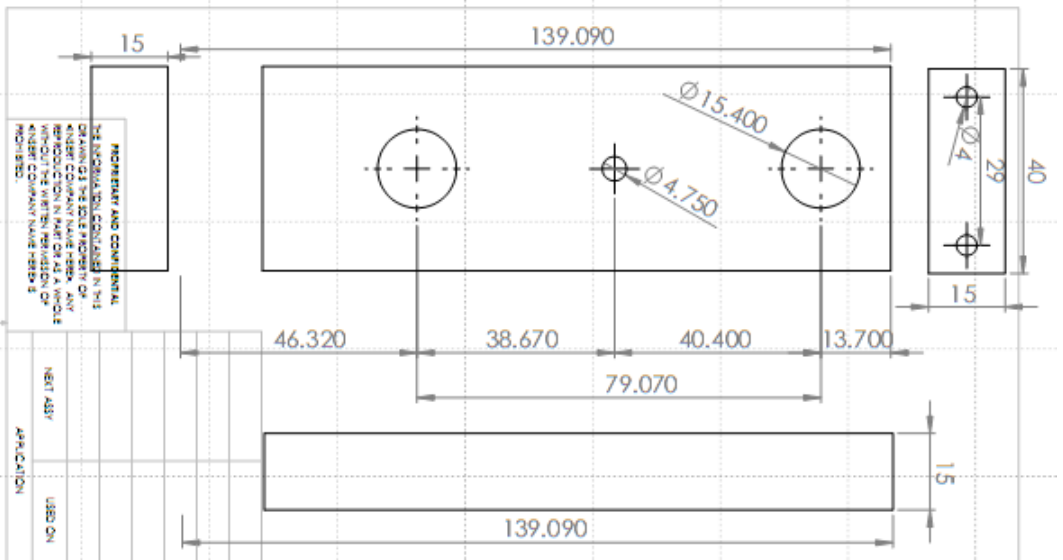
5

4

3

2

1



Simbología



Rosca

UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	DRAWN	NAME	DATE
DIMENSIONS ARE IN DECIMALS	ALBA	ALBA	11/01/10
FRACTIONS	CHECKED		
ANGLES MATCH BIND	BIG APPR.		
TWO PLACE DECIMAL	MED APPR.		
THREE PLACE DECIMAL	Q.A.		
NUMBER DECIMALS	COMMENTS		
CONVERSIONS PER			
MATERIAL			
FINISH			
ALUMINIO			

Pieza para soporte Tubo Alu

SIZE DWG. NO. REV
SCALE: 1:2 WEIGHT: SHEET 1 OF 1

PROPRIETARY AND CONFIDENTIAL
THIS DRAWING CONTAINS THE
INTELLECTUAL PROPERTY OF
KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC.
REPRODUCTION IN PART OR AS A WHOLE
WITHOUT THE WRITTEN PERMISSION OF
KIMBERLY-CLARK WORLDWIDE, INC.
IS PROHIBITED.

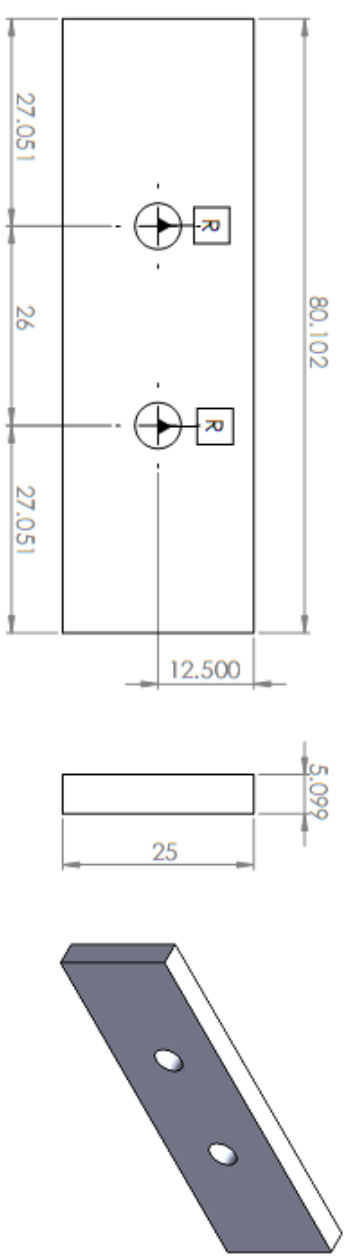
5

4


3

2

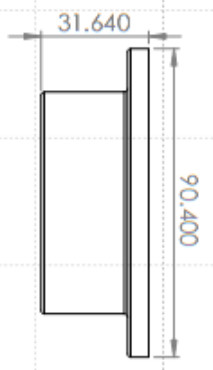
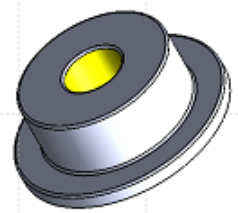
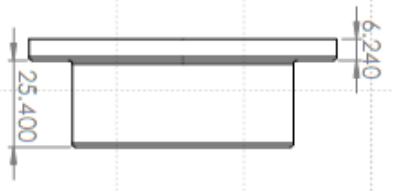
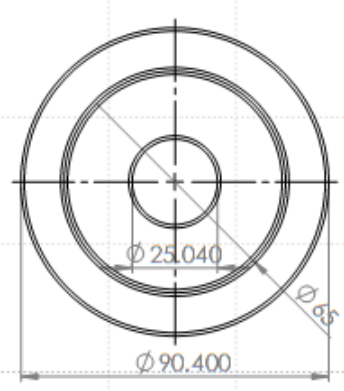
1



Son 3 las placas que se utilizarán en el diseño.

Simbología
 Rosca

UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
DATE	NAME	DRAWN	CHECKED	BY	DATE	DATE	DATE	DATE	DATE
2/18/10	Alfred								
TITLE: Placas Hexagono SIZE DWG. NO. A Plaque (3) SCALE: 1:1 WEIGHT: SHEET 1 OF 1									
COMMENTS: INTERMEDIATE DIMENSIONS PER MATERIAL									
FINISH DO NOT SCALE DRAWING									
NEXT ASSY APPLICATION									
UNLESS OTHERWISE SPECIFIED: DIMENSIONS ARE IN INCHES DECIMALS ANGULAR DIMENSIONS TWO PLACE DECIMAL THREE PLACE DECIMAL UNLESS OTHERWISE SPECIFIED									
THE INFORMATION CONTAINED IN THIS DRAWING IS THE PROPERTY OF THE COMPANY. ANY REPRODUCTION IN PART OR AS A WHOLE WITHOUT THE WRITTEN PERMISSION OF THE COMPANY IS PROHIBITED.									



PROPIEDAD Y CONFIDENCIAL
 DE LA EMPRESA CON LA QUE SE
 REALIZA ESTE DISEÑO. NO SE
 PERMITE REPRODUCIR, COPIAR,
 REPRODUCIR EN PARTES O APLICAR
 SIN EL CONSENTIMIENTO ESCRITO
 DE LA EMPRESA CON LA QUE SE
 REALIZA ESTE DISEÑO.

UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	DATE	NAME
DIMENSIONS ARE IN INCHES	DRAWN	Alfred ZELAND/10	
FRACTIONS	CHECKED		
DECIMALS	BIG APPR.		
ANGULARS MATCH BEND ±	W/O APPR.		
TWO PLACE DECIMAL ±			
THREE PLACE DECIMAL ±			
UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:			
MATERIAL	COMMENTS		
FINISH			
Aluminio			
NEET ASSY			
USED ON			
APPLICATION			
DO NOT SCALE DRAWING			

5

4

3

2

1

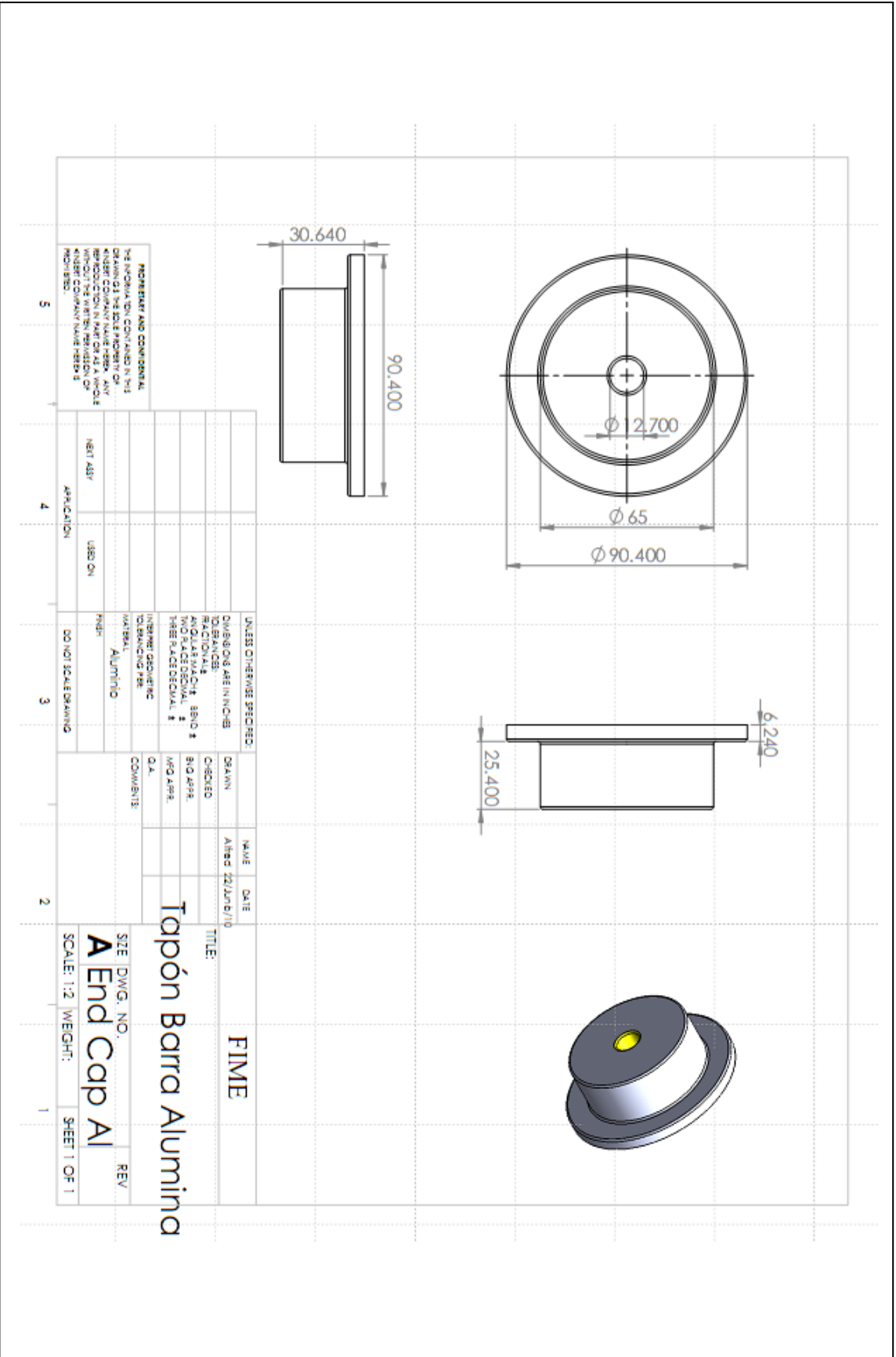
TITLE:
FIME

TÍTULO:
Tapón Tubo Alumina

SIZE DWG. NO.
EnAl Cap Al extrude

SCALE: 1:2 WEIGHT: SHEET 1 OF 1

REV

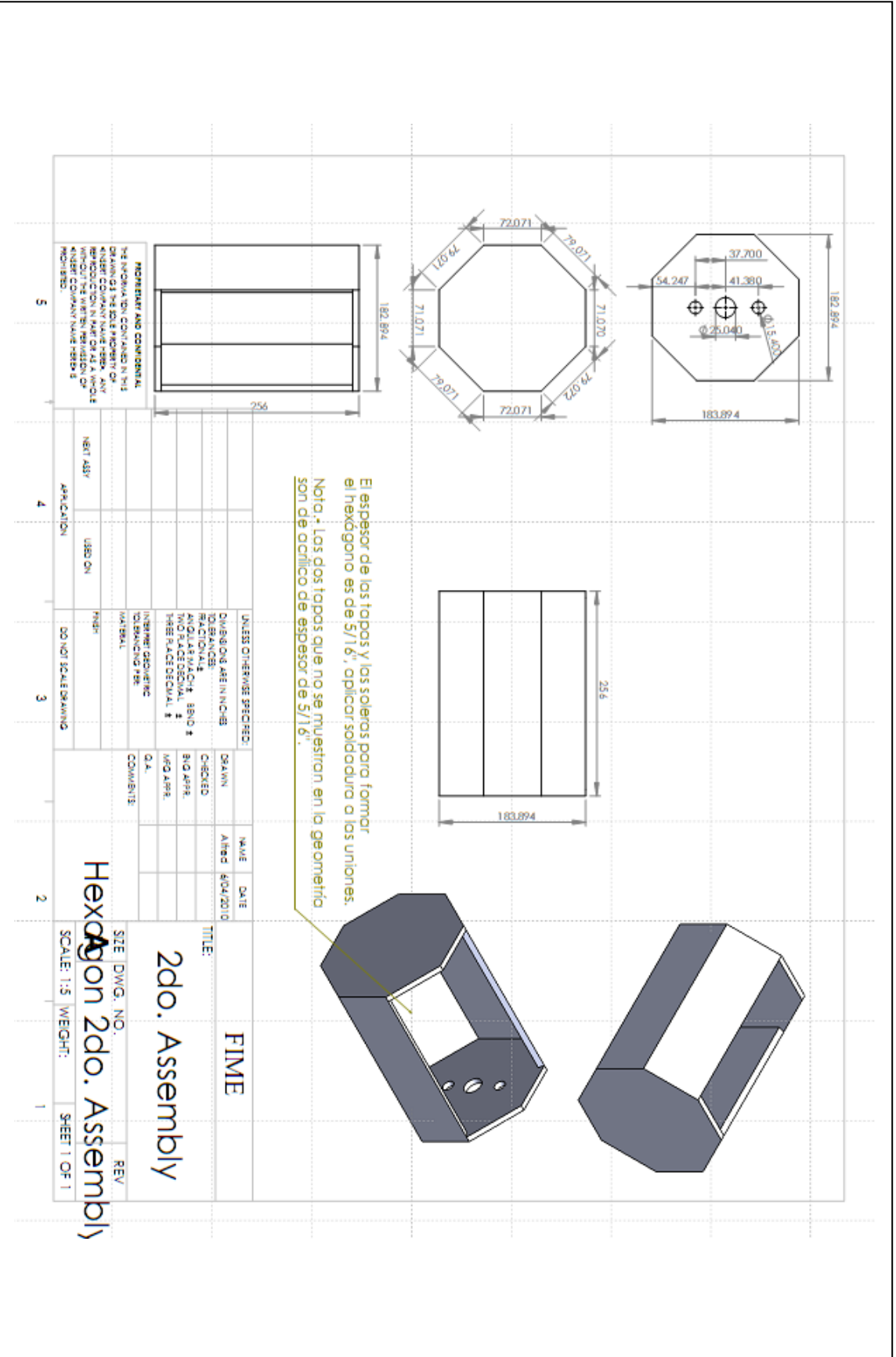


IMPORTANT AND CONDITIONAL
 RE: ANHUAL-100, CONSULTAR EN SU
 OFICINA DEL DISEÑO PARA
 KINER COMPONENT HAVE BEEN. ANY
 REPRODUCTION IN PART OR AS A WHOLE
 WITHOUT THE WRITTEN PERMISSION OF
 KINER COMPONENT HAVE BEEN IS
 PROHIBED.

UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	DIMENSIONS ARE IN INCHES
FRACCIÓN	DECIMALS
ANGULARS	DECIMALS
TWO PLACE DECIMAL	THREE PLACE DECIMAL
INLET DESIGN	INLET DESIGN
CONTRACTING PER	CONTRACTING PER
MATERIAL	Alumina
FINISH	DO NOT SCALE DRAWING

DESIGNED BY	CHECKED BY	DATE	REV
DRAWN BY	APPROVED BY		
TITLE:		SIZE	DWG. NO.
Tapón Barra Alumina		A	End Cap Al
COMMENTS:		SCALE: 1:2	WEIGHT:
		SHEET 1 OF 1	

5 4 3 2 1



El espesor de los topas y las soleras para formar el hexágono es de 5/16", aplicar soldadura a los uniones.
 Nota: Los dos topas que no se muestran en la geometría son de orificio de espesor de 5/16".

MOMENTARY AND COMMENTARY
 THE INFORMATION CONTAINED IN THIS DRAWING IS THE SOLE PROPERTY OF KINERET COMPANY. ANY REPRODUCTION IN PART OR AS A WHOLE WITHOUT THE WRITTEN PERMISSION OF KINERET COMPANY IS PROHIBITED.

UNLESS OTHERWISE SPECIFIED:	DRAWN BY	NAME	DATE
FRACTIONAL	ALFARO	ALFARO	10/04/2010
ANGULAR MATCH - BEND #	CHECKED		
TWO PLACE DECIMAL #	BIO APPR.		
THREE PLACE DECIMAL #	WFO APPR.		
INTERIOR DIMENSING	Q.A.		
CONSTRUCTION LINE	COMMENTS		
FINISH			
DO NOT SCALE DRAWING			

FINE

TITLE:
2do. Assembly

Hexagon 2do. Assembly

SCALE: 1:5 WEIGHT: SHEET 1 OF 1

5 4 3 2 1

RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO

Alfredo de la Garza Chávez

Candidato al grado de Maestría en Ciencias de de la Ingeniería Mecánica con especialidad en Materiales.

Tesis: “Diseño y construcción de un dilatómetro de alta velocidad para el estudio de las transformaciones de fase en materiales”.

El Ing. Alfredo de la Garza Chávez nació el 11 de Julio de 1986, del Sr. Alfredo de la Garza Báez y la Sra. María Magdalena Chávez Mora. Obtuvo el título de Ingeniero Mecánico Administrador otorgado por la Universidad Autónoma de Nuevo León en el año 2008, año en que inicia la Maestría en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales donde desarrolló un proyecto de investigación en metalurgia, diseñando y construyendo un dilatómetro de alta velocidad para el estudio de las transformaciones de fase.

El Ing. Alfredo de la Garza tiene experiencia en el área de producción, calidad, mejora continua, ingeniería de producto, y ahora con el estudio de la Maestría en Ciencias de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales, obtiene una nueva experiencia en el área de la metalurgia.

